

# POSTER 98

## DETERMINACIÓN POR DRX DE SÍLICE CRISTALINA RESPIRABLE EN MUESTRAS AMBIENTALES

<sup>(1)</sup>MP. GOMEZ, E. ZUMAQUERO, A. ESCRIG, E. MONFORT  
<sup>(2)</sup>A. SALOMONI, F. CREMONINI

<sup>(1)</sup> Instituto de Tecnología Cerámica (ITC). Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas (AICE)  
Universitat Jaume I. Castellón. España.

<sup>(2)</sup> Centro Cerámico de Bolonia. Bolonia. Italia.

**Palabras clave:** Sílice cristalina respirable, DRX, Límite de Exposición Profesional

### 1. Introducción

En las industrias cerámicas tradicionales es común la utilización de cuarzo como materia prima en la mayor parte de las composiciones empleadas, ya sea como componente de las arcillas naturales o añadido como materia prima individual, desempeñando un papel fundamental en todas las etapas del proceso de fabricación (control de plasticidad, resistencia mecánica en crudo, contracción en cocción, etc.). Por ello, desde hace años, es habitual la evaluación de la exposición ocupacional a sílice cristalina respirable (SCR) en determinados puestos de trabajo en este tipo de industrias.

Por otra parte, el pronunciamiento en 1997 de la Agencia Internacional de Investigación del Cáncer clasificando algunas formas de SCR como “carcinógeno categoría 1”, ha provocado la revisión de algunos aspectos relacionados con la protección laboral frente a la sílice libre. Así, en 2003 se planteó, en el seno de la Comisión Europea, la armonización de los límites de exposición a esta sustancia, proponiendo un valor de 0,05 mg/m<sup>3</sup> como límite de exposición diaria, lo que supone el 50% del valor actualmente vigente en España. Esta propuesta de reducción de los Límites de Exposición a SCR hace necesaria la utilización de metodologías de análisis cada vez más sensibles.

En este escenario, se plantea este trabajo con el objetivo de comparar los resultados obtenidos por dos laboratorios especializados en el estudio de materiales cerámicos, que utilizan diferentes metodologías para la determinación de la SCR, con especial atención a la determinación de los límites de detección y de cuantificación, así como el análisis de muestras obtenidas en ambientes industriales.

En este póster se presentan los resultados de dos ejercicios interlaboratorio de determinación de SCR por difracción de rayos X (DRX) (una de las técnicas analíticas más habituales), llevados a cabo por el Instituto de Tecnología Cerámica (ITC) y el Centro Cerámico de Bolonia (CCB). Se realizaron curvas de calibrado con dos metodologías diferentes.

### 2. Materiales y metodología

Para la realización de las curvas de calibrado el ITC ha utilizado el método descrito en la norma NIOSH 7500, pero utilizando filtros de celulosa y el material de referencia certificado BCR-066 Quartz. Por otro lado, el CCB ha preparado los filtros por deposición vía eólica, con un cuarzo de referencia (NW12).

En ambos casos la determinación de la SCR se ha realizado mediante difracción de rayos X (DRX), sin llevar a cabo ningún tratamiento previo de los filtros, previo a la determinación analítica. Las condiciones de medida se detallan en la tabla 1, y las curvas de calibrado se muestran en las figuras 1 y 2.

**Tabla 1 Condiciones de medida por DRX**

Laboratorio	Ánodo	Tamaño de paso	Tiempo por paso	Detector
ITC	Cu	0.015° (2θ)	5 s	Estado sólido sensible a la posición
CCB	Cu	0.030° (2θ)	15s	Centelleo

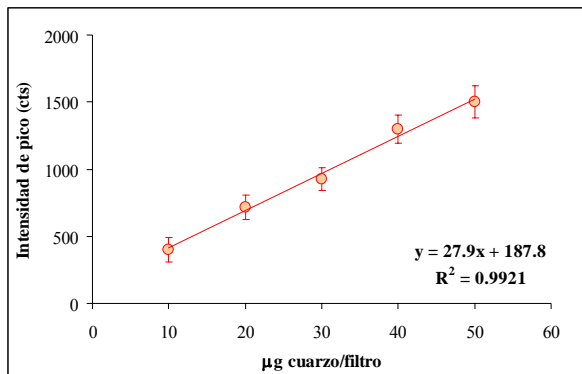


Figura 1. Curva de calibrado CCB

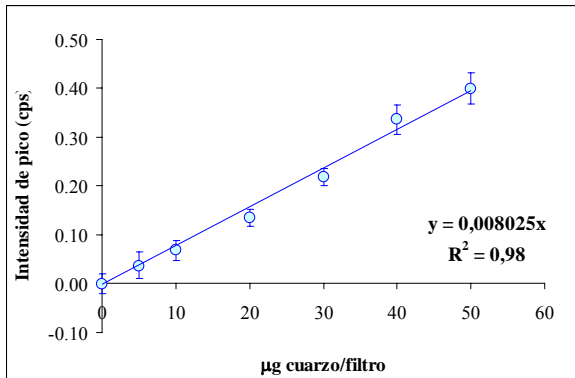


Figura 2. Curva de calibrado ITC

En el trabajo se comparan los resultados obtenidos en ambos laboratorios para dos series de muestras: una obtenida mediante muestreos personales en ambientes industriales y otra de muestras sintéticas preparadas con cuarzo patrón, analizando en ambos casos, los resultados obtenidos.

### 3. Resultados y discusión

En el trabajo se determinan y discuten los límites de detección y las incertidumbres asociadas a la determinación de la SCR. en filtros de muestras ambientales, observándose una buena correlación entre los resultados obtenidos en ambos laboratorios, como se puede observar en la figura 3. En el póster se discutirán con más detalle estos resultados.

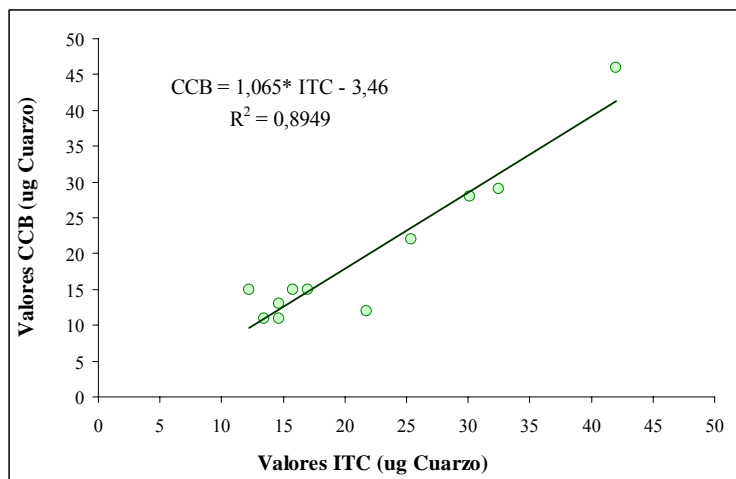


Figura 3. Intercomparación entre los laboratorios del ITC y del CCB

### 4. Referencias bibliográficas

- 1- *The European Network of Silica* [en línea]. Bruselas: NEPSI secretariat, [s.a.]. <http://www.nepsi.eu> [Consulta: 2007-10-02]
- 2- NIOSH Method 7500. Silica Crystalline by XRD (filter deposition) [en línea]. <http://www.cdc.gov/niosh/nmam/pdfs/7500.pdf> [Consulta: 2007-09-27]
- 3- INSHT MTA/MA-036: 2000. Determinación de cuarzo en aire. Método del filtro de membrana. Difracción de rayos X.
- 4- Certified Reference Material BCR 066: Certificate of analysis [en línea]. Bruselas: IRMM, 2007. [http://www.irmm.jrc.be/html/reference\\_materials\\_catalogue/catalogue/attachements/BCR-066\\_cert.pdf](http://www.irmm.jrc.be/html/reference_materials_catalogue/catalogue/attachements/BCR-066_cert.pdf) [Consulta: 2007-09-25]
- 5- LONG, G., WINTORDNES, J. Limit of detection. A closer look at the IUPAC definition. *Analyt. Chem.*, **55**(7), 712A-724<sup>a</sup>, 1983

### 5. Agradecimientos

Este estudio ha sido financiado por la Comisión Europea dentro del VI Programa Marco “Horizontal Research Activities Involving SMEs”, referencia COLL-CT-2003-500896/2 (Studies aimed at assisting legislation and encouraging continual improvement strategies in the field of respirable crystalline silica).