

# materia particulada (total y fracción respirable) en aire - Método gravimétrico

MTA/MA-014/A88

**Palabras clave:** materia particulada, polvo total, fracción respirable, aire, gravimetría.

## PRESENTACIÓN

La determinación de materia particulada en aire está íntimamente ligada a los conceptos y definiciones con las que se establecen sus distintas fracciones en función de los tamaños de las partículas. Estas fracciones se definen en relación a la distribución de las partículas en el tracto respiratorio humano en la forma más aproximada posible en función de los conocimientos de que se dispone (\*).

Actualmente, tanto las definiciones de las fracciones como la propia terminología para designarlas está siendo revisada por ISO (International Organization for Standardization). Por su parte, el Comité Europeo de Normalización (CEN) está elaborando una norma, basada en la revisión de ISO, que recogerá todos estos aspectos. En ambos casos se trata de llegar a un acercamiento a los nuevos criterios de la ACGIH. Debido, por tanto a esta situación de revisión de criterios, se publica este método para la determinación de materia particulada manteniendo, de momento, los anteriores criterios de la ACGIH (1985-86) hasta que se acuerden en CEN los nuevos criterios que obligatoriamente tendrán que cumplir todos los países de la CEE. En consecuencia, se han mantenido también los términos de "total" y "fracción respirable" tal como se han venido utilizando.

El capítulo dedicado a "procedimiento analítico", que se describe en este método, será válido mientras se mantengan los valores límites de exposición y las características del filtro a utilizar, sin embargo el equipo para muestrear otras nuevas fracciones podrá variar dependiendo del criterio que se adopte.

El método "*Determinación de materia particulada (total y fracción respirable) en aire - Método gravimétrico*" es un **MÉTODO ACEPTADO** por el [Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo \(INSHT\)](#). Como **MÉTODO ACEPTADO** se entiende: un método utilizado en el INSHT y que ha sido sometido a un protocolo de validación por organizaciones oficiales competentes en el tema, o ha sido adoptado como método recomendado por entidades profesionales, así como aquellos métodos recomendados por la UE o basados en métodos ampliamente conocidos y utilizados por especialistas en este tipo de análisis.

El método que se presenta, estructurado atendiendo a ISO 78/2, es una adaptación de la NORMA-HA-244 "Determinación de materia particulada ambiental con filtros de PVC" (INSHT, 1981), basada en los métodos 0500 y 0600 de NIOSH (9.7, 9.8).

(\*)

- International Organization for Standardization "Air quality particle size fraction definitions for health related sampling. Technical Report ISO/TR 7708-1983 Ginebra, ISO (1963).
- American Conference of Governmental Industrial Hygienist. "Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices for 1985-86 ACGIH, Cincinnati, Ohio (1985).
- TL. Ogden. "The ISO and ACGHI Standardized size fractions and their relation to human deposition data". Ann. Occ. Hyg 32.413 (1988).
- [Directiva del Consejo de 16 de Diciembre de 1988](#) sobre la protección de los trabajadores contra los riesgos relacionados con la exposición a agentes físicos, químicos y biológicos durante el trabajo. D. O. N° L 356 de 24-12-88 pág. 74.
- E González Fernández. "Concepto de fracciones respirables y criterios de valoración". Ponencia presentada a la II Conferencia de Higiene Industrial de la AIHA - Sección Española, Valencia 1988.

## Índice

### 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

### 2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

### 3. REACTIVOS Y PRODUCTOS

3.1. Agua destilada

3.2. Solución sobresaturada de una sustancia cristalina

3.3. Etanol del 96%.

### 4. APARATOS Y MATERIAL

4.1. Equipo y material para la toma de muestra

4.2. Equipo y material para el análisis

### 5. TOMA DE MUESTRAS

5.1. Condiciones de la toma de muestra

5.2. Procedimiento de muestreo.

5.3. Transporte y almacenamiento.

## 6. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

6.1. Limpieza del material.

6.2. Pesada de filtros previa a la toma de muestra.

6.3. Pesada de los filtros después de la toma de muestras.

6.4. Calibración y controles.

## 7. CÁLCULOS

## 8. PRECISIÓN

## 9. BIBLIOGRAFÍA

---

# 1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este método describe el equipo y los procedimientos necesarios para la toma de muestra, con filtros de cloruro de polivinilo (PVC), y la determinación gravimétrica de materia particulada en aire.

El método es aplicable en el área de la higiene industrial a las determinaciones de polvo total y de la fracción respirable según las especificaciones de la ACGIH de 1985-86 (9.1).

El campo de aplicación del método puede ampliarse a toda materia particulada específica (humos metálicos, polvo de sílice libre, etc.) para cuyo análisis se precise también una determinación gravimétrica.

Este método permite determinar concentraciones de polvo o materia particulada entre 3 y 20 mg/m<sup>3</sup>, para un volumen de muestreo de 100 litros, y para un margen de trabajo establecido entre 0,3 y 2 mg de polvo por muestra (9.7 y 9.8). El método puede ser utilizado en el caso de concentraciones de polvo en aire mayores, tomando un volumen de muestra menor al indicado. Por otra parte, según la naturaleza del polvo, pueden admitirse hasta 4 ó 5 mg de polvo/muestra.

El límite de detección depende de la balanza analítica y de las condiciones operacionales, si bien puede estimarse en aproximadamente 0,2 mg de polvo muestra.

La sensibilidad del método depende de las especificaciones de la balanza analítica empleada. La sensibilidad mínima recomendable es de 0,01 mg.

El método es totalmente inespecífico, ya que determina el peso de cualquier sustancia particulada que quede retenida en el filtro, salvo que se conozca la composición exacta de las partículas presentes en el ambiente a evaluar.

Si por alguna exigencia analítica fuera necesaria la captación y determinación gravimétrica de materia particulada mediante filtros de otra naturaleza (membrana de plata, fibra de vidrio, etc.), aunque sea válida la metodología que se describe en este método, deberán estudiarse y establecerse en cada caso los parámetros característicos, de acuerdo con el comportamiento del filtro y el límite de exposición del contaminante a determinar.

# 2. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

La muestra se recoge haciendo pasar un volumen conocido de aire a través de un filtro de membrana de cloruro de polivinilo (PVC), previamente pesado con una aproximación mínima de 0,01 mg.

El filtro se acondiciona antes de pesarlo en una cámara de humedad controlada a temperatura constante, durante un mínimo de 24 horas. Esta operación se realiza tanto en la pesada previa a la toma de muestra, como en la posterior a la misma.

La diferencia de peso entre ambas pesadas, expresada en miligramos, corresponde a la cantidad de polvo o materia particulada retenida en el filtro, a partir de la cual se obtiene la concentración de polvo o materia particulada en miligramos por metro cúbico de aire.

# 3. REACTIVOS Y PRODUCTOS

## 3.1. Agua destilada

**3.2. Solución sobresaturada de una sustancia cristalina (9.10)**, cuyo % de humedad relativa a temperatura constante, sea próxima a la media habitual del laboratorio (±5 %).

## 3.3. Etanol del 96%.

## 4. APARATOS Y MATERIAL

### 4.1. Equipo y material para la toma de muestra.

**4.1.1. Bomba para muestreo personal y ambiental**, cuyo caudal se mantenga dentro del valor determinado, con una exactitud de  $\pm 5\%$ . Para calibrar la bomba se utilizará un medidor de burbuja de jabón u otro medidor de caudal externo.

**4.1.2. Filtro de membrana de cloruro de polivinilo** (P.V.C.), de 37 mm de diámetro y 5 micras de tamaño de poro, previamente pesado con una aproximación mínima de 0,01 mg (6.2).

**4.1.3. Soporte de filtro**. Disco y soporte de celulosa de 37 mm de diámetro, que garantice la distribución uniforme del paso de aire durante la toma de muestras.

**4.1.4. Portafiltro o cassette** de poliestireno de 2 ó 3 cuerpos, de 37 mm de diámetro, en los que se coloca el filtro sobre el soporte de celulosa. Cuando se requiera muestrear la fracción respirable, deben utilizarse cassettes con 2 cuerpos.

**NOTA:** Los cassettes moldeados con acetato-butirato de celulosa (Tenita) no deben utilizarse para el muestreo, dado que ocasionan un incremento de peso.

**4.1.5. Ciclón** de nylon de 10 mm. Se utilizará únicamente cuando se muestree la fracción de polvo respirable.



### 4.2. Equipo y material para el análisis.

**4.2.1. Balanza analítica** con una sensibilidad mínima de 0,01 mg.

**4.2.2. Barra de ionización radioactiva** de  $P_{O\ 210}$  o equivalente para eliminar la influencia de las fuerzas electrostáticas en los filtros.

**4.2.3. Pinzas antiestáticas** sin estrías en los bordes.

**4.2.4 Cámara o recinto de humedad controlada** (3.2.). El tipo de diseño puede variar según la disponibilidad de cada laboratorio (9.3, 9.9).

En las figuras 1 y 2 se detalla a modo de ejemplo, un modelo de cámara de humedad controlada.

**4.2.5. Medidor de humedad o higrómetro.**

**4.2.6 Termómetro.**



## 5. TOMA DE MUESTRAS

### 5.1. Condiciones de la toma de muestra.

Los filtros de PVC que se emplean para realizar la toma de muestra deben ser filtros prepesados en la forma en que se describe en el apartado 6.2 y en las mismas condiciones en las que se vaya a realizar la pesada después de la captación.

La muestra de aire se toma a un caudal de 1,5 - 2 l/min a través de una cassette de 2 ó 3 cuerpos que contiene un filtro de membrana de cloruro de polivinilo (4.1.2).

Cuando se requiera muestrear la fracción de polvo respirable deberá colocarse el ciclón (4.1.5) acoplado a la cassette, ajustándose entonces el caudal a 1,7 l/min.

El volumen de aire que se recomienda muestrear para determinar la concentración de polvo molesto (o inerte) es de 100 litros para la fracción total y de 200 litros para la fracción respirable. Cuando se precise el análisis gravimétrico de otros tipos de polvo o materia particulada, el volumen a muestrear estará en función del límite de exposición establecido en cada caso.

La cantidad de polvo recogida sobre el filtro no deberá exceder, en ningún caso, de 5 mg, a fin de evitar la colmatación del filtro, así como la posible aparición de polvo suelto.



### 5.2. Procedimiento de muestreo.

**5.2.1.** Se coloca la bomba de aspiración convenientemente calibrada (4.1.1) en la parte posterior de la cintura del operario asegurándola con un cinturón apropiado.

La calibración de la bomba debe realizarse con el mismo sistema de captación que se vaya a utilizar en el muestreo, con el fin de que la pérdida de carga sea similar a la que se tendrá en el mismo.

**5.2.2.** Se une a la bomba un tubo de goma que pase por la espalda y hombro del operario, de forma que el extremo libre del tubo quede a la altura de la clavícula, fijándolo con una pinza a su vestimenta.

Se retiran los tapones del portafiltro o cassette y se conecta el tubo de goma con ayuda de un adaptador. En las captaciones de polvo respirable, se conecta el conjunto cassette-ciclón.

Se comprueba la perfecta estanqueidad del conjunto. En los casos que se utilice ciclón, se asegurará que la alineación ciclón-cassette sea perfecta.

**5.2.3.** Se pone la bomba en funcionamiento y se inicia la captación de la muestra. Durante la captación, debe vigilarse periódicamente el correcto funcionamiento de la bomba. En el caso de que se aprecien anomalías o variaciones sobre el caudal inicial, debe volverse a recalibrar la bomba y anular la muestra.

**5.2.4.** Se para el funcionamiento de la bomba transcurrido el tiempo de muestreo (predeterminado) y se anotan los datos siguientes: tiempo de muestreo, caudal, temperatura ambiente, y presión (si no puede averiguarse la presión, se estimará la altitud de la zona).

**5.2.5.** Se retira la cassette y se cierran sus orificios con los tapones, procurando que estos ajusten perfectamente. La cassette no debe abrirse bajo ninguna circunstancia hasta el momento del análisis.

Se coloca sobre la cassette una etiqueta con indicación clara del número identificativo de la muestra tomada.

**5.2.6.** Se acompaña a cada lote de filtros muestreados un "filtro blanco" el cual ha sido sometido a las mismas manipulaciones, excepto que no se ha pasado aire a su través. Se etiqueta con la palabra "blanco".

### 5.3. Transporte y almacenamiento.

Se colocan las muestras 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.

Las precauciones anteriores deben mantenerse mientras dure el almacenamiento de las muestras hasta el momento de su análisis.

## 6. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

### 6.1. Limpieza del material.

Todo el área próxima a las balanzas debe mantenerse libre de polvo.

Las pinzas, espátula y plato de la balanza (o vidrio de reloj) deben limpiarse cuidadosamente usando alcohol etílico y tejidos no fibrosos desechables.

Las cassettes que se vayan a preparar para la toma de muestras, se lavarán perfectamente con agua y detergente, aclarándose posteriormente con agua corriente y destilada.

Los ciclones, deben también desmontarse e inspeccionarse en su interior. Si aparece suciedad deberán limpiarse cuidadosamente con un trozo de algodón húmedo y en el caso de que aparezcan muescas o rayas en su interior, deberán desecharse.

### 6.2. Pesada de filtros previa a la toma de muestra.

**6.2.1.** Se sacan cuidadosamente de su caja o paquete original los filtros de membrana y se distribuyen sobre los cuerpos inferiores de las cassettes ya dispuestas con los soportes de celulosa.

**6.2.2.** Se introducen las cassettes destapadas conteniendo los filtros, en la cámara de humedad controlada (4.2.4) en la que se habrá introducido la disolución apropiada (3.2), 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.

**6.2.3.** Se retiran individualmente las cassettes conteniendo los filtros 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 agilidad y delicadeza.

**NOTA:** El número de filtros que pueden retirarse correlativamente para ser pesados de la cámara o compartimento (4.2.4) sin que varíe de modo sustancial el equilibrio de humedad de la misma, es variable y dependerá de: la amplitud y el sistema de apertura de la cámara, la habilidad del analista, la similitud entre la humedad exterior y la cámara, ... etc. Por lo general, es aconsejable no sobrepasar las 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 de la cámara.

**6.2.4.** Se retira cuidadosamente el filtro de la cassette con ayuda de una pinza y una espátula, se pasa por encima de la barra de ionización radioactiva y se deposita cuidadosamente sobre un vidrio de reloj colocado sobre el plato de la balanza y que se ha tarado previamente. Se determina el peso del filtro ( $P_1$ ) con una aproximación mínima de 0,01 mg. Antes de cada pesada se ajusta el cero de la balanza, y se comprueba que el plato y el vidrio de reloj se conserven perfectamente limpios.

### NOTAS:

1. La barra de ionización radiactiva de  $P_{O\ 210}$  ó equivalente, sirve para eliminar las fuerzas electroestáticas de los filtros; no obstante la influencia de estas fuerzas electrostáticas cuando se trabaja con filtros de PVC que han estado previamente en una cámara de humedad controlada es poco significativa, siendo generalmente suficiente colocar los filtros sobre un vidrio de reloj en el plato de la balanza, para que dichas fuerzas resulten inapreciables (9.6).
2. Puede resultar conveniente colocar dentro del recinto de la balanza una pequeña cantidad de la misma disolución (3.2) que se utilice para la cámara de humedad controlada, especialmente si las condiciones climáticas del laboratorio fueran inestables.

**6.2.5.** Los filtros ya pesados se introducen de nuevo en las cassettes, que deberán identificarse perfectamente y sellarse adecuadamente para la toma de muestras.

### 6.3. Pesada de los filtros después de la toma de muestras.

**6.3.1.** Se retiran las tapas de los portafiltros y se introducen los cuerpos inferiores con los filtros muestra y blancos en el recinto de humedad controlada, dejándolos un mínimo de 24 horas en reposo, con el fin de reproducir al máximo las condiciones ambientales a que estuvieron sometidos antes de la primera pesada (6.2.2).

**6.3.2.** Se determina el peso ( $P_2$ ) de cada filtro siguiendo el mismo procedimiento descrito en 6.2.3 y 6.2.4. Es necesario que las dos pesadas  $P_1$  y  $P_2$  de cada filtro sean efectuadas en la misma balanza, por la misma persona y en condiciones ambientales lo más parecidas posibles. No existen variaciones significativas en la humedad relativa de la cámara, cuando la temperatura oscila entre  $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  (9.3).

### 6.4. Calibración y controles.

Las indicaciones que a continuación se exponen son recomendaciones encaminadas a controlar y mantener el buen funcionamiento de la balanza, así como a conocer y controlar la calidad de los resultados gravimétricos que se obtienen:

- Comprobar el ajuste del cero (o tara) de la balanza antes de cada pesada.
- Controlar periódicamente las especificaciones de la balanza, tales como sensibilidad (ajuste escala óptica), dispersión real...
- Calibrar periódicamente las balanzas con pesas calibradas certificadas de la clase M.
- Llevar a cabo una revisión y mantenimiento periódico de la balanza (como mínimo anualmente). Establecer un control de calidad para el control de la precisión de las determinaciones gravimétricas, que facilite la detección de anomalías en el procedimiento analítico, tales como: deficiencias o mal funcionamiento de la balanza, de la cámara de humedad controlada, variaciones en la calidad de los filtros, cambios de analistas, variaciones en el comportamiento de los analistas, etc.

## 7. CÁLCULOS

El peso de polvo o materia particulada, P, en miligramos, retenido en el filtro, se obtiene por diferencia entre las dos pesadas  $P_2$  y  $P_1$  (6.3.2 y 6.2.4).

La concentración del polvo o materia particulada en el aire muestreado se calcula a partir de la cantidad P, mediante la siguiente expresión:

$$c = \frac{P}{V}$$

donde:

c es la concentración de polvo o materia particulada en aire, en  $\text{mg}/\text{m}^3$ .

P es la cantidad de polvo o materia particulada, en mg. obtenida por diferencia entre las pesadas  $P_2$  y  $P_1$ .

V es el volumen de aire muestreado, en  $\text{m}^3$ .

**NOTA:** Cuando la diferencia en valor absoluto entre las dos pesadas de  $P_2 - P_1$  del filtro blanco supere el límite de detección se sumará o restará su valor, al valor de P.

## 8. PRECISIÓN

La precisión de la determinación gravimétrica para un procedimiento similar al descrito y en el que está basado este método es de aproximadamente 0,08 mg por muestra (9.7). Este valor depende del peso del filtro y de la precisión con la que se determina este peso, por lo que es un dato que necesita ser evaluado en cada laboratorio.

La precisión total del método tiene un coeficiente de variación calculado de 0,056 para la determinación de polvo total en el intervalo de 8 a  $28 \text{ mg}/\text{m}^3$  para volúmenes de muestreo de 200 l de aire (9.7).

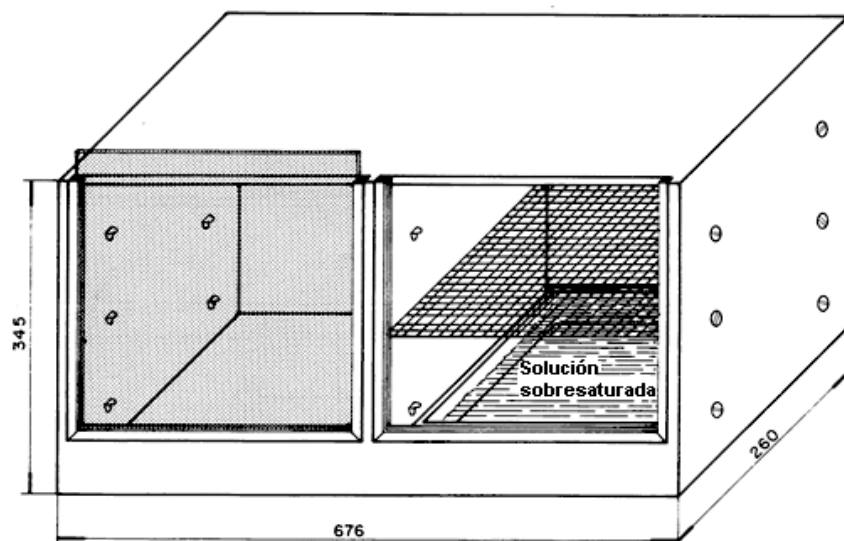
En el caso de la fracción respirable la precisión total para una única muestra tiene coeficientes de variación calculados entre 0,043 y 0,145 en el intervalo de  $0,5$  a  $5 \text{ mg}/\text{m}^3$ , en ensayos de laboratorio y utilizando una balanza de sensibilidad 0,01 mg. En pruebas en campo, utilizando la misma balanza, la precisión se estima entre 0,144 y 0,227 para concentraciones de 1 a  $10 \text{ mg}/\text{m}^3$  (9.8).

## 9. BIBLIOGRAFÍA

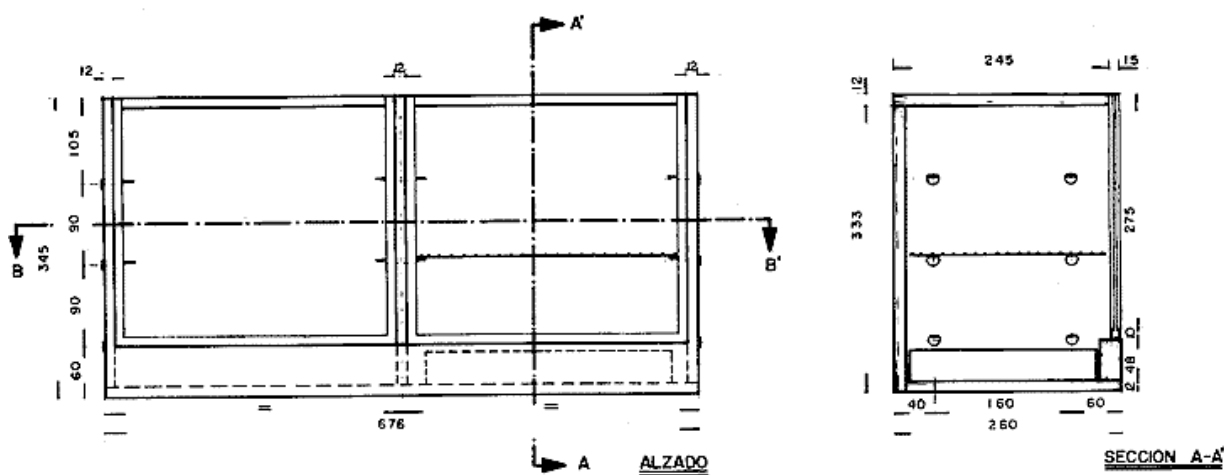
1. ACGIH, TLVs - **Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices** for 1985-86. Cincinnati, Ohio (1985).
2. ACGIH, TLVs - **Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices** for 1987-88. Cincinnati, Ohio (1987).
3. Clotet, R. **Cabina climática de fácil montaje**. Química e Industria, 1972, 18 (3), p 11-12.
4. INSHT. **Procedimiento de control de calidad interno para establecer la fiabilidad de la pesada de los filtros de membrana**. Madrid. Sec.Toxic. Laboral, 1986, Ref. 140186/TL-01/EGF.

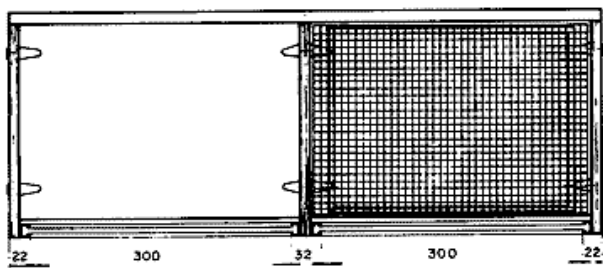
5. Mark, D. **Problems associated with the use of membrane filters for dust sampling when compositional analysis is required.** Ann. Occup. Hyg., 17, 35-40 (1974).
6. Marti, A. y Cifa, A. **Experiencias para establecer un control de calidad en los análisis gravimétricos en higiene industrial.** Barcelona. INSHT. ITB/3008 (1980).
7. NIOSH. **Nuisance dust, total.** Manual of Analytical methods 3<sup>rd</sup> Ed. , Vol. 1, Method 0500 (1984).
8. NIOSH. **Nuisance dust, respirable.** Manual of Analytical Methods. 3<sup>rd</sup> Ed. Vol. 1, Method 0600 (1984).
9. Strad, J. et al. **A constant relative humidity-temperature chamber for the accurate weight determination of air particulate matter collected on filters.** Atmospheric Environment, 12-10, 2027-2028 (1978).
10. Weast, R.C. (Editor). **Handbook of Chemistry and Physics.** CRC PRESS. 61<sup>st</sup> Edition, 1980-81, E-46.

**FIGURA 1**  
**CÁMARA DE HUMEDAD CONTROLADA**

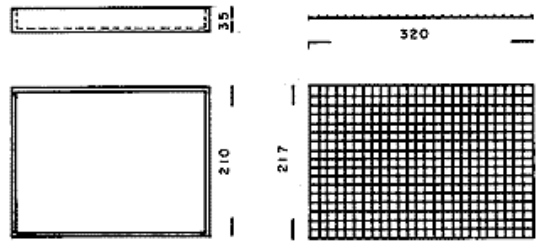


**FIGURA 2**  
**CÁMARA DE HUMEDAD CONTROLADA**  
**Secciones y detalles**





**SECCION B-B'**



**DETALLE CUBETA Y REJILLA**

Para cualquier observación o sugerencia en relación con este Método puede dirigirse al  
**Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo**  
[Centro Nacional de Verificación de Maquinaria](#)  
Camino de la Dinamita, s/n Monte Basatxu-Cruces - 48903 BARACALDO (VIZCAYA)  
Tfn. 944 990 211 - 944 990 543 Fax 944 990 678  
Correo electrónico.- [cnvminsht@mtas.es](mailto:cnvminsht@mtas.es)