

NTP 59: Toma de muestras de sílice libre. Análisis colorimétrico

Standard sampling method for Free Silica
Norme d'échantillonnage de la Silice Cristalline

Las NTP son guías de buenas prácticas. Sus indicaciones no son obligatorias salvo que estén recogidas en una disposición normativa vigente. A efectos de valorar la pertinencia de las recomendaciones contenidas en una NTP concreta es conveniente tener en cuenta su fecha de edición.

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 del método analítico

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

La muestra se digiere en ácido fosfórico, para eliminar los silicatos presentes. El material cristalino remanente se disuelve con ácido fluorhídrico. La sílice se determina **coloriméricamente** como silicomolibdato a 420 nm o como azul de molibdeno a 820 nm. 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 colorimétrica (sílice libre cristalina).

El método puede adaptarse para analizar cualquier materia prima o polvo depositado, del que se precise conocer su % en sílice libre cristalina. Permite determinar concentraciones de sílice libre entre el margen de 5 µg y 2,5 mg por filtro. Para un volumen de muestreo de 300 litros, significa que puede determinarse una concentración ambiental de sílice libre de 0,016 a 8,3 mg/m³. El límite de detección puede estimarse en 5 µg de sílice libre por filtro.

Inconvenientes y limitaciones

Durante la digestión de la muestra en ácido fosfórico, para eliminar silicatos, puede existir pérdida de sílice libre por disolución.

La solubilidad de la sílice libre está en función del tamaño de las partículas, siendo las finas y pequeñas las que son más susceptibles de presentar esta fuente de error. Existen silicatos resistentes al ataque con ácido fosfórico, que pueden proporcionar errores por exceso. La presencia de cantidades importantes de ión férrico (> 1 mg por muestra) puede producir bajos resultados, si no se elimina mediante un tratamiento preliminar con mezcla de ácido HCl-HNO₃ (10:1). El procedimiento analítico es largo y requiere experiencia y habilidad en el analista, para obtener resultados reproducibles. El método no diferencia entre sí, los distintos polimorfos de la sílice libre cristalina (cuarzo, cristobalita y tridimita), y los resultados obtenidos son de sílice libre total.

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 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 en el muestreo, dado que originan un incremento de peso en los filtros blancos.

Utilizar cassettes de dos cuerpos para muestrear fracción de polvo respirable.

Ciclón.

Utilizarlos sólo cuando se muestrea fracción de polvo respirable

Ciclón de nylon de 10 mm.

Porta-ciclón.

Soporte metálico para ciclón.

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.

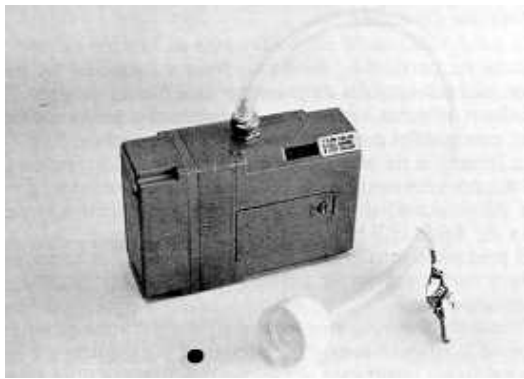


Fig. 2: Equipo de muestreo, para polvo total

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 (si no, se alterarían las características granulométricas del polvo separado por el ciclón).

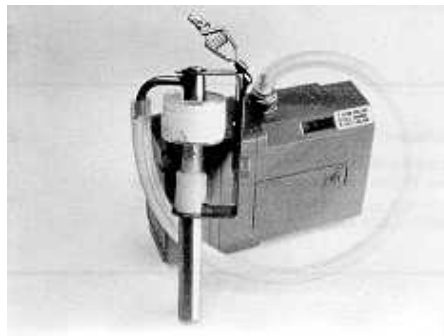


Fig. 3: Equipo de muestreo, para fracción respirable

El volumen de aire recomendado para captar la fracción total o respirable de polvo silicótico es función de su contenido en sílice libre (%).

La cantidad de polvo captada en el filtro debería estar comprendida entre los 0,5 y 5 mg.

Es conveniente disponer de las materias primas que son fuente de la contaminación ambiental, o en su defecto del polvo depositado.

Permite identificar la posible presencia de las diferentes especies de sílice libre (por ejemplo, mediante Difracción de Rayos X)

La cantidad de muestra necesaria para analizar 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 predeterminado, 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 estos 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.



width="243" height="360">
Fig. 4: Muestreo de polvo total



width="241" height="356">
Fig. 5: 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-2213. Método colorimétrico para la determinación de la sílice libre
Mayo, 1979
- (2) NIOSH
Manual of Sampling Data Sheets. Data Sheet nº 3.02 Crystalline silica
Edition 1977
- (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