

**HIGIENE INDUSTRIAL-MEDIO AMBIENTE LABORAL,
DETERMINACIÓN DE MATERIA PARTICULADA (POLVO TOTAL
Y POLVO RESPIRABLE) EN EL AMBIENTE LABORAL - MÉTODO
DE DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA**

Norma Técnica INTE 31-08-03-97

Publicado en El Alcance No. 68 de La Gaceta No. 192 del 02 de octubre de 1998

»Nombre de la norma: Determinación del polvo total en aire, gavimetría.

»Número de la norma: INTE 31-08-03-97

0 Introducción

Sustancia a analizar: materia particulada.

Medio: Aire.

Nivel Máximo de Concentración Permisible: El que se indica en la norma INTE 31-08-04-97.

Intervalo: 0,2 a 2,0 mg por muestra.

Volumen: ver apartado 11.

Definición: Partículas sólidas suspendidas en el aire, cuyo tamaño es menor a 10 μ m, siempre y cuando su contenido de sílice (cuarzo) sea menor al 1% y contenga sustancias no tóxicas.

Propiedades: La penetración a los pulmones no debe ser mayor en cantidad de cuarzo del 1% .

Procedimiento: Determinación Gravimétrica por diferencia de pesos.

1 Objeto y Campo de Aplicación

Esta norma establece el procedimiento para la determinación gravimétrica por diferencia de pesos de la concentración de polvos totales en el aire del medio ambiente laboral.

2 Normas para Consulta

NOM-010-STPS - Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se produzcan, almacenen o manejen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral.

- Determinación gravimétrica de materia particulada ambiental. Método HA-244.

INTE 31-08-04-97 Concentraciones ambientales máximas permisibles en lugares de trabajo.

3 Definiciones

3.1 adsorción: fenómeno de superficie que se manifiesta por un aumento de la concentración del soluto en la interfase que rodea al medio estacionario.

3.2 blanco o testigo: suma de componentes que intervienen en el análisis, en el cual no se encuentra el que se va analizar y que sirve en una experimentación de término de comparación.

3.3 calibración: es el conjunto de operaciones que tiene por finalidad determinar los errores de un instrumento para medir y, de ser necesario, otras características metrológicas.

3.4 coeficiente de variación total (CV_T): valor que corresponde a la desviación estándar en la evaluación de la atmósfera de prueba.

3.5 desadsorción: fenómeno de superficie inverso a la adsorción donde hay un desprendimiento de soluto que se encuentra en una interfase.

3.6 estándar: modelo ideal que reúne los caracteres esenciales de igual naturaleza y que se reproduce imitándolo.

3.7 interferencia: cualquier sustancia, componente o condición que altere el análisis y por lo tanto los resultados.

3.8 intervalo: espacio que hay entre dos puntos establecidos por las condiciones de la prueba.

3.9 método: es la forma de realizar una operación del proceso, así como su verificación.

4 Principios del Método

- Preparación de filtros. Mantener los filtros secos y las almohadillas dentro del desecador por lo menos 15 minutos, dependiendo de las condiciones ambientales se aumentará el tiempo.
 - Quitar la cubierta del desecador y los filtros en la cámara ambiental por lo menos 1 hora.
 - Numerar los soportes de celulosa con un lapicero de punta redonda y colocarlas, numeradas hacia abajo en el fondo de la sección del cartucho de portafiltros.
 - Pesar los filtros en la cámara ambiental. Registrar la tara del filtro, W (mg).
- a)** Ajustar la balanza en ceros antes de cada pesada.
- b)** Asir el filtro con pinzas (fórceps de nylon si se hacen análisis posteriores).
- c)** Pasar el filtro a través de una fuente de radiación antiestática. Repetir este punto si el filtro no se libera fácilmente de los fórceps o si el filtro atrae el plato de la balanza. La electricidad estática puede causar errores en la lectura de los pesos.
- Colocar los filtros pesados sobre almohadillas en las secciones del fondo de cartucho de portafiltros y dejarlos un tiempo adicional de 8 a 16 horas en la cámara ambiental.
 - Volver a pesar los filtros. Si esta medida de peso difiere por más de 0,01 mg de la primera medida obtenida, se descartará el filtro.

Nota. Insertar una varilla a través del agujero en la salida de la sección del fondo del cartucho de portafiltros para levantar la almohadilla de manera que el filtro pueda asirse con fórceps.

- Montar o ensamblar los filtros en el cartucho de portafiltros y cerrar firmemente de tal manera que no ocurra ninguna fuga alrededor del filtro. Colocar una banda pequeña de celulosa alrededor del filtro, dejar que seque y marcarlo con el mismo número que la almohadilla.

5 Intervalo y Sensibilidad

- El margen de trabajo recomendado para filtros de PVC oscila entre 0.2 y 2.0 mg. Para una muestra de 100 litros, representa que puede determinarse una concentración de polvo de 2 a 20 mg/m³. Cuando se sobrepase el margen de trabajo de 2mg se aumenta la probabilidad de que aparezca polvo suelto sobre el filtro.
- La sensibilidad del método depende de las especificaciones de la balanza analítica empleada. La sensibilidad mínima necesaria es de 10ug.
- Límite de detección: no determinado. Se puede tomar como recomendación, el valor dado en la norma HA-244 de 60 μ g.

6 Interferencias

-Este método analítico no es específico para ningún contaminante, ya que determina el peso de cualquier materia particulada (polvo, humo,...) que quede retenida en el filtro, a menos que se conozca la composición exacta de las partículas que están presentes en el ambiente a evaluar.

7 Precisión y Exactitud

7.1 Precisión y exactitud: no determinada.

7.2 La precisión del método depende de que la balanza cuente con una sensibilidad de 0.01mg o superior. Es importante utilizar la misma balanza antes y después de la recolección de muestras.

7.3 Como referencia, para el coeficiente de variación se pueden tomar los valores de ± 10.5 y ± 1.0 % para el margen recomendado.

8 Ventajas Y Desventajas Del Método

- El procedimiento analítico es simple, sensible, rápido y económico.
- Es un método totalmente inespecífico, debiéndose considerar como tal, a menos que se conozca la composición exacta del polvo muestreado.

- Es necesario que las dos pesadas de cada filtro sean efectuadas en la misma balanza, por la misma persona, y en condiciones ambientales lo mas parecidas posible.

9 Instrumentación y Equipo

- Cámara ambiental a humedad y temperatura constantes (ejemplo 20,0 °C \pm 0,3 °C y 50 % \pm 5 % de humedad relativa). El tipo o diseño escogido puede ser variable para cada laboratorio. (En las figuras 1 y 2 se detalla como ejemplo un modelo de cámara. Referencias en bibliografía).
- Bomba de muestreo personal (calibrada de 1,5 a 2 L/min) con tubos flexibles para conexión.
- Filtros de membrana de cloruro de polivinilo, de 37mm de diámetro y 5 μ m de poro, previamente tarados.
- Balanza analítica con una sensibilidad mínima de 0,01 mg.
- Desecador.
- Neutralizador de estática o equivalente.
- Banda de celulosa para filtros.
- Espátula.
- Pinzas (fórceps de nylon en el caso de que se realicen varios análisis).
- Filtros.
- Soportes de filtro.
- Cassette de 2 ó 3 cuerpos de poliestireno.

10 Reactivos

- Agua destilada.
- Solución sobresaturada de un sustancia cristalina cuya humedad relativa a temperatura constante, sea próxima a la medida habitual del laboratorio.
- Alcohol etílico del 95%.

11 Procedimiento

11.1 Calibración de la bomba de muestreo personal: Cada bomba de muestreo personal debe ser calibrada con los accesorios representativos que se utilicen. Calibrar a un flujo de 1 a 2 l/min. No exceder una carga total del filtro de aproximadamente 2 mg de polvos totales.

11.2 Toma de muestra, envío y conservación

11.2.1 Preparación de filtros de peso conocido

- Los filtros de membrana (incluyendo los blancos) antes de la toma de la muestra, se sacan cuidadosamente de su caja o paquete original y se depositan sobre los cuerpos inferiores de los cassettes, ya preparados con los soportes de celulosa.
- Los juegos de cassettes conteniendo los filtros, se introducen destapados en la cámara de unidad controlada dejándose en reposo un mínimo de 24 horas para que la humedad de los filtros se equilibre con la humedad relativa existente en el interior de la misma.
- Los juegos de cassettes, conteniendo los filtros, son retirados individualmente de la cámara de humedad controlada, en el mismo instante en que se va a proceder a la pesada del filtro, abriendo la puerta de la cámara con delicadeza y agilidad.
- El número de filtros que pueden retirarse correlativamente de la cámara o del compartimiento, sin que varíe de modo sustancial la misma, es variable y depende de: la amplitud y sistema de abertura de la cámara, la habilidad del analista, la similitud de la humedad exterior y la de la cámara, ... etc. Por lo general, es aconsejable no sobrepasar de 10 ó 12 pesadas correlativas, así como esperar alrededor de 1 hora antes de pesar un nuevo lote de filtros, para que pueda restablecerse la humedad propia de la cámara.
- El filtro se retira cuidadosamente con ayuda de pinza y espátula y se deposita sobre el plato de la balanza, provisto de un vidrio de reloj adecuado, pesándose con una aproximación mínima de 0.01 mg. Antes de cada pesada se ajusta el cero o tara de la balanza, y se comprueba que el plato de la balanza se conserve perfectamente limpio.

- Los filtros ya pesados, se introducen de nuevo a los cassettes perfectamente identificados (ver 4.3), y se acondicionan y sellan con una banda de celulosa para la toma de muestra.

11.2.2 Toma de la muestra

La muestra de aire se toma al caudal establecido en el apartado 11.1, a través de un cassette de 2 ó 3 cuerpos que contiene un filtro de membrana de cloruro de polivinilo, previamente tarado.

Cuando se requiera muestrear polvo respirable deberá colocarse un ciclón de nylon colocado acoplado al cassette, ajustándose entonces el caudal a 1,7 lpm.

El volumen de aire recomendado para polvo total es un volumen mínimo de 7L y máximo de 133L, y para el polvo respirable, el volumen mínimo es de 20 l y el máximo de 400 l.

11.2.3 Envío y conservación

El envío debe hacerse en cajas o maletines apropiados y diseñados para prevenir posibles daños y pérdidas de muestra. En todo momento los filtros deben transportarse en forma vertical.

11.3 Análisis de muestras

11.3.1 Preparación de la muestra

- Limpiar el polvo de la superficie externa del cassette de portafiltros y humedecer con una toalla de papel para minimizar la contaminación. Deseche la toalla de papel.

- Los cassettes de muestras al llegar al laboratorio se abren y sus cuerpos inferiores conteniendo los filtros muestra se introducen en una cámara de humedad controlada, en donde se dejan en reposo mínimo de 24 horas, con el fin de reproducir las mismas condiciones ambientales a que estuvieron sometidos antes de la primera pesada.

- Los filtros se pesan.

- El peso de polvo retenido en el filtro se obtiene por diferencia entre las dos pesadas (ver apartado 13).

12 Calibración y Control de Calidad

Todas las indicaciones que se exponen dentro de este apartado, son más bien normas y sugerencias encaminadas a controlar el funcionamiento de la propia balanza; y la calidad de los resultados que se obtienen en las pesadas. Estas son básicamente las siguientes:

- Ajustar el cero (o tara) de la balanza antes de cada pesada.
- Controlar periódicamente las especificaciones de la balanza: sensibilidad (ajuste de la escala óptima) y dispersión o reproductibilidad real de la misma.
- Llevar a cabo una revisión y un mantenimiento periódico de la balanza (es recomendable como mínimo, anualmente).
- Tomar de 2 a 4 blancos de muestra para cada lote o campo de muestras para asegurar la calidad en los procedimientos de muestra. El juego de blanco de muestras debe ser o estar expuesto al mismo tipo de polvo del medio ambiente, tanto en la cámara de polvo del laboratorio como en el campo. Las muestras que se usen para control de calidad deben ser tomadas con el mismo equipo, procedimiento y personal usado en las muestras de campo de rutina. La desviación normal evaluada de éstos blancos debe registrarse en la carta de control. Se debe tomar una acción correctiva cuando la precisión está fuera de control.

13 Cálculos

Para calcular el polvo retenido en el filtro, se utilizará la siguiente fórmula:

$$P = P_2 - P_1$$

donde

P = peso de polvo, expresado en mg, obtenido por diferencia pesada.

P₁ = peso del filtro.

P₂ = peso del filtro más la muestra.

A partir de la determinación gravimétrica del polvo retenido en el filtro (P), puede calcularse la concentración de polvo en el aire muestreado

$$\text{mg/m}^3 \text{ polvo} = \underline{P}$$

V

donde

P = peso de polvo, expresado en mg, obtenido por diferencia pesada.

V = volumen de aire muestreado, expresado en m³.

14 Observaciones

- La influencia de las fuerzas electrostáticas cuando se trabaja con filtros de PVC, que han estado previamente un mínimo de 24 horas en una cámara de humedad controlada, es poco apreciable.
- No existen variaciones significativas en la humedad relativa de la cámara, cuando las oscilaciones de temperatura están entre 20 ± 5 ° C.
- Es totalmente recomendable el establecer un control de calidad de las pesadas en cada laboratorio (metodología y norma de calidad). Ello permite poder estimar periódicamente la fiabilidad de los resultados y disponer de un sistema que nos ayude a detectar posibles anomalías en el procedimiento analítico.
- El control gravimétrico de los filtros blanco que acompañan a las muestras, sirve para estimar o controlar la bondad de los resultados gravimétricos que se obtienen con las muestras. La diferencia de peso máxima, tolerable entre las dos pesadas de un blanco, no debe ser superior al valor límite de detección establecido en cada laboratorio para su procedimiento analítico.

15 Informe de Resultados

Informe de evaluación.

El informe debe contener los siguientes datos:

- a)** Nombre del contaminante.
- b)** Identificación de las muestras.
- c)** Referencia a la norma, método utilizado para la evaluación.
- d)** Croquis de localización de los puntos de muestreo.
- e)** Fecha y hora de inicio y terminación del muestreo.

- f)** Flujo de calibración y flujo de muestreo.
- g)** Temperatura y presión de acuerdo a la altitud de la atmósfera evaluada.
- h)** Sustancias que interfieren en el análisis y que están presentes en la atmósfera muestreada.
- i)** Tipo de muestreo:
 - Personal (zona de respiración), puesto de trabajo y nombre del trabajador;
 - Ambiental (atmósfera general de la zona de trabajo).
- j)** Fecha de realización del análisis de laboratorio.
- k)** Concentración determinada del contaminante expresada en mg/m³ y/o ppm comparada con el nivel máximo permisible de concentración.
- l)** Memoria de cálculo.
- m)** Nombre y firma del responsable del informe.
- n)** Observaciones.
- o)** Referencia al laboratorio que proceso las muestras.

16 Bibliografía

Para la elaboración de esta norma se tomaron los siguientes documentos:

- Higiene industrial-medio ambiente laboral, determinación de polvos totales en el ambiente laboral-método de determinación gravimétrica" NOM-085-STPS.
- Determinación gravimétrica de materia particulada ambiental. Método HA-244.
- NIOSH, Manual of Analytical Methods, 0500, 5000,. 2nd ad., V.S, 5349, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977)/
- STRAND, J. et al. A constant relative humidity-temperature chamber for the accurate weight determination of air particulate matter collected on filters. ATMOSPHERIC ENVIRONMENT, 1978, vol. 12, páginas de 2027-2078.

- CLOTET, R. Cabina climática de fácil montaje. QUIMICA E INDUSTRIA, 1972, Vol. 18, (3), páginas 11-12.