

Análisis cuantitativo de cuarzo y cristobalita por Difracción de Rayos X en muestras ambientales

S.F. Amore, M.A. Schwartz, R.J. Alvarez

INTI Química
samore@inti.gob.ar

OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es cuantificar la sílice cristalina en muestras de aire de atmósferas contaminadas con partículas minerales.

Para este propósito se ha desarrollado una técnica cuantitativa por Difracción de Rayos X. Este método permite cuantificar ambos compuestos polimorfos de la sílice en una forma rápida y fiable. Las curvas de calibración se realizan con patrones de cuarzo y cristobalita respirables. Las muestras de aire se recogen bajo condiciones estándar, las partículas atrapadas en el filtro se analizan en el equipo y la concentración final se calcula por interpolación de la señal en la curva de calibración. Luego, el resultado se compara con el nivel permitido.

Este método es una herramienta simple para la determinación específica de cuarzo y cristobalita, sin destrucción de la muestra y con mayor sensibilidad que otras técnicas analíticas usadas comúnmente. Además, este método permite diferenciar las dos especies de sílice cristalina, lo cual es imposible de hacer con otros métodos tradicionales.

DESCRIPCIÓN

En la actualidad uno de los problemas más importantes de salud en el trabajo es la exposición a la sílice cristalina respirable (cuarzo y cristobalita) por parte de los trabajadores. Por exposición aguda o crónica a partículas de menos de 10 μm , se puede producir una enfermedad pulmonar fibrosa llama silicosis, la cual es irreversible y puede causar muerte por asfixia, cáncer de pulmón o complicaciones pulmonares infecciosas como la tuberculosis.

Basándose en la declaración por parte de la Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer (IARC) de que la sílice cristalina es una sustancia cancerígena, la Administración de Seguridad y Salud Ocupacional (OSHA) ha establecido el límite de exposición permisible (PEL): 0,1 mg/m³ para el cuarzo y 0,05 mg/m³ para la cristobalita.

Esta regulación actual impone la necesidad de elegir un método de cuantificación selectivo y adecuado capaz de determinar las concentraciones bajas de ambas formas de la

sílice cristalina en las muestras recogidas en ambientes laborales.

Desarrollo experimental

Equipo: Difractómetro de rayos X Phillips PW1730/10, tubo de cobre a 40 kV y 40 mA.

Muestreo: Las muestras se recogen con una bomba en un filtro de PVC usando un ciclón, que permite capturar el polvo con tamaño de partícula de diámetro inferior a 10 μm , durante cuatro a ocho horas, a una velocidad de flujo de 1,7 l/min.

Material de referencia (SRM): cuarzo respirable (NIST 1878^a) y cristobalita respirable (NIST 1879^a).

Preparación de material de referencia: Una serie de patrones madre se prepara pesando el SRM y suspendiéndolo en 2-propanol. Los standards de trabajo se preparan tomando alícuotas de los patrones madre y transfiriéndolos en los filtros de membranas de plata mediante el uso de un aparato de filtración al vacío. La deposición se fija a la membrana con colodión. Se chequea que la suspensión sea uniforme.

Suspensión (mg/ml)	Alicuotas (ml)	Standards (mg)
200	5, 10, 15	1.000, 2.000, 3.000
50	2, 5, 10	100, 250, 500
10	1, 2, 5	10*, 20*, 50

Preparación de la muestra: El filtro de PVC con las partículas respirables colectadas se disuelve en THF. El polvo en suspensión se transfiere cuantitativamente a una membrana de plata y es tratado como los estándares.

Parámetros analíticos de trabajo:

Cuarzo	Pico ($^{\circ}2\theta$)	Cristobalita	Pico ($^{\circ}2\theta$)
Primario	26.85	Primario	21.98
Secundario	21.05	Secundario	36.03
Terciario	50.23	Terciario	31.46
Cuaternario	60.10	Primario de Ag	38.09
Primario de Ag	38.31		

Procedimiento analítico: Los estándares se miden y la altura del pico se utiliza para construir la curva de calibración para cada pico

teniendo en cuenta la corrección de fondo. Intensidad relativa frente a la concentración relativa se calcula utilizando la plata del filtro como patrón interno

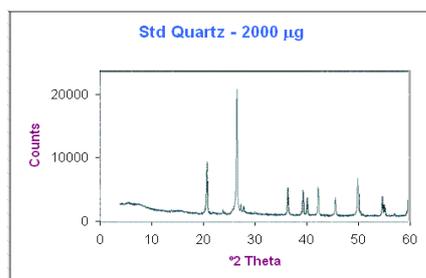
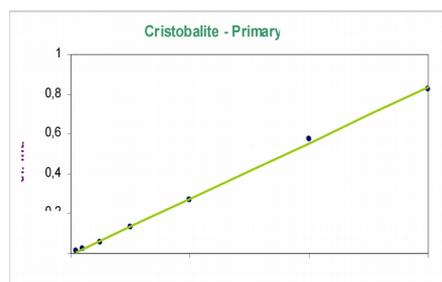
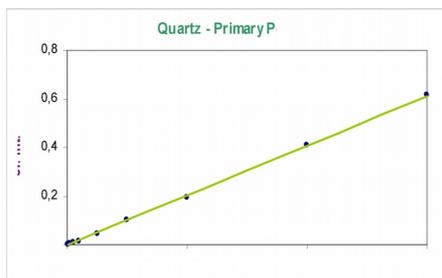
$$\text{intensidad relativa} = \frac{\text{intensidad analito}}{\text{intensidad Ag}}$$

$$\text{concentración relativa} = \frac{\text{concentración analito}}{\text{concentración Ag}}$$

Las muestras se analizan en busca de interferencias, se miden y la cantidad microgramos de cuarzo y cristobalita se calcula para cada línea usando la curva de calibración .

RESULTADOS

Las curvas de calibración obtenidas presentan buenos coeficientes de correlación. Las curvas del pico primario del Cuarzo y el pico primario de la cristobalita se representan como ejemplos



Los resultados se expresan en mg/m³:

$$\text{concentración analito} = \frac{\text{masa total analito (mg)}}{\text{volumen total aire (m}^3\text{)}}$$

CONCLUSIONES

Este método presenta diversas ventajas:

- Es fiable para la cuantificación selectiva de ambas especies de sílice cristalina, lo cual es imposible con otras técnicas.
- Es más específico y sensible que las técnicas tradicionales
- La preparación de muestras y el análisis son sencillos y rápidos.
- Es un método no destructivo.
- Las interferencias pueden reducirse al mínimo mediante la medición de ángulos de difracción alternativos del analito.
- El método desarrollado por difracción de rayos X representa una valiosa herramienta para el control de la sílice cristalina en ambientes laborales.