



COSUDE

  
swisscontact

*Programa Aire Puro*  
**Monitoreo del Aire**

# Manual de Laboratorio



Agosto 2001



El presente Manual de Laboratorio es fruto del proyecto Monitoreo del Aire, parte del programa Aire Puro para Centro América, financiado por la Agencia Suiza para el Desarrollo y la Cooperación (COSUDE) y desde su inicio 1993 ejecutado por la Fundación Suiza de Cooperación para el Desarrollo Técnico (Swisscontact).

El manual fue elaborado en colaboración con los siguientes especialistas e instituciones:

**Lic. Pablo Oliva**

Escuela de Química, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia  
Universidad de San Carlos (USAC), Ciudad de Guatemala

**Inga. Keila García**

Centro de Estudios y Control de Contaminantes (CESCCO), Tegucigalpa

**Licda. Regina Cortez**

Laboratorio de Calidad Integral  
Fundación Salvadoreña para el Desarrollo Económico y Social (FUSADES), San Salvador

**MSc. Roberto Dávila**

Programa de Investigación y Docencia en Medio Ambiente (PIDMA)  
Universidad Nacional de Ingeniería (UNI), Managua

**Dra. María del Rosario Alfaro**

Laboratorio de Contaminantes, Programa de Estudios de Calidad del Aire (PECAire)  
Universidad Nacional (UNA), Heredia

**Lic. Vasco Duke**

Instituto Especializado de Análisis (IEA)  
Universidad de Panamá, Ciudad de Panamá

## Manual de Laboratorio

© Swisscontact, Agosto 2001



# Indice

1. Introducción	1
2. Clasificación de fuentes	1
3. Estrategia del monitoreo del aire	5
3.1 Clasificación de áreas	5
3.2 Representatividad	6
3.3 Instalación de los sitios	7
3.4 Documentación de los sitios	9
4. Fundamentos	11
4.1 Selección del método	11
4.2 Partículas contaminantes	12
4.2.1 Métodos activos	12
4.2.1.1 <i>Partículas Totales Suspendidas (TSP)</i>	12
4.2.1.2 <i>Partículas menores a 10 Micras (PM<sub>10</sub>)</i>	14
4.2.1.3 <i>Precipitación de polvo</i>	18
4.2.2 Radiación beta	19
4.2.3 Espectrofotometría de absorción atómica	20
4.3 Contaminantes gaseosos	26
4.3.1 Métodos pasivos	26
4.3.2 Método Impinger	29
4.3.3 Sensor Dräger	29
4.3.4 Métodos continuos	30
4.3.4.1 <i>Principios de medición</i>	32
4.3.4.2 <i>Analizador infrarrojo para CO</i>	33
4.3.4.3 <i>Analizador ultravioleta para O<sub>3</sub></i>	34
5. Procedimientos de Operación Estándar	37
5.1 Contexto histórico de los métodos utilizados	37
5.2 SOP Partículas contaminantes	39
5.2.1 SOP: TSP – Gravimetría	39
5.2.2 SOP: PM <sub>10</sub> – Gravimetría	41
5.2.3 SOP: Plomo en PM <sub>10</sub> – Espectrofotometría de absorción atómica	43
5.2.4 SOP: Precipitación de polvo – Bergerhoff	45
5.2.5 SOP: Partículas TSP y PM <sub>10</sub> – Radiación beta	47

5.3	SOP Contaminantes gaseosos	49
5.3.1	SOP: NO <sub>2</sub> – Difusión pasiva	49
5.3.2	SOP: O <sub>3</sub> – Difusión pasiva	51
5.4.1	SOP: O <sub>3</sub> – Impinger	53
5.4.2	SOP: CO – Sensor Dräger	55
5.5.1	SOP: CO – Analizador API 300	57
5.5.2	SOP: O <sub>3</sub> – Analizador API 400A	59
<b>6.</b>	<b>Incertidumbre de los datos</b>	<b>61</b>
6.1	Introducción	61
6.2	Procedimiento general	61
6.3	Cálculo de incertidumbre	63
6.3.1	Difusión pasiva	63
6.3.2	Métodos activos	67
6.3.3	Analizadores automáticos	68
<b>7.</b>	<b>Aseguramiento de calidad</b>	<b>71</b>
7.1	Generalidades	71
7.2	Manejo de calidad	71
7.3	Aseguramiento de calidad en el programa Aire Puro	73
7.4	Procedimientos específicos de control de calidad	74
7.4.1	Métodos activos	75
7.4.2	Métodos pasivas	76
	7.4.2.1 <i>Aseguramiento interno de calidad: tubos pasivos de NO<sub>2</sub></i>	77
	7.4.2.2 <i>Aseguramiento interno de calidad: tubos pasivos de O<sub>3</sub></i>	78
	7.4.2.3 <i>Control interno</i>	79
7.4.3	Métodos automáticos	80
<b>8.</b>	<b>Inspección y validación de los datos</b>	<b>83</b>
8.1	Métodos pasivos y activos	83
8.2	Métodos automáticos	85
<b>Anexos</b>		
A	Valores guía y Normas de Calidad del Aire	III
B	Factores de conversión	IV
C	Listado de proveedores	V
D	Direcciones INTERNET	VII
E	Reporte mensual de datos	VIII
<b>Bibliografía</b>		<b>IX</b>

## **1. Introducción**

En este manual se recopilan los métodos de muestreo y análisis que han sido adaptados y puestos en práctica para la evaluación de la calidad del aire en las zonas metropolitanas de las capitales de Centro América. La aplicación y adaptación de estos métodos parte de la base de que las emisiones vehiculares representan la principal causa de contaminación del aire en las grandes zonas urbanas de la región.

Los métodos de toma y valoración de las muestras de contaminantes del aire deben elegirse con el mayor cuidado, teniendo en cuenta la finalidad de los análisis que vayan a efectuarse y los recursos disponibles para efectuarlos, así como los factores externos que pueden incidir en su aplicación práctica. Las condiciones ambientales como temperatura, dirección y velocidad del viento, humedad, radiación solar y los factores antropogénicos, tales como el tipo de combustible, el estado del mantenimiento de los vehículos y los sistemas de control, son claves en la selección y definición de criterios metodológicos.

Es necesario indicar, para no permitir confusiones, que el presente manual está diseñado para cumplir con los objetivos del proyecto “Monitoreo del Aire”, el cual forma parte del programa Aire Puro de Swisscontact. La aplicación de la metodología aquí descrita, debe ser evaluada si se quiere aplicar a otro tipo de estudio, en especial si la fuente emisora de contaminación es diferente a las fuentes móviles.

## **2. Clasificación de fuentes**

La tabla 1 en la siguiente página da un resumen de los orígenes – tanto antropogénicos como biogénicos – y de los efectos en la salud humana y el medio ambiente de los principales contaminantes atmosféricos estudiados de manera directa o indirecta por el proyecto “Monitoreo del Aire”.

Contaminantes	Fuentes antropogénicas	Fuentes biogénicas	Efectos
Dióxido de carbono (CO <sub>2</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustión</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Descomposición de materia orgánica</li> <li>• Procesos respiratorios</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Efecto invernadero</li> </ul>
Monóxido de carbono (CO)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustión (especialmente en el automotor)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Reacciones de terpenos</li> <li>• Incendios forestales</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Disminuye absorción de oxígeno por las células rojas</li> </ul>
Dióxido de azufre (SO <sub>2</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustión de carbón y petróleo</li> <li>• Cocido de minerales sulfurados</li> <li>• Leña</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Emisiones volcánicas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lluvia ácida</li> </ul>
Oxidos de nitrógeno (NO <sub>x</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustión</li> <li>• Aplicación de fertilizantes nitrogenados</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Interacciones biológicas en suelos y aguas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Incrementa infecciones respiratorias</li> <li>• Disminuye función pulmonar en asmáticos</li> </ul>
Amoníaco (NH <sub>4</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tratamiento de desechos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Descomposición biológica</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lluvia ácida</li> </ul>
Hidrocarburos (HC)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustión, Evaporación de combustibles y pinturas</li> <li>• Refinerías e Industria química</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Procesos biológicos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Policíclicos: efectos cancerígenos</li> <li>• Precursores para la formación de ozono</li> </ul>
Ozono (O <sub>3</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fotocopiadoras</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Disociación homolítica de NO<sub>2</sub> por radiación solar</li> <li>• Oxidación de hidrocarburos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Altamente irritante para ojos y pulmón</li> <li>• Disminución de cosecha</li> </ul>
Material particulado	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustión</li> <li>• Procesos industriales</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erosión de suelos y rocas</li> <li>• Polen de la vegetación</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Medio de transporte para metales pesados e hidrocarburos</li> <li>• Alergias</li> </ul>
Plomo (Pb)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aditivo en gasolina</li> <li>• Actividades industriales</li> <li>• Insumos agrícolas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Emisiones volcánicas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Daños neurológicos</li> <li>• Reducción de la capacidad de aprendizaje en niños</li> </ul>

Tabla 1: Orígenes y efectos de los contaminantes atmosféricos

Una multitud de estudios hechos en los últimos años han investigado tanto los orígenes del grupo complejo llamado “material particulado” como su impacto en el ambiente y la salud humana. El grupo incluye partículas hasta un diámetro de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ , ya que el polvo de mayor tamaño tiende a sedimentar rápidamente. Mientras que las partículas con diámetros entre 5 – 10  $\mu\text{m}$  provienen en su mayoría de fuentes naturales, se comprobó que partículas entre 0.1 – 5  $\mu\text{m}$  son frecuentemente productos de procesos a temperaturas altas, como se utilizan para procesos de combustión en industria y tráfico vehicular (Gráfico 1).

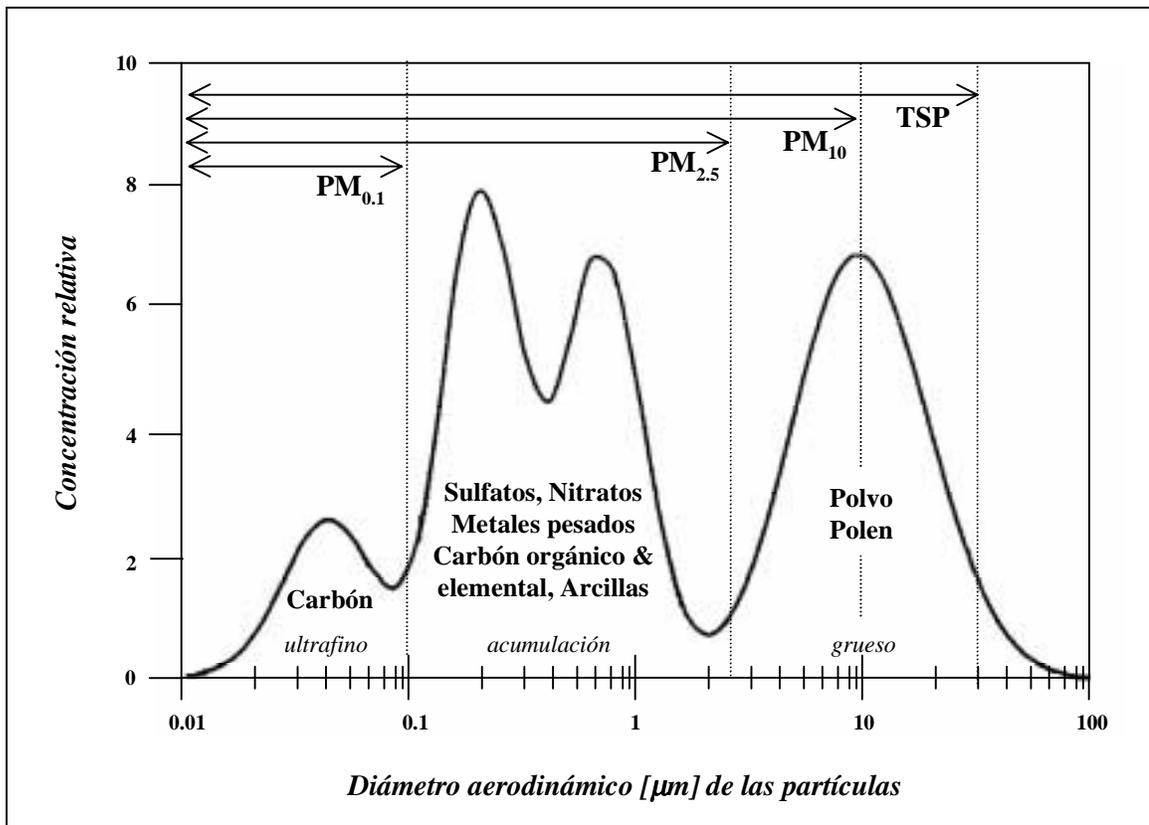


Gráfico 1: Fuentes y composición del material particulado

El gráfico 2 demuestra que partículas pequeñas ingresan hasta las partes más finas del sistema respiratorio de los seres humanos (alvéolos), donde depositan sustancias altamente tóxicas y a veces cancerígenas como metales pesados e hidrocarburos, ya que pueden cargar grandes cantidades de estos por su superficie específica grande. Como consecuencia de estos conocimientos, los científicos formaron subcategorías dentro de las partículas totales suspendidas (TSP, por sus siglas en inglés), las cuales se conocen como  $PM_{10}$  – todas las partículas con diámetros menores a 10 micras ( $10 \mu m$ ), a veces llamada “fracción torácica” [4] – y  $PM_{2.5}$  (“fracción respirable”), respectivamente. Por su gran impacto en la salud humana, la medición de las PM ( $PM_{10}$  o  $PM_{2.5}$ ) se considera hoy día como prioritario y reemplazó al TSP como parámetro importante para la calidad del aire.

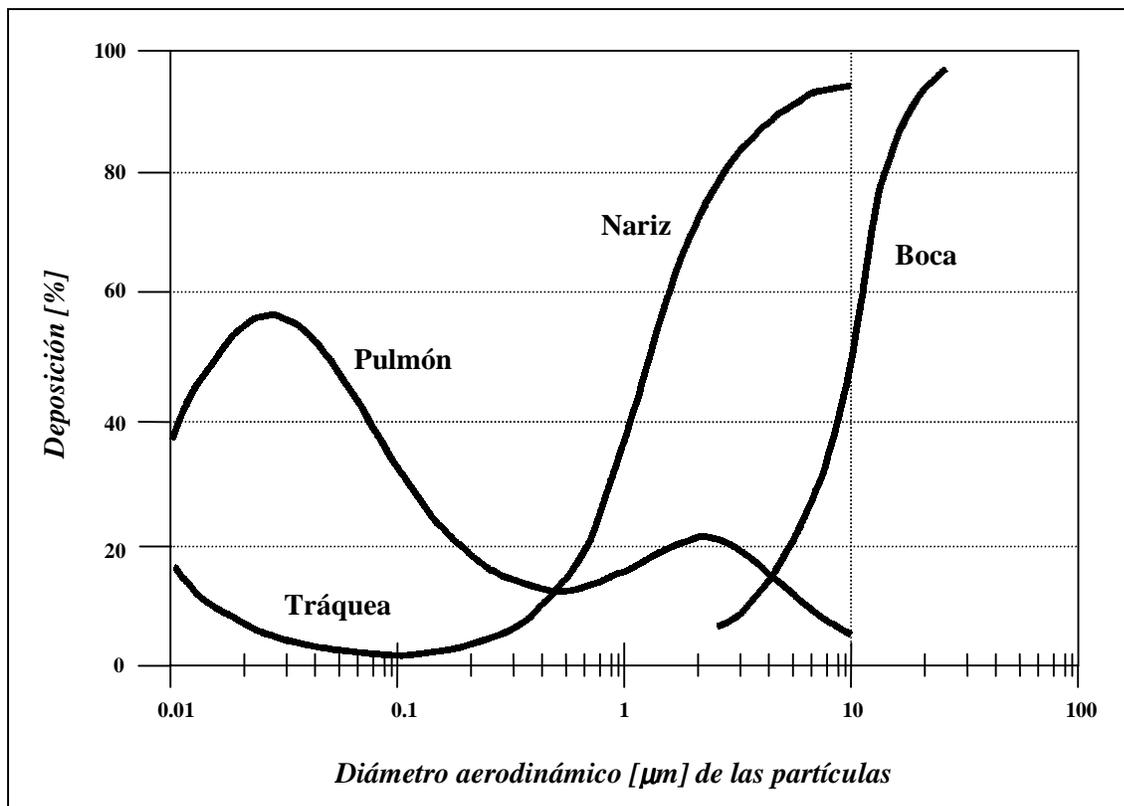


Gráfico 2: Permanencia del material particulado en el sistema respiratorio

### **3. Estrategia del monitoreo del aire**

El diseño de una red depende altamente de los objetivos del monitoreo. Las mediciones deben de ser representativas para el área de la investigación.

Objetivos del monitoreo pueden ser:

- Identificación de fuentes contaminantes
- Observación de la tendencia de la contaminación a largo plazo
- Calibración de un modelo de dispersión
- Identificación de sitios representativos de monitoreo
- Investigación del impacto de la contaminación en la salud de la población
- Supervisión del cumplimiento de normas de calidad del aire
- Establecimiento de un sistema de alerta por smog fotoquímico

Tanto el monitoreo a tiempo real como la evaluación de valores pico se pueden lograr únicamente con analizadores continuos, mientras que métodos integrales como los colectores pasivos dan buenos resultados para el monitoreo de áreas a largo plazo.

#### **3.1 Clasificación de áreas**

Para el monitoreo de la contaminación atmosférica en áreas metropolitanas, se distinguen básicamente cuatro clases de zonas: tráfico urbano, industria, residencia urbana y zona rural (concentración de referencia). Un monitoreo completo debería de incluir al menos tres de estas clases: orilla de carretera (exposición directa a emisiones), residencial (relacionado a la vivienda) y la concentración en áreas rurales como referencia.

### 3.2 Representatividad

Las concentraciones medidas a la orilla de las carreteras suelen ser representativas para áreas urbanas muy limitadas, ya que están influidos de manera significativa por las condiciones locales. Las mediciones clasificadas como “concentraciones urbanas de referencia”, obtenidas en sitios en la zona urbana pero alejados de las fuentes, son las más representativas para las áreas urbanas.

Para asegurar la representatividad de la localización de una estación automática, es recomendable la instalación de una red de colectores pasivos a escala pequeña (véase gráfico 3: ejemplo para dióxido de nitrógeno en una carretera urbana) durante un período limitado, por ejemplo de tres meses. Dicho gráfico demuestra que la contaminación por  $\text{NO}_2$  varía sustancialmente en dependencia de la distancia del semáforo (donde arrancan los carros) y de la altura donde fueron colocados los colectores pasivos.

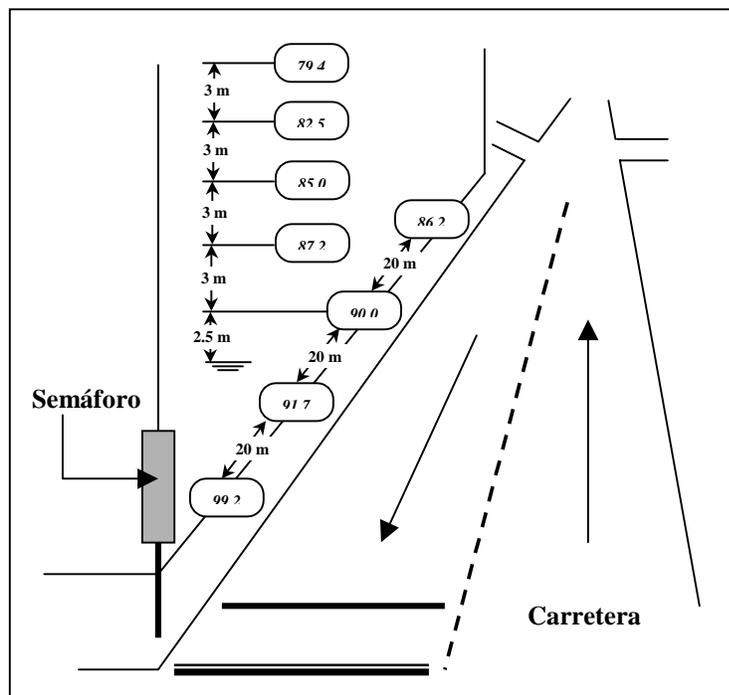


Gráfico 3: Contaminación por  $\text{NO}_2$  en una carretera urbana en dependencia de la distancia del semáforo y de la altura

En el caso de las redes de monitoreo del aire implementadas a través del programa Aire Puro, las categorías de sitios se reducen a las dos llamadas “centro urbano” y “zona residencial”, debido al enfoque del programa (fuentes móviles), a la baja importancia de zonas industriales en cuanto a la contaminación atmosférica en la región y debido a la falta de seguridad en áreas rurales.

### **3.3 Instalación de los sitios**

La identificación de los lugares donde se establecen los sitios de monitoreo depende de los objetivos de las mediciones, los cuales pueden ser la determinación de la concentración de referencia (“background”), la caracterización de las fuentes o de la exposición de seres humanos y naturaleza a la contaminación, entre otros. Es recomendable discutir la ubicación de los sitios, una vez definido el objetivo del monitoreo, con un especialista de contaminación atmosférica.

En cuanto a la ubicación de sitios de muestreo y la colocación de los equipos en los mismos, existen varias recomendaciones, de las cuales se muestra en la tabla 2 el concepto de la Agencia de Protección Ambiental (EPA) de los Estados Unidos en cuanto a la relación entre topografía, flujo de aire y la selección de los sitios de monitoreo.

Los colectores o tubos pasivos utilizados para el monitoreo de dióxido de nitrógeno y ozono dentro del programa Aire Puro, deben de estar colocados en pequeños contenedores con el fin de minimizar la influencia de vientos fuertes, de luz y lluvia. En ausencia de requerimientos adicionales, dichos contenedores (véase gráfico 4) se exponen en una altura de 2 a 3 metros sobre nivel del suelo en ubicaciones sin restricción del libre flujo de aire. Para evitar el monitoreo en las capas cargadas de NO<sub>2</sub> cerca de paredes de edificios, se recomienda fijar los contenedores en lugares como columnas o postes de iluminación. Además se recomienda colocar los tubos a una altura que impida el acceso fácil para personas no autorizadas y en lugares con poca probabilidad de pérdidas por ladronismo o vandalismo.

<b>Categoría</b>	<b>Caracterización</b>
<b>A</b> <i>nivel del suelo</i>	Alta concentración de contaminantes con alto potencial de acumulación. Sitio a 3 – 5 metros de mayor arteria de tráfico, ubicado en lugar donde la ventilación natural es restringida. Medición a 3 – 6 metros sobre suelo.
<b>B</b> <i>nivel del suelo</i>	Alta concentración de contaminantes con bajo potencial de acumulación. Sitio a 3 – 15 metros de mayor arteria de tráfico, ubicado en lugar con buena ventilación natural. Medición a 3 – 6 metros sobre suelo.
<b>C</b> <i>nivel del suelo</i>	Mediana concentración de contaminantes. Sitio a 15 – 60 metros de mayor arteria de tráfico. Medición a 3 – 6 metros sobre suelo.
<b>D</b> <i>nivel del suelo</i>	Baja concentración de contaminantes. Sitio a más de 60 metros de arteria de tráfico. Medición a 3 – 6 metros sobre suelo.
<b>E</b> <i>aire libre</i>	Medición a 6 – 45 metros sobre suelo. Dos subclases definidas: (1) buena exposición hacia todas las direcciones (p. ej. encima de edificio) o (2) exposición hacia una dirección específica (medición en una ventana).
<b>F</b> <i>orientado hacia las fuentes</i>	Medición en los alrededores de una fuente fija. Monitoreo que brinda datos relacionados directamente a la emisión de la fuente.

Tabla 2: Concepto en cuanto a la relación entre topografía, flujo de aire y la selección de los sitios de monitoreo del aire. EPA (Estados Unidos) en [1].



Gráfico 4: Ejemplos de ubicación de contenedores para colectores pasivos

### 3.4 Documentación de los sitios

Las mediciones son representativas únicamente para el mismo sitio de monitoreo. Para la mejor interpretación de los resultados, una descripción precisa con una documentación fotográfica es indispensable. El siguiente ejemplo forma parte del documento “Sitios de Monitoreo del Aire en Centro América – una Documentación” [6].

**Red centroamericana del MONITOREO DEL AIRE**  
*Documentación de los sitios de muestreo*

<b>Ciudad</b>	Guatemala
<b>Abreviación</b>	PNT
<b>Altitud</b>	1502 m
<b>Localización</b>	1 <sup>er</sup> Cuerpo Policía Nacional Av. Bolívar y 40 <sup>a</sup> calle, Zona 3



<b>Características del Sitio</b>	<input checked="" type="checkbox"/> Centro urbano <input type="checkbox"/> Zona residencial <input type="checkbox"/> Zona rural
<b>Descripción</b>	Zona comercial fuerte, Avenida amplia (2 x 3 carriles) Cerca del basurero municipal más grande

<b>Tráfico</b>	47'700 Vehículos por día [Cuento de 6 a.m. - 8 p.m.]
<b>Horas pico</b>	de 7 - 9 a.m. y de 4 - 6 p.m.
<b>Velocidad del tráfico</b>	5 km/h en horas pico 30 km/h durante el día
<b>Repartición</b>	69 % Coches                      31 % Autobuses/Camiones

<b>Localización del equipo</b>	
<b>Altura desde suelo</b>	2 metros
<b>Distancia de la carretera</b>	1 metro    (Contenedor de tubos) 5 metros    (Medición de TPS y PM <sub>10</sub> ) 5 metros    (Monitor de CO)

<b>Existencia de equipo</b>	
<input checked="" type="checkbox"/> TPS <input checked="" type="checkbox"/> PM <sub>10</sub> <input type="checkbox"/> Partículas de polvo <input checked="" type="checkbox"/> Plomo (Pb)	<input checked="" type="checkbox"/> Monóxido de carbono (CO) <input type="checkbox"/> Sensor Draeger <input checked="" type="checkbox"/> Monitor IR
<input checked="" type="checkbox"/> Dióxido de nitrógeno (NO <sub>2</sub> ) <input type="checkbox"/> Pararosnilina <input checked="" type="checkbox"/> Tubos pasivos	<input type="checkbox"/> Dióxido de azufre (SO <sub>2</sub> ) <input type="checkbox"/> Monitor <input type="checkbox"/> Tubos pasivos
<input checked="" type="checkbox"/> Ozono (O <sub>3</sub> ) <input checked="" type="checkbox"/> Tubos pasivos <input type="checkbox"/> Impinger <input type="checkbox"/> Monitor UV	<input type="checkbox"/> Medición del pH

Gráfico 5: Descripción precisa de un sitio de monitoreo del aire



## 4. Fundamentos

El presente capítulo es la documentación de las teorías en las cuales se basan los métodos descritos en los diferentes procedimientos de operación estándar (SOP, por sus siglas en inglés), en los cuales consiste el siguiente capítulo 5.

### 4.1 Selección del método

El método que se utiliza para la determinación de la concentración de un contaminante en el aire se selecciona normalmente en vista de los respectivos valores guía (véase tabla 3). En caso de ausencia de valores guía nacionales – el caso de casi todos los países en Centro América – las normas de países u organismos más avanzados en cuanto al manejo de la calidad del aire brindan ayuda a los técnicos encargados. La tabla 3 da un resumen general de los métodos a disposición, mientras que en los apartados posteriores se introducen específicamente los métodos aplicados para la evaluación de la calidad del aire en las zonas metropolitanas de las capitales de Centro América.

Contaminante	Período del valor guía	Métodos		
		continuos	integrativos	
			activos	pasivos
Partículas (TSP, PM <sub>10</sub> , PM <sub>2.5</sub> )	1 año	X	X	X
	24 horas	X	X	
	1 hora	X		
Gases (NO <sub>x</sub> , O <sub>3</sub> , CO, SO <sub>2</sub> )	1 año	X	X	X
	24 horas	X	X	
	8 horas	X		
	1 hora	X		

Tabla 3: Resumen de métodos y su aptitud para la supervisión de valores guía

En la tabla 3 se distingue entre tres categorías de métodos. Los métodos continuos brindan la información de resolución más alta, mientras que los métodos integrativos dejan acumular los contaminantes durante un cierto período y luego determinan la contaminación promedio durante dicho período. Los métodos integrativos se subdividen entre métodos activos y pasivos. Los métodos activos se caracterizan por la succión del aire a través de un medio de absorción con una bomba, mientras que los métodos pasivos hacen uso de leyes físicas o químicas de la naturaleza, como son la gravimetría y la difusión molecular.

En el anexo A se encuentra un listado de las normas de calidad del aire actualmente vigentes en los Estados Unidos, en algunos países de Latinoamérica y aquellas recomendados por la Organización Mundial de la Salud (OMS). Dicho listado brinda también apoyo para la interpretación de la contaminación atmosférica y la priorización de ciertos contaminantes.

## **4.2 Partículas contaminantes**

### **4.2.1 Métodos activos**

La mayoría de los métodos aplicados para la evaluación de la contaminación del aire por partículas en las zonas metropolitanas de las capitales de Centro América se basa en la gravimetría. En lo siguiente, se sentarán las bases para la determinación de los parámetros *Partículas Totales Suspendidas* (TSP, por sus siglas en Inglés), *Partículas menores a 10 Micras* (PM<sub>10</sub>) y la *Precipitación de Polvo*. Como regla general, se puede decir que el diseño físico de los instrumentos para la determinación de las partículas en el aire está basado en principios aerodinámicos.

#### *4.2.1.1 Partículas Totales Suspendidas (TSP)*

El parámetro TSP es el parámetro tradicional para determinar la contaminación del aire por partículas. Sin embargo, por razones expuestas en el capítulo 2, ha sido reemplazado como contaminante prioritario por PM<sub>10</sub> en los últimos años.

Igual al método posteriormente descrito para la determinación de partículas PM<sub>10</sub>, la toma de la muestra de TSP se efectúa por medio de una bomba, la cual succiona un volumen de aire a través de un filtro, donde quedan atrapadas las partículas. Como lo dice el nombre, la categoría “Partículas Totales Suspensas” incluye todas las partículas que se mantienen flotando en el aire durante un cierto tiempo.

El equipo utilizado ampliamente para la determinación de las TSP es el medidor de alto volumen o “HighVol” (véase gráfico 6). Los filtros de fibras de vidrio colocados en el HighVol retienen partículas con diámetros hasta aproximadamente 100 µm, el tiempo de muestreo es de 24 horas. Dicho lapso de tiempo garantiza valores representativos, ya que la posibilidad de que los filtros se tapen es mínima en 24 horas, y los resultados se pueden comparar con los valores guía diarios estipulados en casi todos los países que tienen definidos normas de calidad del aire.

Para la posterior determinación de la concentración de partículas en microgramos por metro cúbico (µg/m<sup>3</sup>), se requiere información detallada sobre el flujo de aire durante el período de muestreo. El medidor de alto volumen dispone de un flujómetro sencillo incorporado a la derecha del motor. Los valores que indica dicho flujómetro (contiene un líquido rojo) – el valor inicial H<sub>inicio</sub> y el valor final H<sub>final</sub> – deben de estar registrados antes y después de cada medición, ya que determinan el parámetro ΔH (a). La calibración (descrita en la SOP 5.2.1), a la cual se somete el equipo trimestralmente o cada vez que se le cambie alguna parte del motor, determina los parámetros que permiten transferir el valor ΔH al flujo de aire Q<sub>real</sub> (m<sup>3</sup>/minutos).

$$(a) \quad \Delta H = \frac{H_{\text{inicio}} + H_{\text{final}}}{2}$$

Los filtros de fibras de vidrio utilizados para las TSP tienden a acumular la humedad, lo que llevaría a la sobrestimación de las concentraciones de partículas. Para evitar eso, es necesario secar los filtros durante 24 horas en una estufa a 28 – 30 °C. La

ecuación matemática general para obtener la concentración de las partículas en microgramos por metro cúbico ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) tiene la siguiente forma (b):

$$(b) \quad \text{Partículas } (\mu\text{g}/\text{m}^3) = \frac{(P_{\text{final}} - P_{\text{inicial}})}{Q_{\text{real}} \cdot t_{\text{muestreo}}}$$

en la que

$P_{\text{final}}$ :	Peso final del filtro ( $\mu\text{g}$ )
$P_{\text{inicial}}$ :	Peso inicial del filtro ( $\mu\text{g}$ )
$Q_{\text{real}}$ :	Flujo real durante el muestreo ( $\text{m}^3/\text{min}$ )
$t_{\text{muestreo}}$ :	Tiempo de muestreo (minutos)

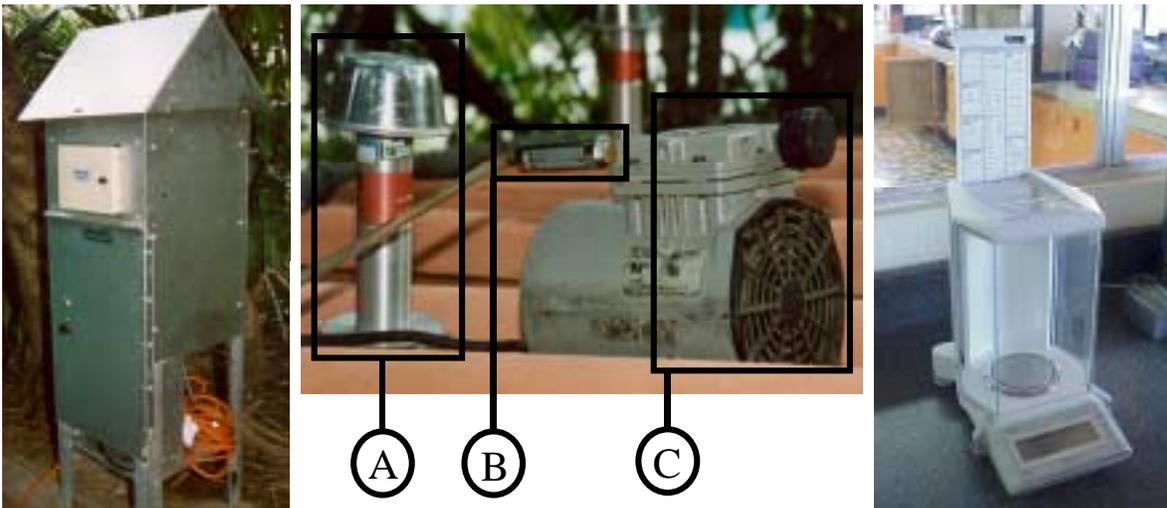


Gráfico 6: Medidor de alto volumen para TSP (izq.) y microbalanza para filtros  $\text{PM}_{10}$  (der.). Del equipo utilizado para  $\text{PM}_{10}$  (centro), se pueden observar las tres partes: la unidad de impacción o MiniVol (A), el orificio crítico (B) y la bomba (C).

#### 4.2.1.2 Partículas menores a 10 Micras ( $\text{PM}_{10}$ )

El dispositivo para la determinación de las partículas menores a 10 micras ( $\text{PM}_{10}$ , por sus siglas en inglés) se distingue del dispositivo para la determinación de las partículas TSP por la utilización de un impactador diseñado para la separación de las partículas  $\text{PM}_{10}$  de aquellas con un diámetro mayor a 10 micras. En este apartado se describe aquel

impactador de bajo volumen y de doble impacción que se conoce desde 1986 como “Impactador Harvard” o simplemente “MiniVol”.

Para optimizar la eficiencia de recolección, se recomienda utilizar el MiniVol con dos impactadores incorporados. Por medio de medidas adecuadas (distancia entre los impactadores, diámetro de la placa céntrica) se logra un “cut-off” de 10  $\mu\text{m}$ . En teoría, la curva de cut-off es una línea vertical, pero en práctica siempre llegan algunas partículas  $> 10 \mu\text{m}$  al filtro, mientras que algunas  $\text{PM}_{10}$  están retenidas en uno de los dos impactadores.

El siguiente gráfico 7 demuestra la diferencia entre curvas ideales y reales de cut-off. La curva vertical – el caso ideal pero hipotético – suplica que todas las partículas cuyo diámetro aerodinámico es inferior al cut-off (hacia la izquierda en el gráfico) pasan al filtro, mientras que todas con diámetro mayor quedan atrapadas en las placas céntricas de los impactadores. La curva real de cut-off siempre tiene la forma de “S”, pero con medidas como las anteriormente descritas se logra un acercamiento de la curva real a la ideal, con el fin de minimizar los triángulos grises especificados en gráfico 7.

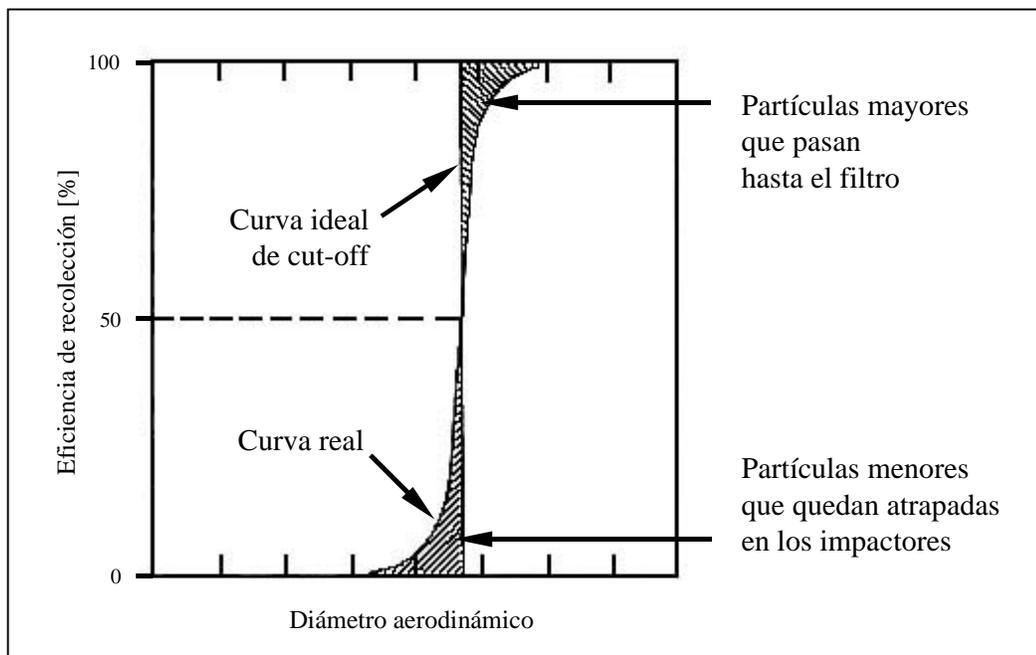


Gráfico 7: Curvas ideales y reales de cut-off

En el siguiente gráfico 8 se explica diseño y funcionamiento del impactador MiniVol, especialmente como se logra la separación de las partículas según su diámetro aerodinámico.

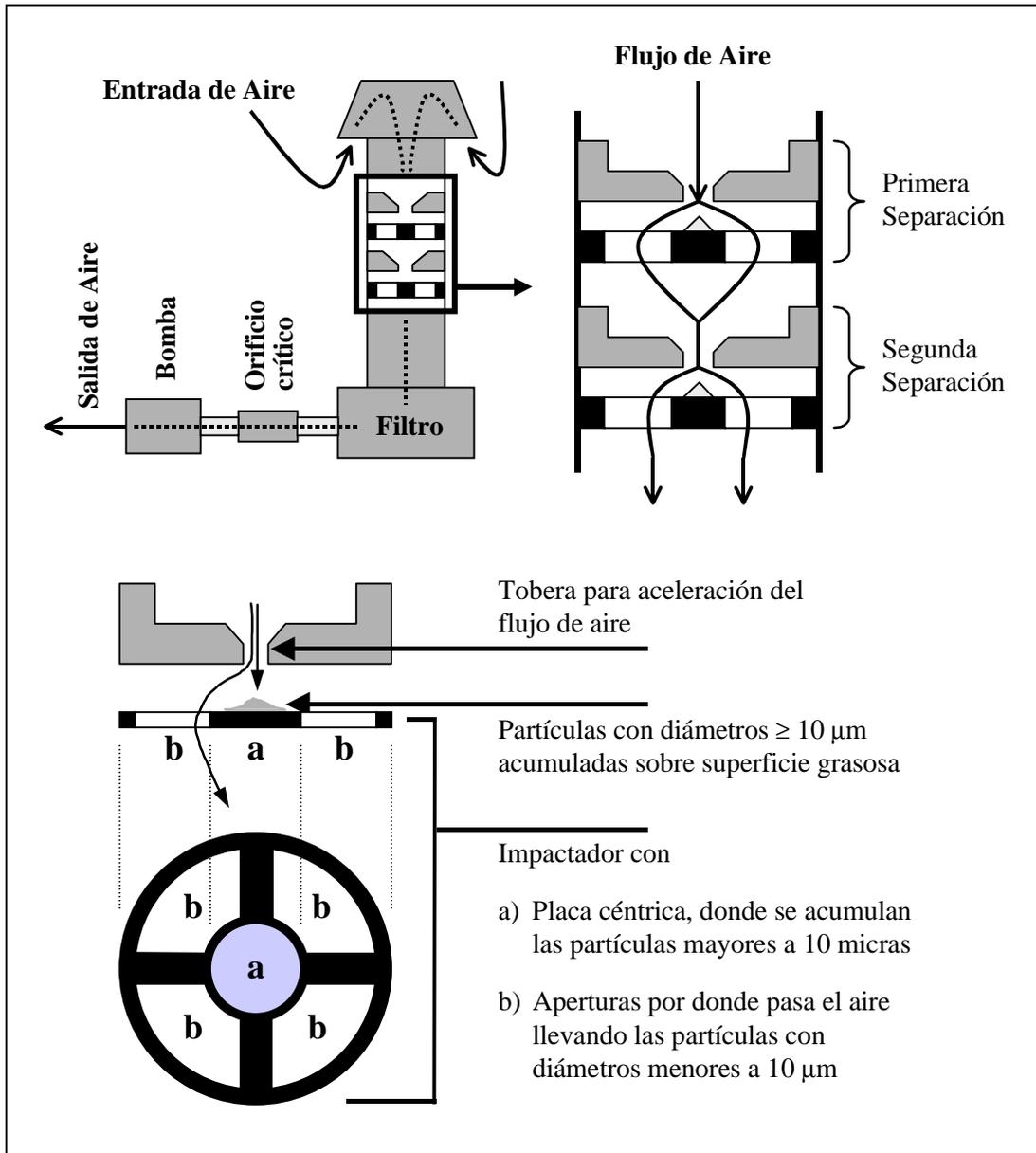


Gráfico 8: Esquema del funcionamiento del impactador  $\text{PM}_{10}$

Además de la unidad de impacción detalladamente descrita en las páginas anteriores, el dispositivo para la determinación de PM<sub>10</sub> consiste en una bomba y un orificio crítico. Dicho orificio crítico es un tubo metálico (parte B en gráfico 6, foto céntrica) entre la manguera y la bomba, el cual por medio de una restricción mecánica garantiza un flujo constante de 4 litros/minuto. Este valor puede sin embargo variar con el tiempo – por desgaste del material del orificio crítico o por las condiciones atmosféricas propias del sitio de muestreo – por lo que se recomienda determinar el flujo real semanalmente con un flujómetro.

Igual que el caso de la determinación de las partículas TSP, el tiempo de muestreo para PM<sub>10</sub> con el MiniVol es de 24 horas. Dicho lapso de tiempo garantiza valores representativos, ya que la posibilidad de que los filtros de teflón se tapen es mínima en 24 horas, y los resultados se pueden comparar con los valores guía diarios estipulados en los países que tienen normas de calidad del aire.

Se recomienda utilizar filtros de teflón para la determinación de las partículas PM<sub>10</sub>, ya que eso permite el posterior análisis en cuanto al contenido en metales pesados (véase apartado 4.2.3) o hidrocarburos. También esos filtros de teflón tienden a acumular la humedad, y para evitar la sobrestimación de las concentraciones de PM<sub>10</sub>, es necesario secar los filtros durante 24 horas en una estufa a 28 – 30 °C. La ecuación matemática general para obtener la concentración de las partículas PM<sub>10</sub> en microgramos por metro cúbico (µg/m<sup>3</sup>) tiene la siguiente forma:

$$\text{Partículas (}\mu\text{g/m}^3\text{)} = \frac{P_{\text{final}} - P_{\text{inicial}}}{V_{\text{real}}}$$

*en la que*

P <sub>final</sub> :	Peso final del filtro (µg)
P <sub>inicial</sub> :	Peso inicial del filtro (µg)
V <sub>real</sub> :	Volumen real del muestreo (m <sup>3</sup> )

El volumen real del muestreo se obtiene a través de la multiplicación del flujo real del orificio crítico (chequeo semanal con flujómetro) con el tiempo de muestreo.

#### 4.2.1.3 Precipitación de Polvo

La determinación de la cantidad de polvo que se sedimenta durante un mes en un recipiente colector es un método barato, pero muy adecuado para estimar el flujo de sustancias tóxicas, por ejemplo metales pesados, del aire a los suelos. Al final del período de un mes, se evapora la muestra y se determina el peso del residuo. El método Bergerhoff, descrito en la SOP 5.2.4, es ampliamente usado en países como Alemania y Suiza.

La infraestructura que se emplea para la determinación de la precipitación de polvo es mínima y consiste básicamente en un recipiente colector plástico y una canasta de soporte que funciona como contenedor del frasco. La canasta debe tener un anillo contra pájaros para evitar que aquellos cagen en el recipiente, lo que causa el deterioro de la muestra. La canasta se coloca encima de un poste de hierro a 1.5 hasta 2 metros sobre nivel del suelo, como se puede apreciar en el gráfico 9.

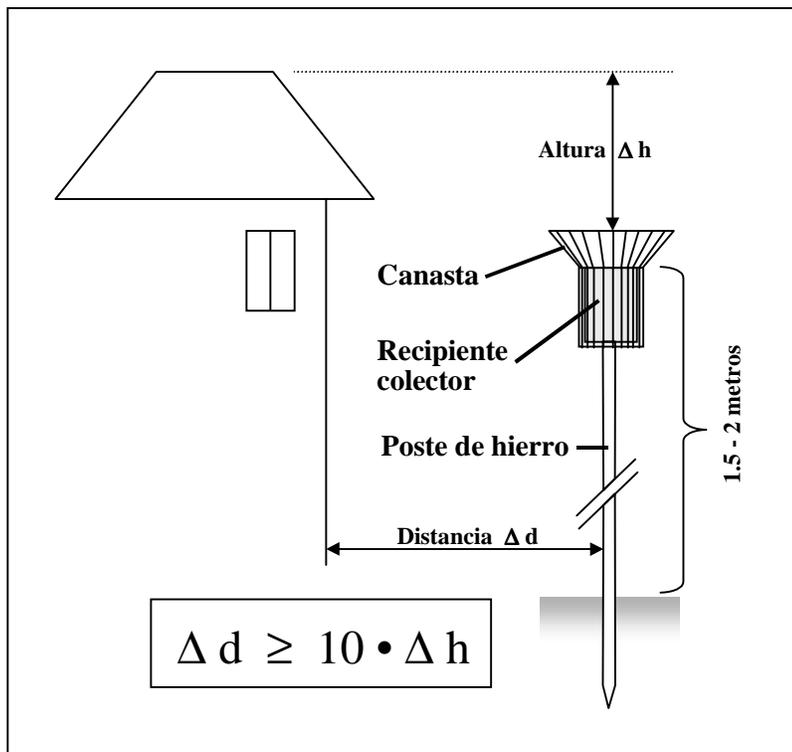


Gráfico 9: Esquema del sistema Bergerhoff y su colocación

Para minimizar el efecto de obstáculos como edificios o árboles, que perjudican el libre movimiento del aire, el sistema Bergerhoff debe estar colocado a una distancia del edificio o árbol que supere diez o más veces la diferencia de altura entre el recipiente colector y el obstáculo. La precipitación de polvo en gramos por metro cuadrado y día ( $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{d})$ ) se calcula de la siguiente forma:

$$\text{Precipitación de polvo } (\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{d})) = \frac{(P_{\text{final}} - P_{\text{inicial}})}{A \cdot T}$$

*en la que*

$P_{\text{final}}$ :	Peso final del recipiente colector (g)
$P_{\text{inicial}}$ :	Peso inicial del recipiente colector (g)
A :	Area del recipiente colector ( $\text{m}^2$ )
T :	Tiempo de muestreo (días)

#### 4.2.2 Radiación beta

Otro principio para la determinación de la concentración de partículas en el aire – completamente distinto de la gravimetría – es el principio de radiometría, por medio de la absorción de radiación beta.

El aire entra con un flujo constante al equipo a través de la unidad de toma de muestras que consiste en un cabezal y un tubo de metal inoxidable. El tipo de cabezal varía dependiendo de la fracción de partículas a analizar: para la determinación de  $\text{PM}_{10}$  o  $\text{PM}_{2.5}$  se logra la separación por medio de impacción (véase gráfico 8) ya en el cabezal. Las partículas luego se acumulan encima de un filtro continuo en forma de cinta.

El tipo de equipo utilizado para este método tiene incorporado una fuente de radiación beta, que emite su radiación a través de la muestra coleccionada encima del filtro continuo. El detector es una cámara de ionización, donde se registra la intensidad de la radiación beta después de haber atravesado la muestra. La atenuación de la radiación beta está matemáticamente relacionada con la masa de partículas acumulada encima del filtro.

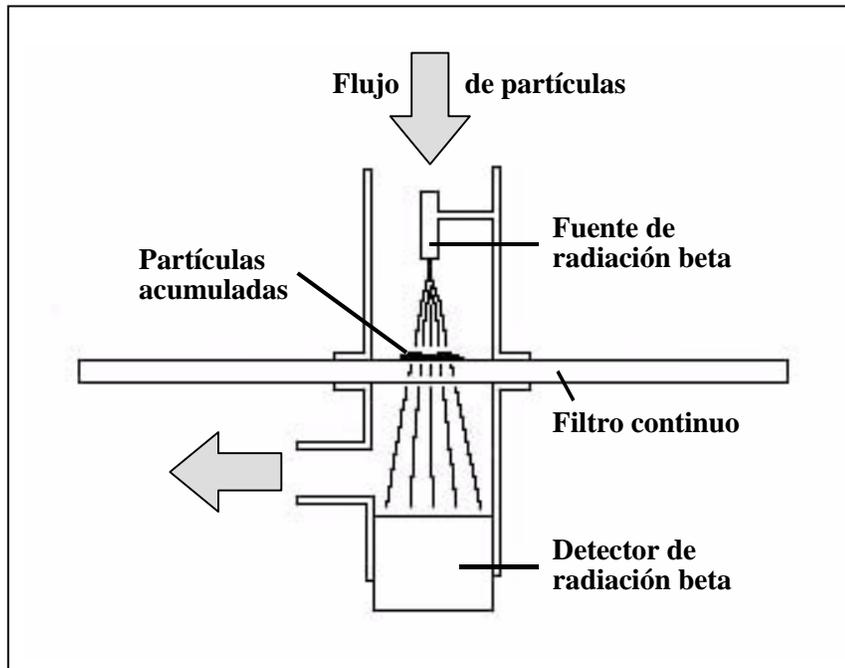


Gráfico 10: Esquema de un equipo para la determinación de la concentración de partículas por medio de radiación beta

#### 4.2.3 Espectrofotometría de absorción atómica

Para la determinación de plomo en el aire, se emplean los mismos filtros de  $PM_{10}$  expuestos al aire. Una vez determinado el peso de las partículas acumuladas, los filtros son tratados de la manera descrita en la SOP 5.2.3, página 43 del presente manual. El análisis luego se lleva a cabo por medio de la espectrofotometría de absorción atómica, la cual ha generado tres técnicas importantes, cuya base es producir un vapor atómico:

- La emisión atómica con llama a combustión (1,800 a 2,700 °C) y con plasma de 10,000 °C (llama eléctrica).
- La absorción atómica.
- La fluorescencia atómica.

Cuando los átomos se producen en un ambiente caliente (llama, arco eléctrico, chispa eléctrica), el proceso de excitación es el siguiente:

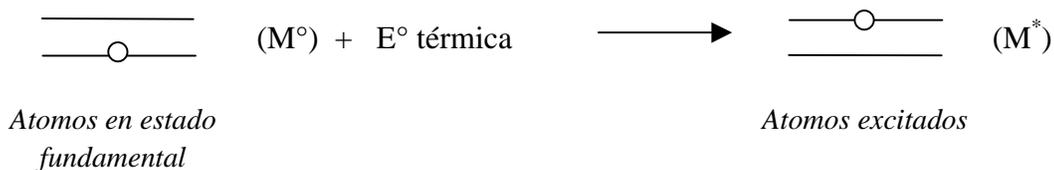


Gráfico 11: Proceso de excitación de átomos con energía térmica

Una vez excitados, en los átomos se da el proceso de decaimiento (en un tiempo de  $10^{-6}$  -  $10^{-9}$  segundo), proceso que emite luz (espectro atómico) y calor. Cada elemento tiene su propio espectro de luz y la longitud de onda  $\lambda$  es inversamente proporcional a la energía. La ecuación de Boltzmann describe la concentración de los átomos excitados:

$$N_1 / N_0 = (G_1 / G_0) \exp^{(-AE/RT)}$$

- en la que
- $N_1$  : Concentración de los átomos en el estado excitado
  - $N_0$  : Concentración de los átomos en el estado fundamental
  - $G_1, G_0$  : Número de niveles de energía que tienen la misma energía
  - $AE$  :  $(E_1 - E_0)$
  - $R$  : Constante de gases ( $8.314 \text{ JK}^{-1} \cdot \text{Mol}^{-1}$ )
  - $T$  : Temperatura absoluta

Se debe tener presente que para el elemento mas fácilmente excitado el 99.99 % de los átomos en la llama de combustión están en el estado fundamental y el 0.01 % están en el estado excitado. En el análisis con emisión atómica se mide la intensidad de luz escogiendo la línea de resonancia más sensible que normalmente corresponde para cada elemento a la

transición del nivel de energía mas bajo (la que el electrón emite cuando pasa al primer nivel).

Cada elemento puede absorber la misma luz que emite cuando se envía una luz a través de una nube atómica, pero cada elemento tiene su espectro característico de emisión de fluorescencia:

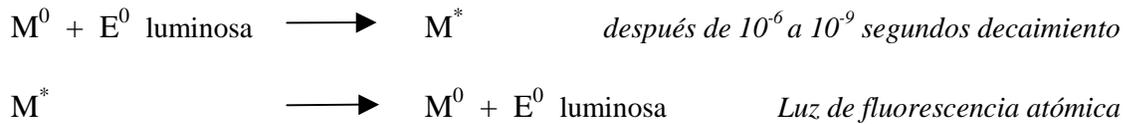


Gráfico 12: Procesos que llevan a la emisión de fluorescencia

La línea de absorción de energía ( $E^0$  luminosa) tiene que ser más ancha que la de emisión de fluorescencia, porque de otra manera la curva de calibración no sería lineal. En la lámpara de cátodo hueco (fuente de luz) existe baja presión y baja temperatura, mientras que en el atomizador hay alta temperatura y alta presión respecto a la lámpara, por eso la línea de absorción es más ancha.

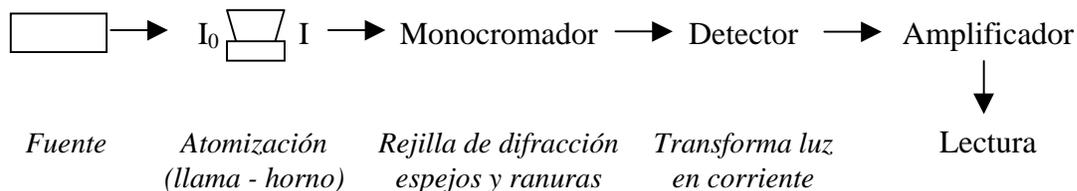


Gráfico 13: Esquema de un espectrofotómetro de absorción atómica

Se distingue entre fuentes continuas que dan un espectro de banda muy ancho (ejemplos: lámpara de tungsteno, arco de deuterio hidrogeno o de argón) y fuentes de línea (lámpara de cátodo hueco, lámpara de descarga sin electrodo, el láser).

El elemento llamado “chopper” tiene dos funciones: primero da el doble haz, lo que permite eliminar problemas sobre todo de inestabilidad de la fuente, pero divide como desventaja el haz en la energía y la energía menor, lo que lleva a veces a señales menos estables. La segunda función es más importante: el chopper modula la señal que emite la fuente continua hacia el atomizador. Así que viajan la señal modulada (lámpara) y una señal continua (atomizador) juntos después de haber pasado por el atomizador. Después del detector hay un amplificador que tiene la misma secuencia del chopper y amplifica sólo la señal modulada pero se olvida de la señal continua.

Los pasos de transformación que recorre un átomo dentro de 2 – 3 milisegundos en un espectrofotómetro de absorción atómica (véase gráfico 13) son los siguientes:

1. Nebulización	$M^* + A^-$	(solución)
2. Desolvatación	$M^* + A$	(aerosol)
3. Liquefacción	MA	(sólido)
4. Vaporización	MA	(líquido)
5. Atomización	$M^0 + A^0$	(gas)
6. Excitación	$M^*$	(gas)
7. Ionización	$M^* + e^-$	(gas)

Para el paso de la atomización, se ha comprobado que la técnica de llama es muy ineficiente, porque solamente el 10% de la muestra llega a atomizar, mientras que el horno de grafito es mucho más eficiente ya que toda la muestra se atomiza. Otra ventaja del horno de grafito es la menor dilución de la población atómica. Estas dos ventajas hacen que la sensibilidad se aumente en tres ordenes de magnitud. Las etapas en las cuales trabaja el horno de grafito son:

*Secado:* Si se trabaja con tubo normal, se programa una temperatura de secado de 100 °C. En caso de trabajar con tubo pirolítico hay que programar la temperatura de secado de 120 °C. Los tubos pirolíticos tienen una vida más prolongada y evitan la formación de

carburos que restringen la señal, porque forman compuestos que no se atomizan. En la actualidad los equipos que están en el mercado se venden con un programa de operación en el cual se encuentran programas para cada elemento a analizar. Lo más importante de esta etapa es controlar que al final del tiempo de espera, la alícuota inyectada esté totalmente seca. Esto se puede observar con la ayuda de un espejo.

*Calcinación:* En esta etapa que también se conoce como pre-tratamiento se tiene que estudiar perfectamente la temperatura, ya que en esta etapa tienen que eliminarse todos los componentes de la matriz, quedando al final el analito en forma de óxido o metal. Cada elemento tiene su temperatura de pre-tratamiento que puede variar según los componentes que lo acompañan en una matriz real. Se toma como base la temperatura del programa.

*Atomización:* Para cada elemento existe la temperatura óptima, la cual se toma como base del programa.

Un problema considerable de la espectrofotometría de absorción atómica son las interferencias, las cuales pueden ser espectrales, físicas o químicas. Mientras que las interferencias espectrales casi no se dan, las interferencias físicas ocurren cuando entre los estándares y la muestra existe diferente viscosidad y por consecuencia diferente tensión superficial, lo que luego da diferente atomización, siendo menor la de la solución más viscosa. Este problema se solventa igualando las condiciones del estándar y la muestra o utilizando el método de adición patrón. Las interferencias químicas de ionización se controlan con los llamados supresores de ionización.

Absorción atómica señal específica atómica

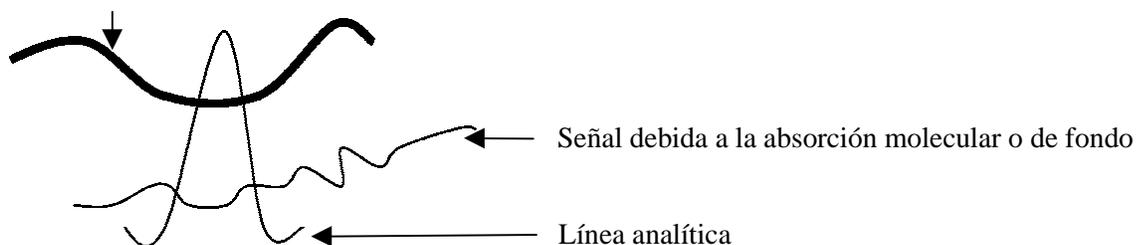


Gráfico 14: Ejemplo de interferencias no específicas o interferencias de fondo

El caso más frecuente son las interferencias no específicas o interferencias de fondo (véase gráfico 14). Para suprimir este tipo de interferencia hay tres tipos de correctores: la lámpara de deuterio y los dispositivos según Zemmann y según Smith-Hsjftie. Cuando el equipo viene con lámpara de deuterio, trabaja haciendo dos lecturas consecutivas. La primera por la lámpara de cátodo hueco que lee las dos señales y la segunda lectura consecutiva por el corrector de fondo - así se sustrae por diferencia la señal de fondo.

En horno de grafito se pueden presentar interferencias físicas: las interferencias de fondo son debidas a bandas moleculares, dentro del horno se pueden dar desviaciones de la luz de parte de partículas sólidas que simulan una absorción (“scatting” de la luz).

También ocurren interferencias químicas: estas pueden controlarse con los modificadores de matriz que son sustancias que permiten una temperatura de pre-tratamiento más alta. El mecanismo de acción de estos compuestos es desconocido, pero para algunos - por ejemplo el nitrato de magnesio que se usa para la cuantificación del aluminio - se sabe que bloquea al aluminio en forma física. Algunos modificadores que se conocen son: nitrato de magnesio, fosfato diácido de amonio, nitrato de paladio.

Para optimizar la medición, se debe escoger la temperatura mínima que de la señal máxima. Normalmente la señal continua subiendo al aumentar la temperatura, lo que lleva a un acelerado deterioro del tubo. Para algunos elementos se debe estudiar el tiempo que pasa de la temperatura de pre-tratamiento a la de atomización, ya que a veces incrementándola de súbito se obtiene una mejor señal. La señal de fluorescencia puede ser leída en altura o en área de pico. Para decidir en que se va a trabajar, se deberán realizar pruebas con las mismas soluciones estándares con las que se realiza la curva de calibración.

### 4.3 Contaminantes gaseosos

#### 4.3.1 Métodos pasivos

Tanto el muestreador utilizado para determinar el dióxido de nitrógeno ( $\text{NO}_2$ ) como el para el ozono ( $\text{O}_3$ ) están basados en el Método de Palmes, ambos son dispositivos pasivos que no requieren energía para su operación. Los dispositivos tienen la forma de tubos, los cuales colectan las moléculas del contaminante a investigar por difusión molecular a lo largo del tubo inerte hacia un medio absorbente, como se explica esquemáticamente en gráfico 15 (foto en gráfico 16, página 28).

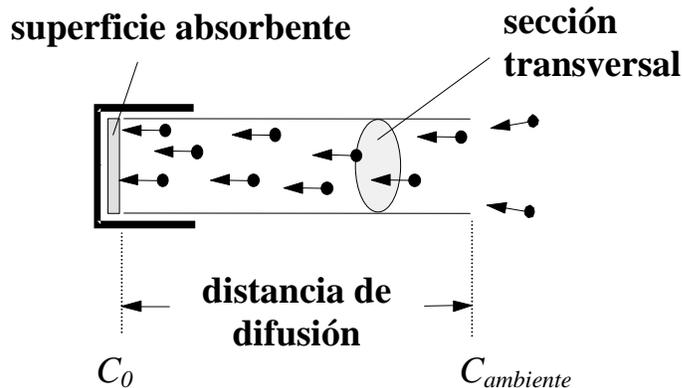


Gráfico 15: Esquema del funcionamiento de los tubos pasivos

Los tubos pasivos para  $\text{NO}_2$  y  $\text{O}_3$  respectivamente se distinguen en detalles tanto de construcción como de funcionamiento (comparación véase tabla 4): para  $\text{NO}_2$  se utiliza un tubo de polipropileno de 9.5 mm de diámetro interno y 7.4 cm de largo, el medio absorbente consiste en tres redcillas de acero inoxidable cargados de trietanolamina. Luego de la exposición del tubo durante 30 días, se lee la absorbancia en el espectrofotómetro a 540 nm con celdas de 1.0 cm y se determina la cantidad captada del contaminante por medio de una curva de calibración.

Para la cuantificación de O<sub>3</sub> en cambio se utiliza un tubo de polipropileno de 9.5 mm de diámetro interno y 5.5 cm de largo, con un medio absorbente en forma de un pequeño filtro de fibras de vidrio mojado con el reactivo DPE (1,2di-4piridil-etileno). El ozónido formado se divide y produce un aldehído, cuya cantidad es determinada al final por espectrofotometría con el método MBTH a 442 nm con celdas de 1.0 cm. El tiempo de exposición de los tubos de ozono es de 7 días.

		Dióxido de nitrógeno (NO <sub>2</sub> )	Ozono (O <sub>3</sub> )
Tubo	Material	Polipropileno	Polipropileno
	Largo	7.4 cm	5.5 cm
	Diámetro interno	9.5 mm	9.5 mm
	Portador del reactivo absorbente	3 redcillas de acero	Filtro de fibras de vidrio (10 x 11 mm)
Exposición	Tiempo de exposición	30 días	7 días
Fijación	Reactivo absorbente	Trietanolamina	DPE
	Proceso de fijación	Formación de diazo-compuesto	Ozónido formado se divide → aldehído
Análisis	Método	Reacción Griess-Saltzman	MBTH
	Tiempo de desarrollo del color	15 minutos	1 hora
	Equipo	Espectrofotómetro 540 nm Celdas de 1.0 cm	Espectrofotómetro 442 nm Celdas de 1.0 cm

Tabla 4: Comparación entre los tubos pasivos para NO<sub>2</sub> y aquellos para ozono

Los tubos pasivos se colocan con el tapon inferior (de color rojo) removido en un contenedor especial para protegerlos de la lluvia, minimizar la influencia del viento y disminuir la exposición a la radiación solar (¡importante en el caso de los tubos de ozono!). Dichos contenedores (véase gráfico 4, página 8) dan espacio para seis tubos, están hechos de PVC no transparente y tienen medidas preestablecidas: 120 mm de largo, 100 mm de

diámetro y a ambos lados una fisura de 5 mm para la libre circulación del aire. Los contenedores deben ser expuestos a 2 metros sobre nivel del suelo en ubicaciones sin restricción del libre flujo de aire, como son columnas libres o postes de luz. Se recomienda no exponer los tubos demasiado cerca de árboles o arbustos, porque los insectos suelen quedarse con frecuencia en los tubos. Siempre se exponen tres tubos por contaminante en el mismo sitio.

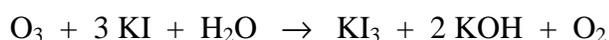


*Gráfico 16:* Espectrofotómetro utilizado para el análisis de los tubos (izquierda)  
Foto a la derecha: Tubos pasivos para  $\text{NO}_2$  (color blanco) y para  $\text{O}_3$  (color azul)

Los tubos expuestos o no expuestos deben ser almacenados, en un refrigerador hasta que se realice su análisis. El tiempo de vida de los blancos es de seis meses antes de usarlos.

### 4.3.2 Método Impinger

Este método de química húmeda está basado en el hecho que cantidades pequeñas de ozono y otros oxidantes liberan yodo cuando están absorbidos en una solución de 1% de yoduro de potasio. El yodo se puede determinar por medio de espectrofotometría, cuantificando la absorbancia a una longitud de onda de 352 nm. La reacción se aproxima de la siguiente forma:



El método requiere de varios reactivos, mientras que se utilizan pocos equipos relativamente sencillos. Se necesita una bomba de succión capaz de mantener un flujo constante durante por lo menos 30 minutos y las unidades de vidrio llamados “impinger”. La bomba mantiene el flujo de aire que pasa a través de la solución absorbente, donde el ozono por medio de la reacción descrita arriba queda registrado.

El método Impinger facilita la determinación manual de concentraciones de oxidantes entre 0.01 – 10 ppm, lo que corresponde para el caso de ozono al espectro amplio de 19.6 hasta 19620  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ . Se trata de un método adecuado para obtener mediciones puntuales hasta durante 30 minutos, cuya limitación erradica en el hecho que las concentraciones de ozono en el aire exterior no sobrepasan los 2% más bajos de este amplio espectro de medición. El método está detalladamente descrito en la SOP 5.4.1 y en “Methods of Air Sampling and Analysis” [2], páginas 403 - 406.

### 4.3.3 Sensor Dräger

El sensor Dräger, cuya utilización está descrito en la SOP 5.4.2, es un transductor electroquímico para medir el monóxido de carbono a una presión parcial en la atmósfera. El aire monitoreado difunde a través de una membrana plástica y dentro del líquido electrolito

del sensor. El electrolito contiene un electrodo sensible, un electrodo contador y un electrodo de referencia.

El voltaje entre el sensor y el electrodo de referencia se mantiene constante usando un circuito potencioestático. Dicho voltaje, el electrolito y el material del electrodo son seleccionados en orden de convertir electroquímicamente el monóxido de carbono al electrodo sensible y causar una corriente de flujo a través del sensor. Esta corriente es proporcional a la presión parcial del monóxido de carbono:



Al mismo tiempo transcurre al electrodo opuesto una reacción electroquímica con oxígeno del aire exterior:



#### 4.3.4 Métodos continuos

La resolución temporal de la información brindada por los métodos continuos es mucho más alta que aquella obtenida por los demás métodos disponibles. La frecuencia con la cual se toman mediciones es programable y puede variar desde segundos hasta horas, siendo el único factor limitante la capacidad de la memoria del equipo para almacenar los resultados obtenidos.

Resulta ser una gran ventaja que los analizadores automáticos pueden estar manipulados desde computadoras externas, por ejemplo a través de la red telefónica. Eso permite equipar estaciones automáticas con varios de estos analizadores y juntar una multitud de estas estaciones automáticas en una red, la cual está administrada por una

central de computación. La central se encarga de juntar y procesar la información obtenida en cada estación, pero siempre tiene que estar en contacto con una unidad móvil de personal especializado, la cual en caso de mal funcionamiento de analizadores trata de reparar el daño para disminuir la pérdida de información.

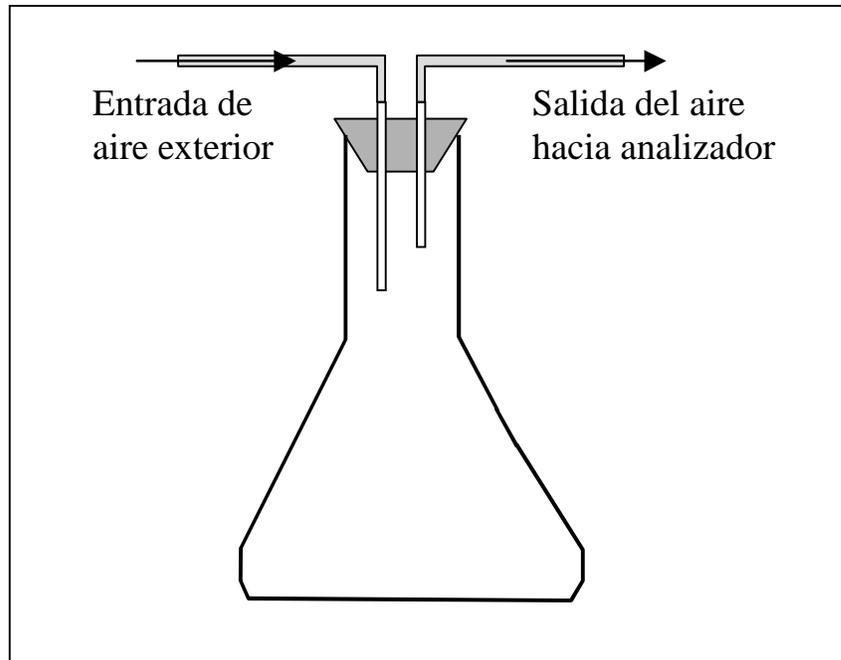


Gráfico 17: Trampa de agua instalada entre el aire exterior y el analizador

Es también posible de hacer mediciones con un solo analizador automático, el cual debe estar colocado por fines de protegerlo dentro de una edificación. La muestra de aire llega al aparato a través de una manguera de teflon, y la información se puede bajar del equipo cada par de días por medio de una computadora portátil. Se recomienda utilizar una trampa de agua (véase gráfico 17), la cual impide que entre agua al analizador.

Los analizadores automáticos mencionados en este manual – para monóxido de carbono (CO) y ozono (O<sub>3</sub>) respectivamente – se han utilizado hasta la fecha de la forma anteriormente descrita. Varios laboratorios se encuentran actualmente en el proceso de

obtener una estación móvil equipada con analizadores automáticas, cuyos resultados serán transferidos por teléfono o radio al laboratorio.

#### 4.3.4.1 Principios de medición

El funcionamiento de los dos analizadores posteriormente mencionados se basa en la Ley de Beer, la cual describe como la luz está absorbida por una molécula específica en una longitud de onda definida.

$$\text{Intensidad } I = I_0 \cdot e^{-\alpha Lc}$$

*en la que*

I :	Intensidad de luz con absorción
I <sub>0</sub> :	Intensidad de luz sin absorción
L :	Distancia de absorción
α :	Coefficiente de absorción
c :	Concentración del gas absorbente

Los analizadores luego resuelven la ecuación para la concentración:

$$\text{Concentración } c = \ln(I_0/I) (1/\alpha L)$$

La Ley de Beer forma la base para el funcionamiento de los analizadores automáticos que convierten una señal óptica en una señal electrónica, independientemente del gas a detectar y de la empresa que produce el equipo. Los detalles técnicos sin embargo varían de un modelo a otro, razón por la cual se describe en lo siguiente el funcionamiento de dos analizadores específicos: el Modelo API 300 para monóxido de carbono y el Modelo API 400A para ozono, ambos producidos por la empresa Advanced Pollution Instrumentation Inc. (API).

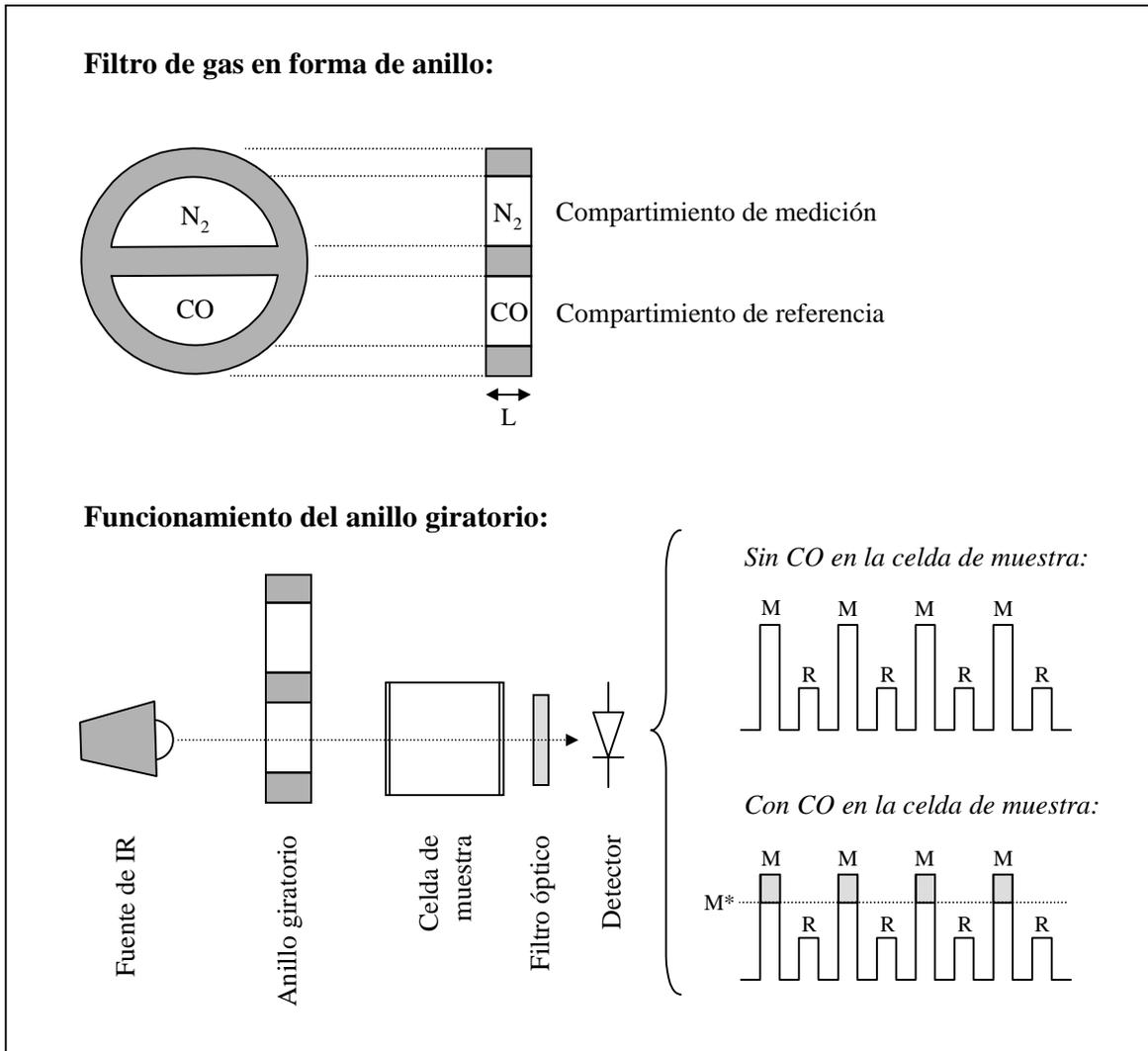
#### 4.3.4.2 *Analizador infrarrojo para CO*

La detección y medición de monóxido de carbono en el Modelo 300 se basa en la absorción de radiación infrarroja (IR) por parte de moléculas de CO en la longitud de onda específica de 4.7  $\mu\text{m}$ . El Modelo 300 utiliza un elemento calentado con alta energía para generar una banda ancha de luz infrarroja. La luz pasa a través de un filtro de gas en forma de anillo giratorio que hace que el rayo de luz pase alternamente a través de un compartimiento de gas llena de nitrógeno (celda de medición), y otro lleno de una alta concentración de monóxido de carbono (celda de referencia). Detrás del anillo giratorio se encuentra la celda de muestra.

El principio llamado Corelación de Filtro de Gas (“Gas Filter Correlation” GFC; véase gráfico 18) requiere que el anillo gire a una tasa de 30 ciclos/segundo, lo que hace que el rayo de luz esté modulado en pulsos de referencia y medición. Durante un pulso de referencia, el compartimiento de CO del del anillo giratorio descompone eficazmente el rayo de toda la energía IR en longitudes de onda donde el CO puede absorber. Como resultado se obtiene un rayo que no es afectado por el CO en la celda de muestra. Durante el pulso de medición, el nitrógeno del filtro de gas no afecta el rayo, que subsecuentemente puede alternarse con cualquier CO en la celda de muestra.

Después del anillo de filtro de gas, el rayo IR entra a la celda de muestra de paso múltiple. Esta celda usa ópticas plegables para generar una longitud de paso de absorción de 16 metros para lograr sensibilidad máxima.

Luego de excitar la celda de muestra, el rayo pasa por un filtro de interferencia de paso de banda para limitar la luz a la longitud de onda que se necesita. Por último, el rayo golpea el detector que es un foto-conductor sólido enfriado termoeléctricamente. Este detector, junto con su pre-amplificador y su suministro de voltaje convierten la señal luminosa en una señal de voltaje modulada. La salida del detector es desmodulada electrónicamente para crear dos voltajes DC: CO Medición y CO Referencia. Estos voltajes son proporcionales a la intensidad de la luz que recibe el detector durante los pulsos de medición y referencia, respectivamente.



**Gráfico 18:** Gas Filter Correlation: la presencia de CO en la celda de muestra reduce la señal generada en el compartimiento de medición (M), mientras que la señal de referencia (R) queda igual, ya que la alta concentración de CO en el compartimiento de referencia absorbió toda la luz con longitud de onda 4.7  $\mu\text{m}$ . La diferencia entre M y M\* determina la concentración de CO en la celda de muestra.

#### 4.3.4.3 Analizador ultravioleta para $O_3$

La detección y medición de moléculas de ozono en el Modelo 400A se basa en la absorción de 254 nm de rayos UV debido a una resonancia electrónica de la molécula de

O<sub>3</sub>. El analizador automático utiliza una lámpara de mercurio que emite una onda de 254 nm. La luz de la lámpara brilla hacia abajo hasta un tubo de vidrio hueco que alternadamente es llenado con la muestra y luego con gas limpio para remover el ozono. La tasa de la intensidad de luz  $I/I_0$  es la base para el cálculo de la concentración de ozono  $C_{\text{ozono}}$  según Beer-Lambert:

$$C_{\text{ozono}} = \frac{-10^9}{\alpha \cdot L} \cdot \frac{T}{273 \text{ }^\circ\text{K}} \cdot \frac{29.92 \text{ (Hg)}}{P} \cdot \ln \frac{I}{I_0}$$

*en la que*

I :	Intensidad de luz con absorción (con muestra)
I <sub>0</sub> :	Intensidad de luz sin absorción (sin muestra)
L :	Distancia de absorción
α :	Coefficiente de absorción
T :	Temperatura de muestra en grados Kelvin
P :	Presión en pulgadas de mercurio (Hg)

La concentración de ozono depende de la tasa de la intensidad ( $I/I_0$ ). Temperatura y presión influyen sobre la densidad de la muestra, la cual cambia el número de moléculas de ozono en el tubo de absorción que impacta la cantidad de luz que se remueve del rayo de luz. Estos efectos se pueden atender midiendo directamente temperatura y presión, incluyendo sus valores reales en el cálculo. El coeficiente de absorción es un número que refleja la habilidad inherente del ozono de absorber luz de 254 nm.

La mayoría de las mediciones actuales ubican este valor en  $308 \text{ cm}^{-1} \text{ atm}^{-1}$  en STP. El valor de esta cantidad refleja el hecho de que el ozono es un eficiente absorbente de radiación UV, razón por la cual el ozono estratosférico protege las formas de vida que se encuentran debajo de la atmósfera de los efectos dañinos de la radiación solar UV. Por último, la longitud de la ruta de absorción determina cuántas moléculas existen en la columna de gas del tubo de absorción.

El Modelo 400A completa cada ocho segundos un ciclo de medición que consiste de un período de espera de 2 segundos para que la muestra fluya, seguido por 2 segundos en los cuales se mide la intensidad promedio de luz para determinar la intensidad de luz I. La válvula de la muestra se gira entonces para permitir la penetración del gas limpio por otros 2 segundos, seguidos por dos segundos en que se mide la intensidad promedio de luz y así obtener  $I_0$ . Medir  $I_0$  cada ocho segundos minimiza la oscilación por cambios en la intensidad de la lámpara ocasionadas por el tiempo y la suciedad. El filtro provee 72 promedios cada 120 segundos.

Se debe tener presente que el método de absorción de UV para detectar ozono está sujeto a interferencias provenientes de diferentes fuentes. El Modelo 400A ha sido puesto a prueba con éxito en su habilidad de rechazar la interferencia de dióxido de sulfuro, dióxido de nitrógeno, óxido nítrico, agua y m-xileno. El instrumento rechaza la interferencia del hidrocarburo aromático m-xileno, pero existe una gran cantidad de hidrocarburos volátiles aromáticos que potencialmente podrían interferir con la detección de ozono. Si el Modelo 400A va a ser instalado en un ambiente donde se sospecha que hayan altas concentraciones de hidrocarburos aromáticos, se deben conducir pruebas específicas que revelen la cantidad de interferencia que estos compuestos podrían causar.

## 5. Procedimientos de Operación Estándar (SOP)

Basándose en las teorías descritas en el capítulo 4, se encuentran en las próximas páginas los procedimientos de operación estándar (SOP, por sus siglas en inglés). Estas contienen de una forma concentrada la información necesaria para llevar a cabo la medición de un contaminante específico por medio de un método definido.

En los SOP se hace referencia a los equipos y materiales necesarios para la aplicación de cada método. De suma importancia es la breve descripción del total de los pasos a seguir desde la preparación aparato colector, su exposición al aire, el posterior análisis en el laboratorio y los cálculos, además de los procedimientos de calibración y el mantenimiento que se les da a los aparatos.

### 5.1 Contexto histórico de los métodos utilizados

Los procedimientos de operación estándar (SOP) reunidos en las siguientes páginas abarcan todo el espectro tecnológico desde métodos pasivos (difusión pasiva) hasta la aplicación de analizadores automáticos.

Sin embargo, este hecho es una contradicción solamente a primera vista, que se explica con el rol del Monitoreo del Aire dentro del programa Aire Puro. Al iniciar las actividades de monitoreo en 1993, se pretendía tener un instrumento de control del éxito del programa. Para eso, los métodos pasivos (para los gases NO<sub>2</sub> y ozono) y activos (para partículas TSP) eran más que suficientes.

Al darse cuenta que este primer objetivo no se podía cumplir, los datos se han empezado a utilizar para generar consciencia en la gente sobre el impacto negativo de la contaminación atmosférica en la salud humana. Este giro de enfoque tenía sin embargo consecuencias en la selección de parámetros y de métodos a medirlos. Así que se agregaron las partículas PM<sub>10</sub> al grupo de contaminantes a monitorear, y se empezaron a utilizar analizadores automáticos para ciertos contaminantes.

El total de los métodos aquí descritos es el resultado de este “contexto histórico”: crecido orgánicamente entre los objetivos del programa Aire Puro de Swisscontact, las posibilidades financieras de sus instituciones contrapartes para mantener una red de monitoreo a largo plazo, y las exigencias de la administración pública.

---

## SOP 5.2.1

# Partículas Totales Suspendidas (TSP)

Método: Gravimetría

### Equipos y Materiales

Medidor de alto volumen	<i>Graseby 2000</i>
Filtros de fibras de vidrio	<i>Tipo A/E, 8" x 10"</i>
Kit de calibración	
Estufa	
Balanza analítica	

### Preparación del filtro

---

- Utilizando un numerador continuo, codifique el filtro, teniendo mucho cuidado de que este no se contamine o se rompa. Se recomienda confeccionar un portafiltro de papel encerado para cada filtro.
- Después de haber permanecido 24 horas en una estufa a 28 – 30 °C, el filtro se pesa y luego se almacena nuevamente durante un mínimo de 24 horas a la temperatura antes indicada, para eliminar la humedad adquirida por efectos del ambiente.
- Se pesa nuevamente el filtro patrón o de referencia. El objetivo es balancear la ganancia o pérdida de humedad ambiental durante el período de muestreo.
- El filtro de trabajo se coloca dentro de una carpeta o de un portafiltro adecuado, llenando previamente la hoja de muestreo correspondiente, para su traslado posterior al sitio de muestreo. El filtro patrón se deja en el laboratorio bajo condiciones ambientales.

### Exposición del filtro

---

- Se acciona el medidor de alto volumen durante aproximadamente 5 minutos, con la manguera que conduce al medidor de flujo sin conectar, para purgar el aparato.
- Se conecta la manguera al medidor de flujo y se deja funcionando ~ 5 minutos adicionales, hasta que el flujo se estabilice.

- Se desconecta el medidor de alto volumen, se coloca el papel filtro sobre el portafiltros, se coloca el marco sobre el papel filtro y se cierra la tapa del aparato.
- Se acciona el equipo dejándolo funcionar por 24 horas, anotando el tiempo inicial. Durante los primeros 10 minutos se lee el flujo y se anota el valor promedio observado en este período ( $H_{inicial}$ ).

### Recolección del filtro y análisis

---

- Al final de la medición de 24 horas, se anota el tiempo final y el flujo final  $H_{final}$ .
- Se desconecta el medidor de alto volumen, el papel filtro expuesto se retira del portafiltros, se dobla en la mitad, para no perder el material particulado recolectado, y se coloca en una carpeta.
- El filtro se coloca en una estufa a 28 – 30 °C o más por 24 horas, para eliminar la humedad ambiental, después se coloca en un desecador durante 30 minutos.
- El filtro se pesa tres veces, del valor promedio se resta luego el peso del filtro de referencia.

### Calibración del equipo

---

Se utiliza el kit de calibración, el cual contiene cinco platos que ofrecen diferente resistencia al flujo de aire. Dichos platos están provistos de agujeros los cuales van variando en número: 18, 13, 10, 7 y 5. Los pasos de la calibración son:

- Desconectar el motor del controlador de flujo y conectarlo a una fuente de poder estable de corriente.
- Quitar el portafiltros y colocar el kit de calibración: Sujetador de platos, cilindro provisto de agujero donde se conectará la columna de agua (con líquido verde), presionar fuertemente el sujetador con los cuatro tornillos y escuchar que no haya fuga de aire.
- Dejar que el motor se caliente aproximadamente 5 a 10 minutos para que alcance una temperatura de operación normal.
- Realizar un test de escape, cubriendo el agujero sobre la superficie del orificio y presionar la tapa sobre el orificio con la mano, escuchar que no haya fugas. Nunca se debe realizar esta prueba con el manómetro conectado, ya que el líquido del manómetro puede ser derramado dentro del sistema y dañar el motor.
- Conectar el manómetro al cilindro en el orificio con la manguera especial para conexiones con vacío, la cual se

encuentra en el kit de calibración. Dejar el lado opuesto del manómetro abierto (en contacto con la atmósfera).  
 NOTA: Las dos válvulas sobre el manómetro tienen que estar abiertas para que el líquido fluya libremente, además para leer la diferencia de altura del manómetro.

- Insertar el plato de 18 agujeros y colocar sobre el orificio, enroscar el collar de seguridad y anotar la lectura del manómetro (verde). Este debe mantenerse verticalmente para asegurar lecturas exactas. Registrar las lecturas del flujo continuo (rojo). Repetir este procedimiento con cada uno de los platos.
- Tomar la temperatura del ambiente y la presión barométrica. Registrar en la hoja de control el número de serie del equipo, el día de la calibración y las iniciales del operador.
- Desconectar el motor de la fuente de poder y remover el kit de calibración. Conectar nuevamente el motor al controlador de flujo.

Cada una de las cinco lecturas del manómetro [ $"\text{H}_2\text{O}$ ; en pulgadas de agua] se convierten en el respectivo flujo  $Q_a$  [ $\text{m}^3/\text{min}$ ] mediante la siguiente ecuación:

$$Q_a \text{ [m}^3/\text{min]} = \frac{\sqrt{["\text{H}_2\text{O}] \cdot (P_a/P_n) \cdot (T_n/T_a)} - b}{m}$$

Los parámetros requeridos son la pendiente  $m$  y el intercepto  $b$  de la curva de calibración estándar del equipo, luego presión actual ( $P_a$ ; en mmHg) y temperatura actual ( $T_a$ ; en grados Kelvin) a la cual se ha hecho la calibración, además presión normal ( $P_n = 760$  mmHg) y temperatura normal ( $T_n = 298$  grados Kelvin).

De igual forma debe ser corregido el flujo  $I$ :

$$IC = [I] \cdot \sqrt{(P_a/P_n) \cdot (T_n/T_a)}$$

Hacer la regresión lineal de  $Q_a$  versus  $IC$  y calcular pendiente, intercepto y coeficiente de correlación de la curva. El coeficiente de correlación debe ser mayor que 0.990 para que la calibración sea calificada como buena, si es menor que este valor realizar nuevamente la calibración.

*Se recomienda someter el equipo trimestralmente a una calibración o cada vez que se cambie alguna parte del motor.*

## Cálculo

De la lectura inicial ( $H_{\text{inicio}}$ ) y final ( $H_{\text{final}}$ ) del flujo se obtiene el promedio  $\Delta H$ , el cual se convierte por medio de la curva de calibración en el flujo de aire succionado durante el muestreo ( $Q_{\text{real}}$ ; en  $\text{m}^3/\text{min}$ ).

$$\Delta H = \frac{H_{\text{inicio}} + H_{\text{final}}}{2}$$

Las partículas totales suspendidas en microgramos por metro cúbico ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) se calculan de la siguiente manera:

$$\text{TSP } [\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{(P_{\text{final}} - P_{\text{inicio}})}{Q_{\text{real}} \cdot t_{\text{muestreo}}}$$

Los parámetros requeridos son el peso inicial ( $P_{\text{inicio}}$ ) y final ( $P_{\text{final}}$ ) del filtro en microgramos ( $\mu\text{g}$ ), y el tiempo de muestreo  $t_{\text{muestreo}}$  en minutos.

El filtro expuesto luego se dobla en la mitad, se coloca en un sobre de papel, se etiqueta y se coloca en la estufa adecuada para eliminar humedad. Así quedan almacenado para cualquier análisis posterior.

## Medidas de mantenimiento

Dependiendo del uso del equipo, se recomienda someterle a una limpieza general cada dos meses.

## Aseguramiento de calidad

El aseguramiento de calidad interno está descrito en el apartado 7.4.1, a partir de página 75.

## SOP 5.2.2

# Partículas menores a 10 micras (PM<sub>10</sub>)

Método: Gravimetría

### Equipos y Materiales

Equipo MiniVol:

Bomba THOMAS 607CA32C

Orificio crítico (4 litros/min)

Unidad de impacción Air Diagnostics

Filtros de teflon, Ø 37 mm TefSep Z99WP03750

Cajas petri

Estufa

Microbalanza analítica

Flujómetro

### Preparación del filtro

- Utilizando un numerador continuo, codifique el filtro, teniendo mucho cuidado de que este no se contamine o se rompa. ¡No tocar o manipular directamente los filtros! Se recomienda confeccionar un portafiltro para cada filtro.
- Después de haber permanecido 24 horas en una estufa a 28 – 30 °C, el filtro se pesa y luego se almacena nuevamente durante un mínimo de 24 horas a la temperatura antes indicada, para eliminar la humedad adquirida por efectos del ambiente.
- Se pesa nuevamente el filtro patrón o de referencia. El objetivo es balancear la ganancia o pérdida de humedad ambiental durante el período de muestreo.
- Después de haber llenado la hoja de muestreo correspondiente, se utiliza la caja petri para transportar el filtro debidamente montado en el portafiltro al sitio de muestreo. El filtro patrón se deja en el laboratorio bajo condiciones ambientales.

### Exposición del filtro

- Se coloca el filtro con su portafiltro en la unidad de impacción, siguiendo la dirección del macho en la parte

superior, sobre el soporte (también conocido como PADS de Millipore, tipo AP10).

- El equipo MiniVol debe estar colocado en una superficie plana y estable.
- Se acciona el equipo dejándolo funcionar por 24 horas, anotando el tiempo inicial.

### Recolección del filtro y análisis

- Se anota el tiempo final de la medición de 24 horas.
- El filtro expuesto se retira del portafiltro con una pinza, se coloca dentro de una caja petri y se etiqueta.
- La caja petri con el filtro se coloca en una estufa a 28 – 30 °C o más por 24 horas, para eliminar la humedad ambiental, después se coloca en un desecador durante 30 minutos.
- El filtro se pesa tres veces, del valor promedio se resta luego el peso del filtro de referencia.

### Calibración del equipo

El flujo  $Q_{\text{real}}$  (m<sup>3</sup>/min) de cada orificio crítico se controla mensualmente. Para efectuar este chequeo, el flujómetro se conecta al equipo, dejándolo encendido durante por lo menos 5 minutos.

### Cálculo

Las partículas PM<sub>10</sub> en microgramos por metro cúbico (µg/m<sup>3</sup>) se calculan de la siguiente manera:

$$PM_{10} [\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{(P_{\text{final}} - P_{\text{inicio}})}{Q_{\text{real}} \cdot t_{\text{muestreo}}}$$

Los parámetros requeridos son el peso inicial ( $P_{\text{inicio}}$ ) y final ( $P_{\text{final}}$ ) del filtro en microgramos (µg), el flujo real ( $Q_{\text{real}}$ ) y el tiempo de muestreo  $t_{\text{muestreo}}$  en minutos.

El filtro expuesto luego se coloca en un sobre de papel pergamino, se etiqueta y se coloca en la estufa adecuada para eliminar humedad. Así quedan los filtros almacenados para cualquier análisis posterior.

### ***Medidas de mantenimiento***

---

- El impactador debe estar bien limpio. Con un gotero depositar aceite mineral liviano en la superficie de la placa céntrica del impactador, luego utilizar toallas de papel fino para limpiar el exceso del aceite mineral.
- Asegurarse que el flujo sea constante, dar limpieza al equipo y procurar que cuando los filtros son pesados (antes y después del muestreo), en la balanza esté el eliminador de estática.
- Dar una vez al mes tratamiento especial a la unidad de impacción. Sumergir los impactadores en una solución de detergente suave que tenga una temperatura entre 40 y 50 °C.

### ***Aseguramiento de calidad***

---

El aseguramiento de calidad interno está descrito en el apartado 7.4.1, a partir de página 75.

---

### SOP 5.2.3

## Plomo (Pb) en PM<sub>10</sub>

Método: Espectrofotometría  
de absorción atómica  
con horno de grafito

### Equipos y Materiales

Acido nítrico ultrapuro  
Acido clorhídrico ultrapuro  
Agua bidestilada libre de metales pesados  
Solución de referencia del elemento a cuantificar  
Modificador de matriz (fosfato diácido de amonio)

Balanza analítica  
Pipetas de diferentes volúmenes  
Beakers  
Tubos de centrifuga de polietileno de 50 ml  
Pinzas plásticas  
Estufa de ventilación forzada  
Desecador  
Ultrasonido  
Balones volumétricos de diferente capacidad  
Pipetas Eppendorf de volumen variable  
Puntas para pipetas  
Centrifuga  
Espectrofotómetro de absorción atómica  
con horno de grafito  
Lámpara del elemento a cuantificar  
Copas para automuestreador

### Digestión de los filtros

---

Una vez determinado el peso de las partículas PM<sub>10</sub>, los filtros de teflon son tratados para calcular la concentración de plomo en el aire. Para solubilizar el plomo recogido en los filtros se sigue el procedimiento que se describe a continuación:

- Transferir el filtro conteniendo las partículas a un tubo de centrifuga de polipropileno de 50 ml de capacidad.
- Se adicionan 12 ml de solución de ácido nítrico (1.03M) y ácido clorhídrico (2.23M) o hasta cubrir completamente el filtro. Tapar los tubos.
- Colocar los tubos en baño a temperatura de 60 – 100 °C, usando el ultrasonido durante 2 – 4 horas.

- Retirar los tubos del ultrasonido y enfriarlos.
- Destapar los tubos y adicionar 28 ml de agua destilada, tapar y mezclar bien.
- Centrifugar por 20 minutos a 2500 r.p.m.
- Decantar el extracto en tubo limpio de polietileno y almacenar hasta el momento de su análisis en un espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito.
- Siempre llevar un blanco.

### Curva de calibración

---

Preparar la curva de calibración o seguir las recomendaciones del programa dado en el equipo para cada uno de los elementos a cuantificar.

### Cálculo

---

Con el siguiente cálculo se obtienen los microgramos de plomo por metro cúbico de aire ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), tomando en consideración el volumen de aire V ( $\text{m}^3$ ) que pasó por el filtro durante el muestreo.

$$\text{Plomo } [\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{C_M \cdot 40}{V}$$

$C_M$  en este caso representa la concentración del elemento en  $\mu\text{g}/\text{ml}$  obtenido por lectura del equipo.

### Medidas de mantenimiento

---

Mantenimiento al espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito según el manual del equipo y las recomendaciones del proveedor.



## SOP 5.2.4

# Precipitación de polvo

Método: Bergerhoff

### Equipos y Materiales

Canasta de soporte  
 Recipiente colector plástico  
 (diámetro aprox. 10.5 cm, longitud 20 – 30 cm)  
 Crisol, embudo, espátula, pinzeta  
 Cilindro graduado de 1 litro  
 Recipientes planos de vidrio (volumen 200 ml)  
 Malla de 1 mm de acero inoxidable  
 Balanza analítica  
 Estufa  
 Agua destilada < 18 MOhm

### Recolección de la muestra

- Limpiar bien los recipientes colector plástico antes de exponerlos. Para eso se pueden utilizar detergentes suaves que no dañan la superficie del recipiente. Enjuagar con agua destilada después de cada prelimpieza.
- Tapar los recipientes hasta llegar al sitio de muestreo.
- Adicionar al colector 100 – 200 ml de agua destilada (no aplica en época lluviosa). Este volumen de agua depende de los niveles de evaporación y de precipitación lluviosa en la zona, por lo tanto este volumen aumentará o disminuirá según sea el caso.
- Después del período de muestreo (1 mes = 30 días), tapar los recipientes y llevarlos al laboratorio.
- Los recipientes con las muestras de precipitación de polvo no se deberían guardar más de 14 días en el laboratorio. Deben de estar almacenados cerrados en la refrigeradora y protegidos contra la luz, para impedir el crecimiento de microorganismos.

### Análisis

- Para determinar el peso inicial de los recipientes planos de vidrio, secarlos durante 1 hora a 105 °C, luego dejarlos enfriar durante 30 minutos hasta alcanzar 20 °C y pesarlos con la balanza analítica.

- Abrir el recipiente colector plástico y agregar agua destilada según necesidad, para asegurar que la muestra completa será transferida al respectivo cilindro graduado de 1 litro.
- Sacar con una pinzeta partes grandes (hojas, insectos etc.) que alterarían el resultado.
- Llevar la muestra a 200 ml con agua destilada, luego calentarla a no más de 80 °C para disminuir el volumen del líquido (preevaporación). Trabajar debajo del extractor de aire, asegurando que no haya posterior contaminación por polvo del laboratorio.
- Transferir la muestra al recipiente plano de vidrio: sacar con una espátula partes sólidas de la pared del recipiente colector, cuyo contenido se transfiere al recipiente plano de vidrio a través de una malla de 1 mm de acero inoxidable.
- Limpiar el recipiente colector con agua destilada, la cual se transfiere también a través de la malla al recipiente plano de vidrio. El volumen del líquido en el recipiente plano de vidrio no debe de superar los 200 mililitros.
- Evaporar el líquido en la estufa a 105 °C, luego dejar enfriar el recipiente plano de vidrio durante media hora hasta 20 °C y pesarlo con la balanza analítica.

### Cálculo

Del cálculo se obtiene la precipitación de polvo en la unidad gramos por día y metro cuadrado ( $g/(m^2 \cdot día)$ ).

$$\text{Polvo } [g / (m^2 \cdot día)] = \frac{(P_{\text{final}} - P_{\text{inicio}})}{A \cdot T}$$

Los parámetros requeridos son el peso del recipiente plano de vidrio vacío ( $P_{\text{inicio}}$ ) y cargado ( $P_{\text{final}}$ ) en gramos (g), la apertura A del recipiente colector en metros cuadrados ( $m^2$ ) y el tiempo de muestreo T en la unidad día.

### Medidas de mantenimiento

- Limpiar la malla de acero inoxidable con agua del tubo y luego con agua destilada.
- Limpiar los recipientes planos de vidrio con un detergente suave, luego con agua destilada, secarlos y guardarlos en un lugar libre de polvo.



---

## SOP 5.2.5

# Partículas TSP y PM<sub>10</sub>

## Método: Radiación beta

### Equipos y Materiales

Medidor de partículas basado en radiación beta	FAG FH 62 I-N
Bomba externa	
Regulador de voltaje	
Kit de calibración	

### Instalación del equipo

Para la instalación del equipo se tienen que considerar las condiciones ambientales, tal como son:

- Operación del equipo es permitida dentro del rango de temperatura de -20 hasta +40 °C.
- Almacenaje y transporte del equipo es permitido dentro del rango de temperatura de -30 hasta +60 °C.
- Para la operación en exteriores, se necesita una perfecta protección contra lluvia y humedad. También en el caso que la unidad central esté dentro de una edificación, se tienen que tomar medidas preventivas para que no haya condensación de vapor de agua a raíz de rápidos cambios de temperatura alrededor del equipo.
- La toma de aire debería de estar colocado por lo menos 1.5 metros por encima del techo del contenedor o de la edificación.
- Es indispensable que la conexión eléctrica tenga tierra física.

Para más detalles consultar capítulo 2 del manual del equipo [8].

### Operación

El equipo tiene incorporado una fuente de radiación beta, que emite su radiación a través de la muestra coleccionada encima del filtro continuo. El detector es una cámara de ionización, donde se registra la intensidad de la radiación beta después de que ésta atravesó la muestra.

La atenuación de la radiación beta está matemáticamente relacionada con la masa de partículas acumulada encima del filtro.

Para detalles consulte capítulo 3 del manual [8].

### Mantenimiento

**Nota importante:** el mantenimiento de la fuente de radiación beta debería de llevar a cabo únicamente personal entrenado y con la autorización de la empresa proveedora, por ejemplo la división de servicio FAG.

El capítulo 5 del manual [8] describe todos los elementos del mantenimiento que se debe de dar al equipo.

### Calibración

En el capítulo sobre mantenimiento se hace especial énfasis en la calibración, la cual se lleva a cabo utilizando las láminas transparentes del kit de calibración. Los diferentes pasos de la calibración están descritos en la página 5-4 del manual [8].

Se recomienda calibrar el equipo cada 2 – 3 meses con estas láminas transparentes, y también siempre después de reparaciones.

### Transferencia de datos

El equipo tiene capacidad para almacenar los últimos 60 promedios de media hora y los últimos 40 promedios diarios.

Un software DOS permite la transferencia de datos a una computadora. Dicho software se instala de la siguiente manera: copiar a1.exe y a2.exe en carpetas separadas y luego apretar “self-extracting”.

Para la óptima transferencia de datos se recomienda una velocidad de transmisión de 2400 baud, el equipo tiene que estar en el modus ONLINE (teclado desactivado, foco verde prendido).



### SOP 5.3.1

## Dióxido de nitrógeno (NO<sub>2</sub>)

Método: Difusión pasiva

### Equipos y Materiales

Trietanolamina	
Acetona	
Sulfanilamida	Fluka 86090
N-1 naftiletilendiamina (NEDA)	Fluka 70720
o- ácido fosfórico	Fluka 79620
Solución estándar NO <sub>2</sub> 1000 ppm	Merck
NaNO <sub>2</sub> (grado analítico >99%)	
Agua destilada	< 18 MOhm
Tubos colector de polipropileno	Passam AG, Suiza
(diámetro interno 9.5 mm, largo 7.4 cm)	
Tubos de ensayo de 5 ml con tapa	
Balanza analítica	
Espectrofotómetro UV-visible	

### Preparación del tubo pasivo

- Se mezclan 1 parte de trietanolamina con 8 partes de acetona.
- Se sumergen las tres redcillas de acero (superficie de absorción) en este líquido, luego se secan con papel de filtro.
- Las redcillas se colocan en los tubos colectores, entre el tubo y la tapa blanca de teflon.

### Preparación del reactivo de color

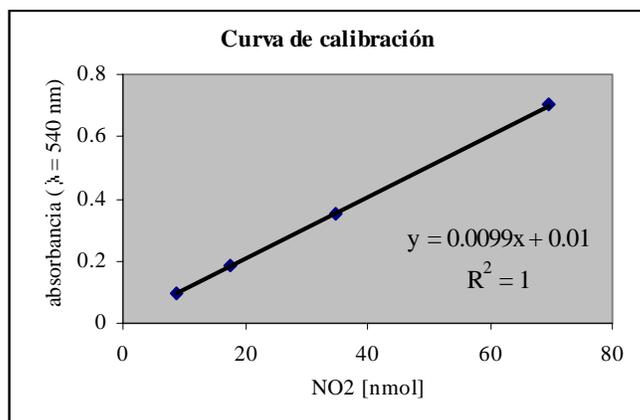
- **Solución A:** Se disuelven 2 gramos de sulfanilamida en 5 ml de ácido fosfórico 85%. Diluir a 100 ml con agua destilada. Calentar el líquido hasta que hierva.
- **Solución B:** Se disuelven 70 mg de N-1 naftiletilendiamina (NEDA) en 50 ml de agua destilada.
- Después de enfriar la solución A hasta temperatura ambiente, las soluciones A y B se combinan (1:1) y el reactivo está listo para usar en 24 horas. El reactivo de color se mantiene estable durante un mes, si está protegido de la luz y guardado en refrigeración.

### Calibración

- **Solución patrón:** Se recomienda utilizar el estándar (líquido) de NO<sub>2</sub> 1000 ppm de Merck, el cual contiene 1000 mg NO<sub>2</sub> en 1000 ml, lo que es equivalente a 1 mg NO<sub>2</sub>/ml. En caso de no disponer de este estándar, la solución patrón se produce disolviendo 1.5 gramos NaNO<sub>2</sub> (grado analítico >99%) en 1 litro de agua destilada.
- **Solución estock:** 10 ml de la solución patrón se diluyen en 250 ml agua destilada, lo que da una concentración de 40 µg NO<sub>2</sub>/ml (= 40 ng NO<sub>2</sub>/µl). Proteger la solución de la luz y guardarla en refrigeración. La misma se mantiene estable por 90 días.
- **Preparar la curva de calibración:** 10, 20, 40 y 80 µl se combinan respectivamente con 4 ml del reactivo de color. 20 µl son iguales a 0.8 µg NO<sub>2</sub> por muestra.

#### Ejemplo

µl por 4 ml react. de color	µg NO <sub>2</sub> /4ml	nmoles NO <sub>2</sub> (en 4 ml)	absorbancia
10	0.4	8.7	<b>0.097</b>
20	0.8	17.4	<b>0.183</b>
40	1.6	34.8	<b>0.353</b>
80	3.2	69.6	<b>0.701</b>



### Análisis de la muestra

- Remueva la tapa, traslade las tres redes con una pinzeta a un tubo de ensayo y agregue 4 ml del reactivo de color. Tape el tubo de ensayo y agite. Deje pasar 15 minutos para que se desarrolle el color.
- Se lee la absorbancia de las soluciones de la curva de calibración y de las muestras a 540 nm utilizando un es-

pectrofotómetro, llevado a cero con una celda de referencia, conteniendo el blanco (agua destilada con la que se preparó la curva de calibración y el reactivo de color).

### ***Cálculo***

---

Del gráfico de calibración se obtienen los nanomoles de NO<sub>2</sub> colectados por el muestreador y luego la concentración de dióxido de nitrógeno en microgramos por metro cúbico aire (µg/m<sup>3</sup>).

$$\text{NO}_2 [\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{[\text{nanomoles}] \text{NO}_2 \bullet 46 \bullet 1000}{0.9047[\text{ml}/\text{min}] \bullet \text{horas} \bullet 60}$$

### ***Medidas de mantenimiento***

---

Es factible reutilizar los tubos pasivos, siempre y cuando se les dé una buena limpieza, la cual consiste en:

- Acido sulfúrico de cromo (1 x)
- Agua del grifo (3 x)
- Agua destilada (4 x)
- Secar durante 2 horas a 130 °C.

### ***Fechas de vencimiento***

---

Los reactivos utilizados para este análisis se conservan durante el período indicado abajo, si están protegidos de la luz y guardados en refrigeración:

- Reactivo de color: 30 días
- Solución estock para curva de calibración: 90 días

El tiempo de vida de los tubos blancos es de 6 meses antes de usarlos.

### ***Aseguramiento de calidad***

---

Los pasos del aseguramiento de calidad interno están descritos en el apartado 7.4.2, a partir de página 76.

## SOP 5.3.2

### Ozono (O<sub>3</sub>)

Método: Difusión pasiva

#### Equipos y Materiales

Solución portadora MBTH (3-metil-2-benzotiazolinona hidrazona hidroclicuro)	Passam AG, Suiza Fluka # 65875
Acido acético glacial	
Papel filtro de fibras de vidrio	Watman EPM 2000 < 18 MOhm
Agua destilada	
Tubos colector de polipropileno (diámetro interno 9 mm, largo 4.9 cm)	Passam AG, Suiza
Tubos de ensayo de 5 ml con tapa	
Cámara de secado (25 x 25 x 40 cm)	
Balanza analítica	
Espectrofotómetro UV-visible	

#### Preparación del tubo pasivo

- El filtro de fibras de vidrio se corta en tiras de 11 mm de ancho, las tiras se colocan en un recipiente plano y se mojan con la solución portadora.
- Las tiras cuelgan en una cámara de secado, luego se secan parcialmente durante 30 minutos bajo condiciones ambientales y se cortan en porciones de 10x11 mm.
- Estas porciones se colocan en la ranura del tubo colector, el cual después se cierra con los tapones.

#### Exposición de los tubos

Para cada campaña de medición se guardan tres tubos cerrados (blancos) en la refrigeradora y otros tres se exponen sin destaparlos en uno de los sitios (blancos de campo).

#### Preparación del reactivo de color

- Se pesan 200 mg de MBTH y se agregan 100 ml de ácido acético glacial al 75% (75 ml de ácido acético glacial y 25 ml de agua destilada).

- Se agita la solución y se coloca en un frasco de vidrio ámbar debidamente etiquetado.

#### Análisis de la muestra

- Los tubos quedan expuestos en el sitio de muestreo durante una semana, luego se transfieren al laboratorio.
- Se destapan los tubos colectores, con una pinza se transfiere el papel filtro a un tubo de ensayo de 5 mililitros.
- Se agregan al tubo de ensayo 2 ml del reactivo de color y luego se tapa.
- Los tubos de ensayo se agitan y luego se dejan durante media hora a la temperatura de ambiente, para que el color se desarrolle.
- Los tubos se agitan nuevamente y se dejan otros 20 minutos, luego se determina inmediatamente la absorbancia. *Se recomienda centrifugar los tubos de ensayo después de agitarlos por segunda vez, para garantizar la sedimentación de las fibras que con frecuencia se desprenden del papel filtro.*
- Se mide la absorción a 442 nm en un espectrofotómetro, llevado a cero con una celda de referencia, con agua destilada.

#### Cálculo

La concentración de ozono en microgramos por metro cúbico aire ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) se obtiene con la formula:

$$\text{O}_3 [\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{(\text{mAbs}_{\text{muestra}} - \text{mAbs}_{\text{blanco}})}{0.0255 \cdot t_{\text{muestreo}}}$$

Los parámetros requeridos son la miliabsorción (1000 veces el valor de la absorción) de la muestra ( $\text{mAbs}_{\text{muestra}}$ ) y del blanco ( $\text{mAbs}_{\text{blanco}}$ ), el tiempo de muestreo  $t_{\text{muestreo}}$  en horas y el factor empírico 0.0255. Este factor toma en cuenta la geometría colectora constante más la calibración con aparatos de medición.

¡Atención, se trata de una ecuación empírica, por lo cual NO es posible hacer una balance de las unidades!

### ***Medidas de mantenimiento***

---

Es factible reutilizar los tubos pasivos, siempre y cuando se les dé una buena limpieza, la cual consiste en:

- Acido sulfúrico de cromo (1 x)
- Agua del grifo (3 x)
- Agua destilada (4 x)
- Secar durante 2 horas a 130 °C.

### ***Fechas de vencimiento***

---

Los reactivos utilizados para este análisis se conservan durante el período indicado abajo, si están protegidos de la luz y guardados en refrigeración:

- Reactivo de color: 30 días

El tiempo de vida de los tubos blancos es de 6 meses antes de usarlos.

### ***Aseguramiento de calidad***

---

Los pasos del aseguramiento de calidad interno están descritos en el apartado 7.4.2, a partir de página 76.

---

## SOP 5.4.1

# Ozono (O<sub>3</sub>)

Método: Impinger

### Equipos y Materiales

KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>

Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>

Yoduro de potasio (KI)

Yodo resublimado

Tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Dicromato de potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)

Acido sulfúrico

Buretas de 25 ml y de 40 ml

Pipetas graduadas y volumétricas

Matraces aforados (10, 50, 100, 250 y 1000 ml)

Erlenmeyers

Vasos de precipitar

Tubos de ensayo

Balanza analítica

Espectrofotómetro ultravioleta

2 contenedores de vidrio para el muestreo

(capacidad 30 ml, graduados en intervalos de 5 ml)

Bomba programable para succión de aire

Soporte de acrílico para filtros (diámetro 4 cm)

### Preparación de solución absorbente

- Disolver 13.6 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, 14.2 g Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> (equivalentes: 35.8 g Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>•12H<sub>2</sub>O ó 13.8 g NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>•H<sub>2</sub>O) y 10 g de KI en secuencia y diluir a 1 litro. Producir la solución por lo menos un día antes de usarla.
- Medir pH y ajustarlo a 6.8 ± 0.2 con NaOH ó KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>.
- Esta solución de KI 1% en buffer de fosfato 0.1 M puede ser almacenada varios meses en una botella de vidrio ámbar sin que sufra deterioro. No debe exponerse a la luz del sol.

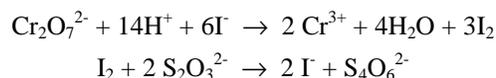
### Preparación de solución estándar de yodo

- Disolver 16 g KI y 3.175 g yodo resublimado sucesivamente y llevar a 500 ml con agua.

- Mantener la solución a temperatura ambiente por lo menos un día antes de usarla. Se debe estandarizar contra tiosulfato de sodio 0.025 M, justo antes de emplearla.

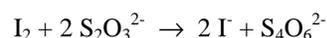
### Preparación de solución de tiosulfato de sodio

- Pesar 3.1022 g de tiosulfato de sodio y llevar a 500 ml con agua redestilada en un matraz aforado.
- Estandarización: Pesar 0.035 g dicromato de potasio y agregar 40 ml de una solución de KI (preparada con anterioridad: 10 g KI disolver en 200 ml agua redestilada). Agitar y adicionar 5 gotas de ácido sulfúrico 6 M.
- Valorar con la solución de tiosulfato de sodio hasta observar una disminución en el color de la solución. Agregar tres gotas de indicador de almidón (solución de almidón al 5%).
- Continuar la valoración hasta la desaparición del color azul, obteniéndose una solución verde claro. Calcular la concentración según:



### Estandarización de solución de yodo 0.025 M

- Tomar una alícuota exacta (> 10 ml) de solución de yodo y colocarla en erlenmeyer. Diluir con agua redestilada hasta 40 ml.
- Comenzar a valorar hasta una disminución en la coloración. Agregar 3 gotas de indicador de almidón y terminar la valoración al momento de desaparecer la coloración azul y quedar una solución transparente. Calcular la concentración según:



### Preparación de solución de yodo 0.001 M

- Pipetear exactamente 2 ml de la solución estándar de yodo (0.025 M) en un matraz volumétrico de 50 ml, completar el volumen con solución absorbente de KI.
- La solución obtenida contiene 0.001 M de yodo, equivalente a 19.57 µl ozono/ml. Proteger contra la luz, descartar después de usar la solución.

### Solución de yodo para calibración

---

Para preparar la curva de calibración, se diluye 1 ml de la solución de yodo (0.001 M) con solución absorbente en un matraz aforado de 100 ml, justo antes de emplearla. La concentración final de esta solución equivale a 0.2 µl de ozono por cada ml de solución.

### Procedimiento de muestreo

---

- Ensamblar el sistema de muestreo, el cual consiste en los impingers y la bomba.
- Pipetear exactamente 10 ml de solución absorbente dentro de cada impinger.
- Se muestrea con flujo de 2 l/min durante 30 minutos. Flujo y tiempo de muestreo pueden ajustarse para obtener una concentración suficiente de oxidante en la solución absorbente (entre 0.2 – 1.8 µl/10 ml de solución).
- Calcular el volumen total de aire muestreado, registrar temperatura del aire y presión atmosférica. No exponer el reactivo absorbente a luz natural directa.
- Medición del color: en caso de evaporación agregar agua destilada para llevar el volumen a 10 ml. Entre 30 y 60 minutos después de la recolección de las muestras, se leen las absorbancias en el espectrofotómetro, a una longitud de onda de 352 nm, empleando agua destilada como referencia.

### Calibración y estandarización

---

- Las soluciones para la calibración se preparan en volúmenes de 10 ml, para facilitar los cálculos.
- Se preparan estándares en un rango de 0 – 1.8 µl de ozono, equivalente por cada 10 ml de solución. Estos estándares se preparan individualmente añadiendo 0, 1, 3, 5, 7 y 9 ml de solución de yodo para calibración, en matraces aforados de 10 ml. Cada matraz debe aforarse con solución absorbente.
- Leer la absorbancia de cada una de las soluciones para calibración, como se describió anteriormente.
- Graficar las absorbancias obtenidas contra las concentraciones de ozono en µl/10 ml de solución absorbente. La gráfica sigue la Ley de Beer. Trace la mejor línea recta ajustando por regresión lineal. No debe extrapolarse por encima de la concentración más alta, ni por debajo de la concentración más baja.

### Cálculo

---

Las condiciones estándar son asumidas como 101.3 kPa (1 atm) y 25 °C, donde el volumen molar de un gas es de 24.47 litros. Las correcciones en el volumen molar son pequeñas y pueden omitirse; sin embargo, para mediciones de mayor precisión, el volumen molar puede calcularse bajo las condiciones reales por medio de la Ley de los Gases Ideales.

Anotar el volumen de muestra colectado (en litros). La cantidad total de µl de O<sub>3</sub>/10 ml de solución absorbente se lee directamente de la curva de calibración. La concentración de ozono en la fase gaseosa [µl/l o ppm] puede expresarse por:

$$\text{Ozono [ppm]} = \frac{\mu\text{l totales de O}_3 \text{ por 10 ml}}{V_{\text{muestra}} \text{ [litros]}}$$

La concentración de ozono en µg/m<sup>3</sup> (a presión y temperatura estándar) se obtiene a partir de su valor en ppm, con la siguiente fórmula:

$$\text{Ozono } [\mu\text{g}/\text{m}^3] = 10^3 \cdot \frac{\text{Ozono [ppm]} \cdot 48}{24.47}$$

---

## SOP 5.4.2

# Monóxido de carbono (CO)

Método: Sensor Dräger

**Concentración conocida:** Es el mismo procedimiento descrito para el punto cero, con la única diferencia que al final se ingresa la concentración conocida de CO del gas de calibración (en ppm) por medio del teclado y se apreta ENTER.

### Equipos y Materiales

Muestrador manual Dräger

Programa de instalación y lectura del Dräger

Interface para descargar la información

Programa Excel

### Aplicación del sensor

---

- Cargar la batería (NiCd) dura hasta 20 horas. El muestreador puede, sin sufrir ningún daño, estar conectado siempre al alternador. La energía cargada con uso continuo dura aproximadamente 48 horas.
- El muestreador Dräger está diseñado para realizar muestreos continuos de 8 horas, razón por la cual se debe detener el muestreo antes de que se sobrepase este límite, ya que de lo contrario el sensor automáticamente borrará dicha información para iniciar otro período de muestreo de 8 horas.
- Para la lectura de la información recolectada, el sensor debe ser conectado al interface para la descarga, el cual estará conectado a la computadora.
- Al final de la descarga proceda a archivar los datos y a borrar la información guardada en el sensor, para iniciar una nueva medición.

### Calibración del sensor

---

La necesidad de calibrar el sensor Dräger depende de la frecuencia de su uso. Se recomienda calibrarlo por lo menos cada tres meses con gases que contienen una concentración conocida de monóxido de carbono (CO).

**Punto cero:** Encender el sensor y conectar un cilindro con gas libre de CO a la membrana del sensor. Se recomienda un flujo de  $0.6 \pm 0.1$  litros/minuto. Esperar hasta que se establezca la lectura (máximo 3 min.), ingresar 0 ppm por medio del teclado y apretar ENTER. Desconectar el cilindro de gas de calibración.



---

## SOP 5.5.1

# Monóxido de carbono (CO)

Método: Analizador API 300

### Equipos y Materiales

Analizador automático API Modelo 300  
 Computadora portátil  
 (con programa APICOM instalado)

Manguera de teflon  
 Cilindros de gas de calibración:  
 10 ppm y 40 ppm CO en N<sub>2</sub> respectivamente  
 Trampa de agua  
 Bolsa de teflon (Volumen mínimo: 25 litros)  
 Cable RS-232

### Instalación del equipo

---

Para la instalación del equipo se tienen que considerar las condiciones ambientales, tal como son:

- Operación del equipo es permitida dentro del rango de temperatura de +5 hasta +40 °C.
- Para la operación, el analizador necesita estar protegido muy bien contra lluvia y humedad. Es indispensable colocar una trampa de agua entre la toma de aire y el analizador, para evitar problemas por condensación de vapor de agua a raíz de grandes diferencias de temperatura entre el aire exterior y el aire interior (¡aire acondicionado!).
- La toma de aire debería de estar hecha con un material inerte como vidrio o teflon.
  - Analizador forma parte de una estación automática: un “manifold” de vidrio o teflon provee todos los analizadores colocados dentro de la caseta con aire exterior.
  - Monitoreo con un solo analizador: el analizador jala el aire a través de una manguera de teflon.
- Atención: el detector del analizador API 300 es sensible para radiación electrónica (celulares, computadoras portátiles).

### Operación

---

Además de la instalación del analizador dentro de una edificación o una caseta de medición como descrito en el apartado anterior, es también posible tomar muestras de aire con bolsas de teflon y llevarlas para el posterior análisis al laboratorio.

Esta técnica requiere de una simple bomba que jala la muestra de aire hacia la bolsa de teflon con un volumen de por lo menos 25 litros. En el laboratorio, se conecta la bolsa a la entrada de muestra del analizador. Para garantizar un flujo regular hacia el equipo, se recomienda apretar la bolsa suavemente (atención: demasiado presión daña el equipo).

### Mantenimiento

---

La parte del analizador que se debe de cambiar con más frecuencia es el filtro de partículas. Dependiendo del uso de equipo, este cambio puede ser necesario hasta cada dos semanas.

Cada año hay que cambiar las diafragmas de la bomba entera del analizador. Para prevenir daños mayores, es necesario calibrar al equipo con frecuencia (véase apartado posterior).

En caso de daños mayores puede ser necesario una revisión completa del analizador en la fábrica de API en San Diego, California.

### Calibración

---

Se recomienda efectuar mensualmente una calibración dinámica del analizador. Considerando que el rango completo de medición del equipo es 50 ppm, es factible calibrar a 20% y a 80% de esta concentración, o sea con dos cilindros de gas de calibración de 10 ppm y de 40 ppm CO en nitrógeno respectivamente.

En ambos casos, se conecta el cilindro de gas de calibración a la entrada de muestra del analizador. Es importante esperar durante un período de estabilización de 20 minutos o hasta que el parámetro de estabilidad en la pantalla esté debajo de 1.00.

Luego hay que apretar CAL\_CONC, ingresar por medio del teclado 10 y apretar ENTER. El paso de calibración finaliza apretando CAL\_SPAN y ENTER, luego se repite el procedimiento con el cilindro de 40 ppm. Después de estos dos pasos, el analizador está calibrado.

## *Transferencia de datos*

---

La información almacenada se puede bajar del analizador por medio del software APICOM, siempre y cuando el equipo esté equipado con la tarjeta AMX. Detalles están descritos en el manual de APICOM [11].

La instalación de APICOM en cualquier computadora portátil (o de escritorio) es fácil. Para la comunicación con el analizador se necesita el cable RS-232, y una vez conectado exitosamente la computadora con el analizador, la vista frontal del analizador aparece en la pantalla de la computadora.

El software APICOM hace posible la manipulación del analizador desde la computadora y facilita la transferencia de datos del equipo al programa Excel en la computadora.

---

## SOP 5.5.2

### Ozono (O<sub>3</sub>)

Método: Analizador API 400A

#### Equipos y Materiales

Analizador automático                      API Modelo 400A  
 Computadora portátil  
 (con programa APICOM instalado)

Manguera de teflon  
 Trampa de agua  
 Cable RS-232

#### Instalación del equipo

---

Para la instalación del equipo se tienen que considerar las condiciones ambientales, tal como son:

- Operación del equipo es permitida dentro del rango de temperatura de +5 hasta +40 °C.
- Para la operación, el analizador necesita estar protegido muy bien contra lluvia y humedad. Es indispensable colocar una trampa de agua entre la toma de aire y el analizador, para evitar problemas por condensación de vapor de agua a raíz de grandes diferencias de temperatura entre el aire exterior y el aire interior (¡aire acondicionado!).
- La toma de aire debería de estar hecha con un material inerte como vidrio o teflon.
  - Analizador forma parte de una estación automática: un “manifold” de vidrio o teflon provee todos los analizadores colocados dentro de la caseta con aire exterior.
  - Monitoreo con un solo analizador: el analizador jala el aire a través de una manguera de teflon.

#### Operación

---

El analizador se instala dentro de una edificación o una caseta de medición como descrito en el apartado anterior, jalando el aire exterior a través de una manguera de teflon.

#### Mantenimiento

---

La parte del analizador que se debe de cambiar con más frecuencia es el filtro de partículas. Dependiendo del uso de equipo, este cambio puede ser necesario hasta cada dos semanas. ¡Cuidado con el cambio del filtro: jamás tocarlo con las manos, solamente con guantes!

Las diafragmas de la bomba intera del analizador hay que cambiarlas cada año.

El analizador 400A contiene un scrubber de ozono, cuya tarea es destruir ozono y producir de tal forma una aire libre de ozono que es necesario como referencia interna del equipo. Dicho scrubber contiene MnO<sub>2</sub> y tiene una vida útil de ± 2 años.

Es recomendable chequear mensualmente el flujo de la muestra, el cual depende de la presión atmosférica del lugar. Ejemplos: San Diego (nivel del mar) ≈ 800 cc/min, Heredia (1100 m.s.m.) ≈ 710 cc/min.

En caso de daños mayores puede ser necesario una revisión completa del analizador en la fábrica de API en San Diego, California.

#### Calibración

---

Se recomienda efectuar mensualmente una calibración con las partes internas del analizador, como son la lámpara y el scrubber de ozono. Se trabaja con la opción CALZ, para detalles véase manual del equipo [10].

#### Transferencia de datos

---

La información almacenada se puede bajar del analizador por medio del software APICOM, siempre y cuando el equipo esté equipado con la tarjeta AMX. Detalles están descritos en el manual de APICOM [11].

La instalación de APICOM en cualquier computadora portátil (o de escritorio) es fácil. Para la comunicación con el analizador se necesita el cable RS-232, y una vez conectado exitosamente la computadora con el analizador, la vista frontal del analizador aparece en la pantalla de la computadora.

El software APICOM hace posible la manipulación del analizador desde la computadora y facilita la transferencia de datos del equipo al programa Excel en la computadora.



## **6. Incertidumbre de los datos**

### **6.1 Introducción**

Existen varias maneras de calcular la incertidumbre de los datos obtenidos por un cierto método, cuyos resultados pueden variar levemente de acuerdo a los parámetros de entrada considerados. Por lo tanto es importante declarar de forma transparente como se obtuvo la incertidumbre estipulada.

Cabe destacar que según las últimas directivas (GUM – Guide for the Expression in Measurement Evaluation) ya no se hace la distinción entre incertidumbres sistemáticas y aleatorias, sino que se genera un catálogo de incertidumbres.

### **6.2 Procedimiento general**

El primer paso del cálculo de la incertidumbre es definir una relación matemática entre la medición y los parámetros de entrada. Se estiman los valores para estos parámetros de entrada y se determina la incertidumbre para cada uno.

El catálogo de incertidumbres contiene todos los elementos de entrada, cuantificando su incertidumbre o mediante la determinación de la desviación estándar (tipo A) o mediante una estimación razonable (tipo B). Es importante tomar en cuenta posibles correlaciones, para evitar contar doble la misma incertidumbre.

Como muestra gráfico 19 en la siguiente página, las incertidumbres individuales luego se combinan para formar la incertidumbre combinada. Esta finalmente está expandida mediante un factor de cobertura, para expresar la incertidumbre a un nivel definido de confianza (normalmente 95%).

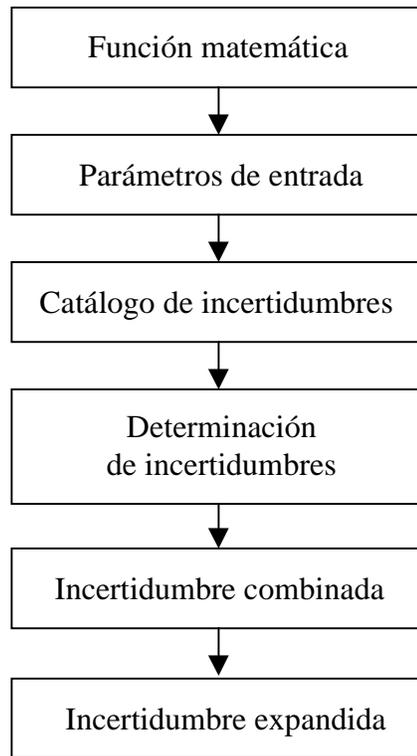


Gráfico 19: Los diferentes pasos del cálculo de la incertidumbre

## 6.3 Cálculo de incertidumbre

### 6.3.1 Difusión pasiva

Para calcular la incertidumbre de la medición con tubos pasivos, se parte de la siguiente función matemática:

$$\text{Concentración } [\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{m_d - m_b}{\text{TR} \cdot t}$$

*en la que*

$m_d$ :	Masa de la sustancia desorbida ( $\mu\text{g}$ )
$m_b$ :	Blanco ( $\mu\text{g}$ )
TR :	Tasa de recolección difusiva (ml/min)
t :	Tiempo de exposición (min)

A partir de la función matemática se definen los parámetros de entrada y sus respectivas incertidumbres (abreviación u, por su sigla en inglés):

- $u_{md}$  : La determinación analítica de la masa de la sustancia desorbida. La incertidumbre estándar se puede caracterizar mediante la desviación estándar de la función de calibración.
- $u_{mb}$  : La variación de los blancos se tiene que sumar a  $u_{md}$  en términos absolutos.
- $u_{TR}$  : La variación de este parámetro está dada por repetidos experimentos de verificación en atmósferas estándares.
- $u_t$  : Este parámetro se debe considerar únicamente si el tiempo de exposición es menor a una semana.

Se debe introducir un parámetro adicional, el cual cubre la incertidumbre de mediciones repetidas, factores micro-ambientales, la variación de la geometría de los tubos pasivos etc.

- $u_p$  : Este parámetro está determinado por la triple exposición (tres tubos en un sitio).
- $u_{ext}$  : Este parámetro se tiene que tomar en cuenta en caso de exposición del dispositivo en condiciones extremas. El parámetro se tiene que estimar.

Los parámetros de entrada forma luego el catálogo de incertidumbres:

Fuentes de incertidumbre	Aporte a incertidumbre
<b>Tasa de recolección difusiva</b>	<b><math>u_{TR}</math></b>
Pérdida de peso del tubo de permeación	X
Medición del flujo	X
Absorción en paredes de la cámara	X
Repetibilidad	XXX
<b>Toma de muestra</b>	<b><math>u_P</math></b>
Largo del tubo	X
Volumen del tubo	X
Precisión de la medición	XX
<b>Análisis en laboratorio</b>	<b><math>u_{md}</math></b>
Función de calibración	XXX
Reactivos básicos	X
Cristalería, jeringas, pipetas	X
Aparatos analíticos	X
Operador	
Balanza	X
Reproducibilidad	X
<b>Blancos</b>	<b><math>u_{mb}</math></b>
Blancos de laboratorio	X
Blancos de campo	X
Durabilidad de la muestra almacenada	X
Tiempo de vida de dispositivo pasivo	X
<b>Tiempo de exposición</b>	<b><math>u_t</math></b>
Toma de tiempo	X
<b>Influencias externas</b>	<b><math>u_{ext}</math></b>
Temperatura	X
Humedad	X
Velocidad de viento	XX
Interferencias	

Tabla 5: Catálogo de incertidumbres para la medición de la calidad del aire mediante tubos pasivos. Significancias: (X)  $u < 1\%$ ; (XX)  $1 < u < 5\%$ ; (XXX)  $u > 5\%$ .

Un buen estimado para la incertidumbre proveniente de la tasa de recolección y para la exactitud de la función analítica se obtiene por medio del análisis de muestras preparadas: tubos pasivos que fueron expuestos a atmósferas artificiales con una temperatura de 20 – 22° Celsius y 40 – 50% humedad relativa.

La atmósfera artificial se genera por medio de tubos de permeación, cuya disminución del peso se determina mediante una balanza analítica. El flujo del aire se mide con un flujómetro (véase gráfico 20).

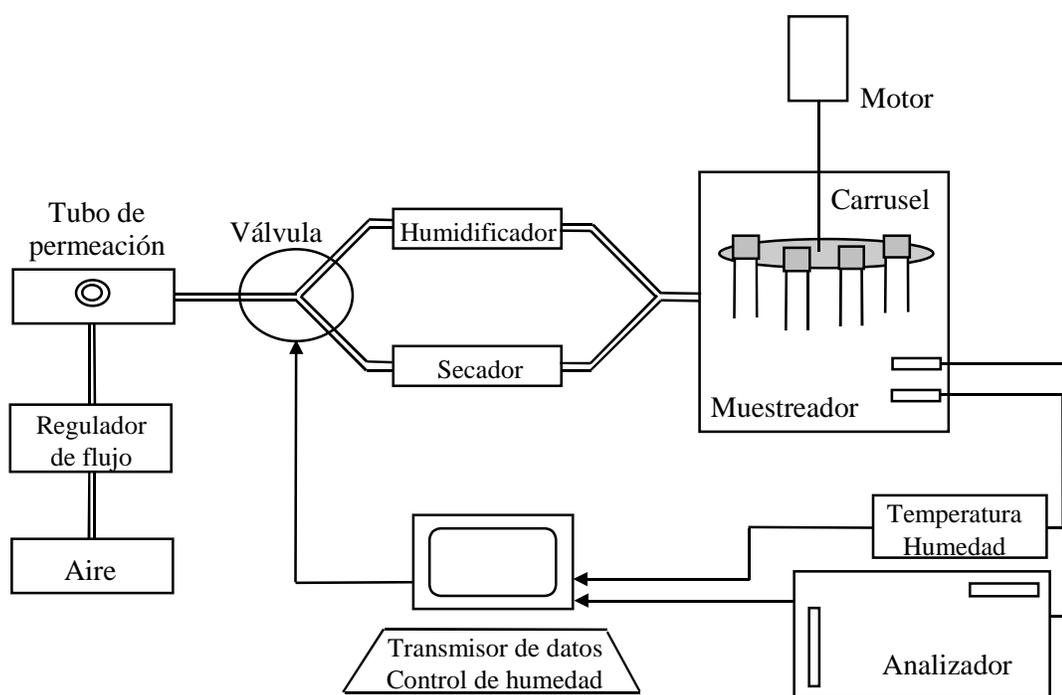


Gráfico 20: Sistema experimental para generar una atmósfera artificial

La inexactitud de la concentración del gas generado en la atmósfera artificial es menor a 4% para dióxido de nitrógeno (NO<sub>2</sub>), dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>) y benceno (véase gráfico 21). Ozono como gas reactivo se cuantifica con un analizador UV automático aprobado. La inexactitud de todo el sistema de medición con tubos pasivos se estima en menor de 10%.

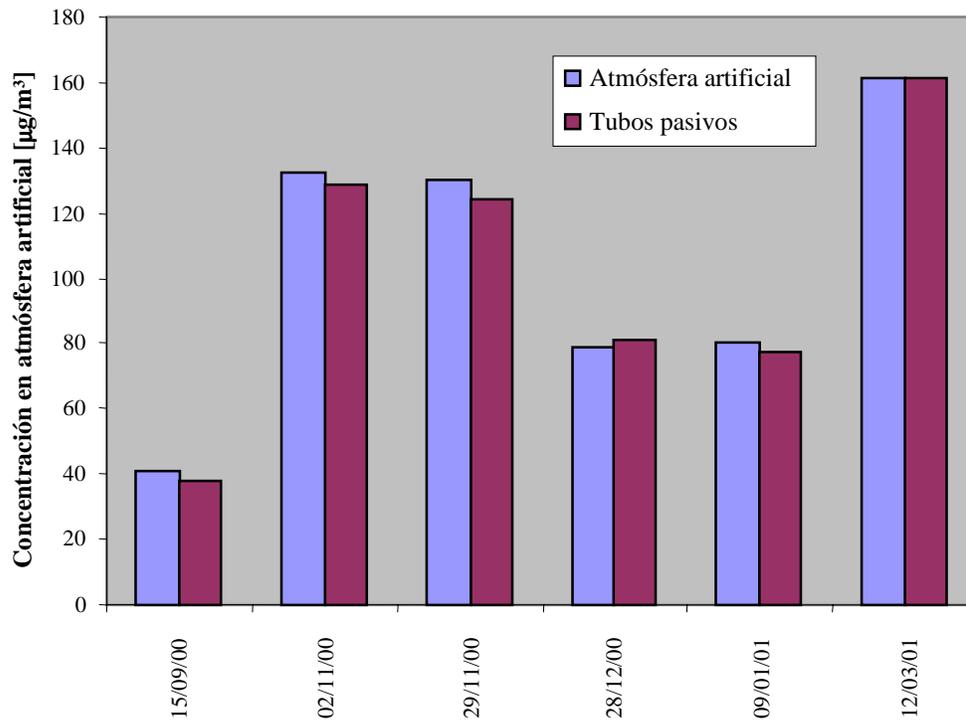


Gráfico 21: Exposición de tubos pasivos de NO<sub>2</sub> en una atmósfera artificial con una concentración conocida

Una vez obtenido el catálogo de incertidumbres (véase tabla 5), se puede calcular la incertidumbre combinada  $U_k$  y posteriormente – aplicando el valor 2 como factor de cobertura – también la incertidumbre expandida  $U_e$ .

$$U_k = \sqrt{u_{TR}^2 + u_{md}^2 + u_{mb}^2 + u_P^2 + u_t^2 + u_{ext}^2}$$

$$U_e = 2 \cdot \sqrt{u_{TR}^2 + u_{md}^2 + u_{mb}^2 + u_P^2 + u_t^2 + u_{ext}^2}$$

El cálculo de las incertidumbres expandidas para varios tubos pasivos da los resultados expuestos en tabla 6.

Contaminante	Rango de concentración [ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ]	Incertidumbre expandida
NO <sub>2</sub>	< 40	20%
	> 40	19%
O <sub>3</sub>	10	40%
	> 80	18%
SO <sub>2</sub>	< 10	56%
	> 20	29%

Tabla 6: Incertidumbres expandidas para los tubos pasivos de Passam S.A.

Es de considerar que la incertidumbre depende de la exactitud del trabajo tanto en el laboratorio como en el campo, y por lo tanto puede variar de un año al otro y de un estudio al otro.

### 6.3.2 Métodos activos

La incertidumbre de los resultados obtenidos para partículas totales suspendidas (TSP) y partículas menores a 10 micras (PM<sub>10</sub>) mediante métodos activos consiste en incertidumbres provenientes de la determinación del peso del filtro, de la medición del flujo de la bomba y de la impacción de las partículas.

La incertidumbre proveniente de la determinación del peso del filtro – el aporte de la balanza – es relativamente fácil a determinar: se pesa el mismo filtro tres veces. La desviación estándar de los tres valores equivale a la incertidumbre  $u_{\text{bal}}$ .

Muchos de los equipos en uso para la determinación de las partículas totales (TSP) carecen de un medidor continuo de flujo. Sin embargo se observa una diferencia considerable entre el flujo inicial ( $Q_{\text{inicio}}$ ) y final ( $Q_{\text{final}}$ ) de una medición de 24 horas, ya que una parte de los poros del filtro queda tapada por la masa de partículas, lo que lleva a un aumento de la resistencia del mismo.

La disminución no lineal del flujo se aproxima utilizando el promedio entre  $Q_{\text{inicio}}$  y  $Q_{\text{final}}$ , al calcular la concentración de partículas TSP. Esta aproximación causa una incertidumbre  $u_{\text{fl}}$ , la cual está estimada en 10% por Hangartner [7].

En el caso del dispositivo utilizado para determinar las partículas  $PM_{10}$ , no es la bomba sino que el orificio crítico que determina el flujo a través del filtro. La incertidumbre  $u_{\text{fl}}$  proveniente del orificio crítico se cuantifica mediante mediciones mensuales con un flujómetro, alimentando una tabla de control. Esta tabla documenta la variación del flujo con el tiempo y por ende es una herramienta importante para determinar la incertidumbre  $u_{\text{fl}}$ , equivalente a la desviación estándar de las mediciones mensuales. La incertidumbre  $u_{\text{fm}}$  de los flujómetros “Wohlgroth” utilizados en los laboratorios fue determinada en 2% [7].

Las incertidumbres expandidas para los métodos activos descritos en este manual se calculan entonces de la siguiente forma:

$$\text{Partículas TSP:} \quad U_e = 2 \cdot \sqrt{u_{\text{bal}}^2 + u_{\text{fl}}^2} = 2 \cdot \sqrt{u_{\text{bal}}^2 + (0.1)^2}$$

$$\text{Partículas } PM_{10}: \quad U_e = 2 \cdot \sqrt{u_{\text{bal}}^2 + u_{\text{fl}}^2 + u_{\text{fm}}^2} = 2 \cdot \sqrt{u_{\text{bal}}^2 + u_{\text{fl}}^2 + (0.02)^2}$$

### 6.3.3 Analizadores automáticos

Las empresas que fabrican los analizadores automáticos suelen publicar en el manual de operación un valor para la precisión del equipo. En el caso de las redes de monitoreo apoyadas por Aire Puro, se asume una precisión de 0.5% de la lectura para los analizadores M 300 y M 400A, mientras que para el FH 62 I-N se especifican para un flujo de  $1 \text{ m}^3/\text{hora}$  una incertidumbre de  $\pm 30 \text{ } \mu\text{g}/\text{m}^3$  (para 30 minutos) y  $\pm 10 \text{ } \mu\text{g}/\text{m}^3$  (para 1 hora) respectivamente.

Una manera directa de determinar la precisión de un analizador automático es la lectura múltiple durante un período durante el cual está conectado al gas de calibración. La exactitud se logra determinar mediante la manipulación del potenciómetro.



## 7. Aseguramiento de calidad

### 7.1 Generalidades

El aseguramiento de calidad se refiere al manejo del proceso completo que lleva a una calidad definida de los datos producidos, mientras que el control de calidad consiste en las actividades que se llevan a cabo para obtener la exactitud y la precisión deseada de las mediciones. De especial interés son los siguientes criterios de calidad para datos ambientales:

- **Representatividad**      Que la muestra de contaminación sea típica con respecto a las condiciones, al período y a la localidad para la cual se obtiene el dato. La representatividad está fuertemente relacionada al diseño de la red y la selección de los sitios (véase apartado 3.2).
- **Exactitud**              Que tan cerca llega el valor de la medición al valor real o de referencia.
- **Precisión**              Reproducibilidad del dato.
- **Totalidad**              La cantidad de datos válidos obtenidos como fracción de lo que se tenía planificado a obtener.

### 7.2 Manejo de calidad

El primer paso de un sistema de manejo de calidad es la definición de un objetivo de calidad que se pretende alcanzar. Eso incluye indicadores de calidad como son la incertidumbre combinada o expandida, la responsabilidad del personal etc.

El segundo paso es definir como se debe de alcanzar el objetivo, por ejemplo a través de procedimientos de operación estándar (SOP, por sus siglas en inglés), la calibración regular de los equipos comprobada con estándares nacionales o internacionales, un programa de mantenimiento para los equipos y el entrenamiento del personal.

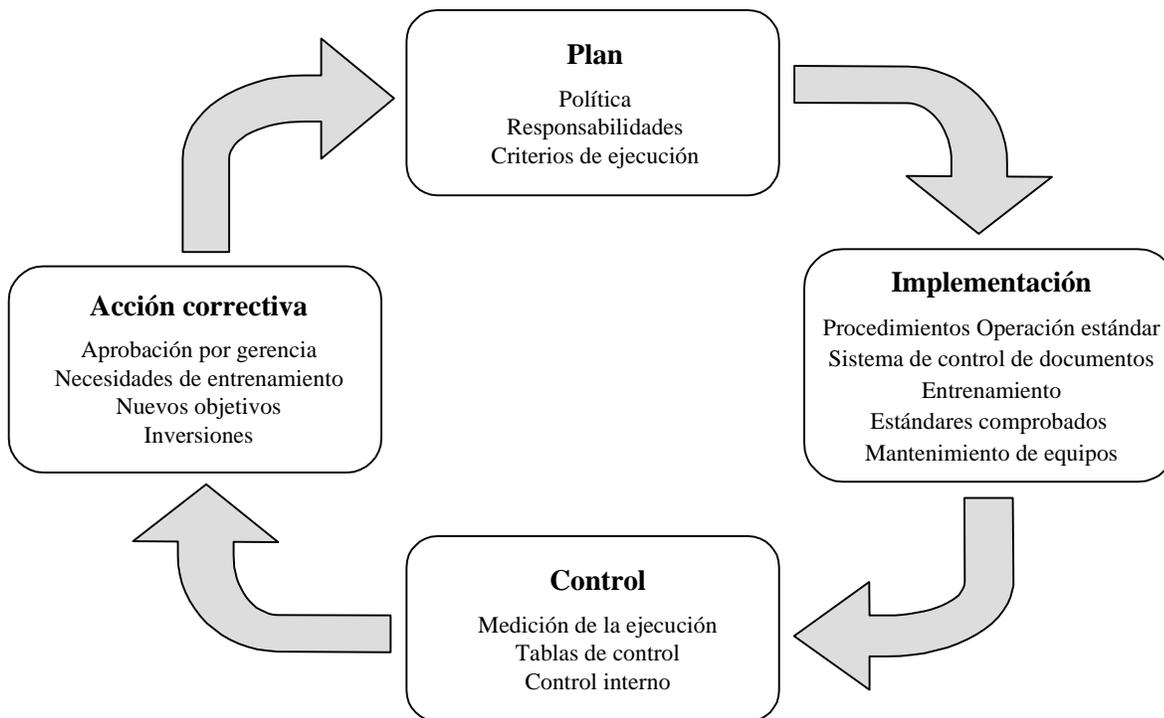


Gráfico 22: Los cuatro pasos de un sistema de manejo de calidad

El tercer paso incluye la evaluación de los registros de calidad, tal como son las tablas de control, el control interno de los procedimientos, etc. Como cuarto y último paso, se reportan los resultados y se discuten con la gerencia y el personal. Se planean acciones correctivas y nuevos objetivos, definiendo la necesidad de entrenamiento del personal y de fondos a invertir para lograr los nuevos objetivos.

### 7.3 Aseguramiento de calidad en el programa Aire Puro

El sistema de aseguramiento interno de calidad del proyecto Monitoreo del Aire dentro del programa Aire Puro tiene como base los procedimientos de operación estándar (SOP) para todos los métodos en uso. El aseguramiento interno continuo por el personal técnico de cada laboratorio y las visitas semestrales de control interno por parte de Swisscontact se concentran en el control de indicadores clave para cada método.

Método	Indicador de calidad	Criterio	Período
TSP	Chequeo de balanza con peso conocido	** 0.5%	6 meses
PM <sub>10</sub>	Chequeo de balanza con peso conocido	** 0.5%	6 meses
	Flujo de orificio crítico	* 5%	mensual
	Mediciones paralelas de 2 equipos	$\Delta < 10\%$	anual
NO <sub>2</sub> (tubo pasivo)	Tubos expuestos reproducibles	* 15%	6 meses
	Precisión de 3 tubos paralelos	** 10%	mensual
	Absorbancia del blanco	$< 0.02$	mensual
O <sub>3</sub> (tubo pasivo)	Tubos expuestos reproducibles	* 15%	6 meses
	Precisión de 3 tubos paralelos	** 10%	mensual
	Absorbancia del blanco	$< 0.15$	mensual
Analizador O <sub>3</sub>	Concordancia de 2 equipos paralelos	$\Delta < 5\%$	anual
Analizador CO	Medición de gas de calibración	* 10%	3 meses

*Tabla 7:* Criterios de calidad para indicadores clave  
(\* diferencia de valor conocido; \*\* desviación estándar)

La versión original del manual de laboratorio que incluye los SOP está ubicado en la oficina regional de Swisscontact, la cual es responsable para la actualización del documento. Cada laboratorio contraparte tiene a disposición una copia actualizada y válida.

Cada laboratorio lleva un registro de los indicadores claves de calidad (véase tabla 7), el cual para mejor visibilidad contiene también las tablas de control. Cada seis meses, Swisscontact lleva a cabo un control interno (dentro del programa Aire Puro), cuyos

resultados y conclusiones son posteriormente presentados a cada laboratorio en forma de un breve informe.

Procedimiento	Indicador de calidad	Realización		
		no	incompleto	bien
Responsabilidad	Transferencia de conocimientos a personal			
Tablas de control	Tendencia, valoración de picos			
Cumplimiento del manual	Versión actual, correcciones			
Mantenimiento de equipos	Documentos de mantenimiento interno/externo			
Sustancias químicas	Almacenaje, identificación			
Procesamiento de datos	Cálculos, credibilidad			
Proceso de toma de muestra	Procedimientos en el sitio			
Registro de laboratorio	En uso			

Tabla 8: Criterios cualitativos para el control externo

Los criterios cualitativos como aquellos mencionados en tabla 8 también forman parte del control efectuado durante las visitas semestrales. Las reuniones semestrales entre los encargados de los diferentes laboratorios, a veces enriquecidas por entrenamientos específicos, forman parte del proceso de capacitación continua.

#### 7.4 Procedimientos específicos de control de calidad

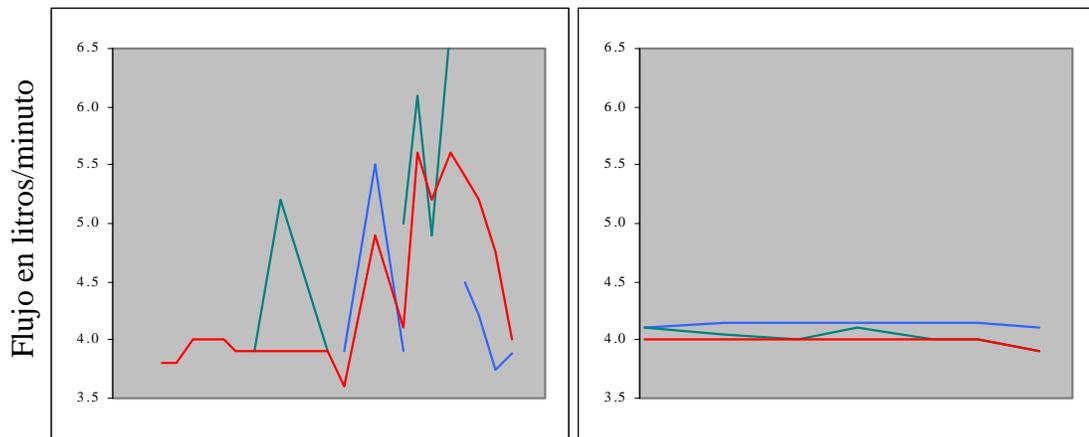
Los indicadores claves de calidad mencionados en la tabla 7 son sujeto tanto del aseguramiento interno continuo por el personal técnico de cada laboratorio como de la visita semestral de control interno por parte de Swisscontact.

### 7.4.1 Métodos activos

Las balanzas analíticas juegan un papel clave en la determinación de la concentración de las partículas en el aire, ya que los filtros utilizados se pesan antes y después de su exposición.

El control de las balanzas se hace semestralmente mediante dos tornillos inoxidables de diferentes tamaños, cuyo peso se determina tres veces. La desviación estándar de estos tres valores representa la precisión de la balanza, el promedio – comparado con el resultado obtenido en el laboratorio de referencia – su exactitud. Una diferencia del peso promedio superior a 0.5% con respecto al laboratorio de referencia hace necesario un chequeo por parte de la empresa proveedora.

El frecuente chequeo del flujo de los orificios críticos es una actividad importante para garantizar la buena calidad de las mediciones de partículas PM<sub>10</sub>. Los resultados de los chequeos deben estar anotados en un registro, el cual está periódicamente controlado por el coordinador del laboratorio. De esta forma se detecta la necesidad de limpiar el orificio crítico o la necesidad de remplazarlo, pero también errores sistemáticos cometidos por los técnicos de laboratorio.



*Gráfico 23:* Ejemplos de tablas de control del flujo de orificios críticos (3 orificios por laboratorio = tres diferentes colores) durante un semestre. Se nota la gran variabilidad de los flujos en la segunda parte del semestre en el laboratorio A (izquierda), mientras que B muestra flujos constantes.

Las dos tablas de control del gráfico 23 muestran que la existencia de un registro de chequeos de flujos o de tablas de control todavía no vela por la buena calidad de los datos. El coordinador del laboratorio tiene que controlar periódicamente el registro. Para tener un criterio, se parte de un margen de tolerancia. Cada medición de flujo que esté fuera de dicho margen tiene que llevar a una revisión metódica del equipo (todas las partes del equipo, inclusive conexiones) y eventualmente a acciones correctivas: limpieza profunda del orificio crítico o hasta su reemplazo, pero también una mejor instrucción o la supervisión más estricta del técnico por parte del coordinador.

***El margen de tolerancia está definido por el flujo real (4 litros/minuto)  $\pm$  5%. Toda medición de flujo inferior a 3.80 litros/minuto o superior a 4.20 litros/minuto requiere una revisión metódica del equipo.***

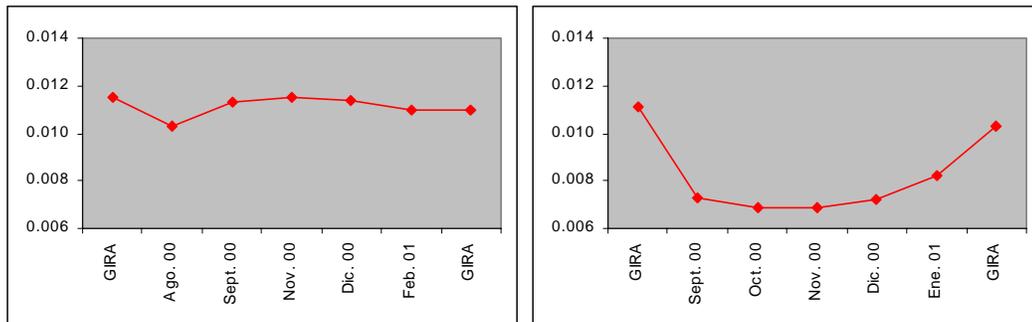
#### **7.4.2 Métodos pasivos**

Los métodos pasivos utilizados para la determinación del dióxido de nitrógeno (NO<sub>2</sub>) y del ozono (O<sub>3</sub>) se distinguen en un punto importante: en el caso del NO<sub>2</sub> se trabaja con una curva de calibración, la concentración de O<sub>3</sub> se calcula por una ecuación empírica. Un primer criterio para garantizar la calidad de los resultados – tanto para NO<sub>2</sub> como O<sub>3</sub> – es la utilización de reactivos que no hayan pasado su fecha de vencimiento (véase SOP 5.3.1 y 5.3.2 respectivamente).

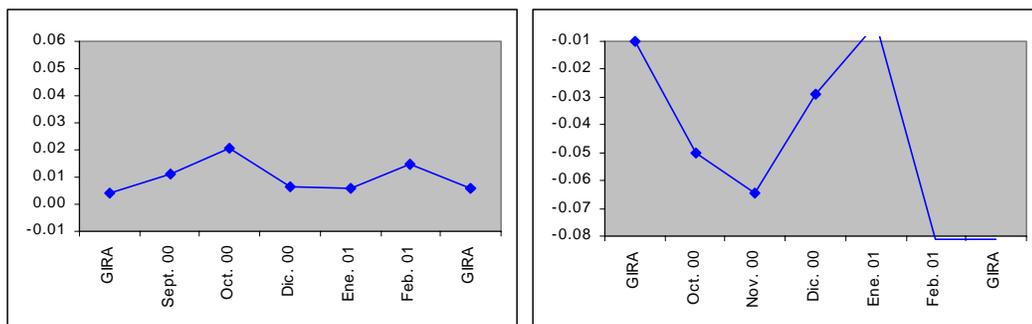
Otra medida para garantizar valores reales de NO<sub>2</sub> y de O<sub>3</sub> es la exposición paralela de tres tubos en el mismo sitio. El criterio de calidad (véase tabla 7) es que la desviación de la serie de tres valores no sea superior a 10% del valor promedio. En caso de superar este criterio, se debe eliminar el valor disparado (con absorbancia muy baja o muy alta) de la serie.

7.4.2.1 Aseguramiento interno de calidad: tubos pasivos de NO<sub>2</sub>

La curva de calibración juega un papel decisivo en la determinación de NO<sub>2</sub>. Se recomienda medir mensualmente (junto a las muestras a analizar) una curva de calibración, cuya pendiente e intercepto estén anotados en un registro. Dicho registro – de preferencia computarizado – es sujeto al control periódico del coordinador de laboratorio.



**Gráfico 24:** Tablas de control de la pendiente de la curva de calibración durante un semestre, de una evaluación externa (GIRA) a la próxima. Se notan pendientes constantes en el laboratorio A (izquierda), mientras que B demuestra pendientes muy bajas entre Septiembre y Enero. Estas se debían a la producción equivocada de la solución patrón – los cálculos se hicieron mediante la curva del laboratorio de referencia (véase SOP 5.3.1).



**Gráfico 25:** Tablas de control del intercepto de la curva de calibración durante un semestre. Se notan pequeñas diferencias entre los meses en el laboratorio A (izquierda), mientras que la variabilidad del intercepto es muy grande en el caso de B.

Existe un margen de tolerancia tanto para el intercepto como para la pendiente de la curva de calibración. Al salir una curva de estos márgenes, es importante el análisis de posibles fuentes de errores: la preparación equivocada de los reactivos afecta principalmente la pendiente, mientras que errores en la utilización de buretas y pipetas automáticas alteran tanto la pendiente como el intercepto.

Las concentraciones de  $\text{NO}_2$  inferiores a  $30 \mu\text{g}/\text{m}^3$  son muy sensibles al intercepto de la curva de calibración. Fluctuaciones de la pendiente por otra parte afectan principalmente las concentraciones altas. Al sobrepasar uno de los márgenes de tolerancia establecidos para los parámetros, es importante identificar las fuentes de errores y posteriormente volver a producir la curva. Si no se logra mejorar la curva, es factible (como “medida de emergencia”) hacer el cálculo utilizando la curva estándar del laboratorio de referencia (véase SOP 5.3.1).

***El margen de tolerancia para la pendiente de la curva de calibración de  $\text{NO}_2$  está definido entre 0.0095 – 0.0110, el margen para el intercepto entre –0.015 – +0.015. Curvas de calibración con uno de los parámetros fuera de los márgenes establecidos requieren de un análisis de las posibles fuentes de error y de una repetición.***

#### 7.4.2.2 Aseguramiento interno de calidad: tubos pasivos de $\text{O}_3$

La determinación de ozono por el método pasivo no hace necesario la medición de una curva de calibración, ya que el cálculo se hace mediante una fórmula empírica.

El aseguramiento interno de calidad consiste en el control de la absorbancia de los tubos fabricados en el mismo laboratorio (“blancos”) y el control periódico de la solución portadora proveniente del laboratorio de referencia en Suiza. Dicha solución, por más sellada y protegida contra la luz que esté, sufre una degradación latente, llegando en un momento a una saturación que impide la captación completa del ozono ambiental.

Para la absorbancia de los blancos y de la solución portadora (50  $\mu\text{l}$  en 2 ml de reactivo de color) se establecen límites de tolerancia. Si los blancos sobrepasan el límite

establecido, se debe hacer un análisis detallado de las posibles fuentes de contaminación durante su fabricación. Cabe destacar que – por la alta variabilidad de los blancos – se debe restar de cada muestra analizada la absorbancia de los blancos producidos en el mismo lote de producción. Además es importante que SIEMPRE se reste el blanco, por tan elevado que sea su absorbancia. En el caso de que la absorbancia de la solución portadora sobrepase el límite de tolerancia, queda como única solución su reemplazo.

***El límite de tolerancia para la absorbancia de los blancos producidos en los laboratorios es de 0.15, el límite para la solución portadora (50 µl en 2 ml de reactivo de color) es de 0.1.***

#### 7.4.2.3 Control interno

Durante la visita semestral de control interno a cada laboratorio se verifican existencia y aplicación de los registros y tablas de control descritos en los apartados anteriores. Adicionalmente se controla (para NO<sub>2</sub> y O<sub>3</sub>) tanto la fabricación de los tubos como el análisis posterior a su exposición mediante tubos provenientes del laboratorio de referencia. El análisis de tubos que fueron expuestos a una atmósfera artificial (véase gráfico 20, página 65) en el laboratorio de referencia permite la verificación de todos los pasos del análisis, incluyendo la generación de la curva de calibración.

Para controlar la fabricación de los tubos, se exponen tres blancos fabricados por el laboratorio a evaluar junto a tres blancos provenientes del laboratorio de referencia. Estos seis tubos se retiran y se analizan juntos, dando como resultado la llamada tasa de recolección. Este parámetro (expresado en porcentaje) describe la relación entre la concentración obtenida por los tubos del laboratorio a evaluar ( $c_{eval}$ ) y la concentración obtenida por los tubos del laboratorio de referencia ( $c_{ref}$ ):

$$\text{Tasa de recolección [\%]} = 100 \cdot (c_{eval}/c_{ref})$$

Para los dos ensayos de control interno se establecen márgenes de tolerancia. Al sobrepasar un parámetro el respectivo margen, se deben analizar todos los pasos del procedimiento de operación estándar, enfocándose especialmente en los registros y tablas de control.

*El margen de tolerancia para los tubos expuestos en la atmósfera artificial en el laboratorio de referencia está definido por el valor real  $\pm 15\%$ , el margen de tolerancia para la tasa de recolección es de  $100 \pm 15\%$ .*

#### **7.4.3 Métodos automáticos**

En el caso de analizadores que requieren de gas de calibración, los parámetros de la calibración trimestral son buenos indicadores de calidad. Otro control es la exposición paralela de dos analizadores automáticos del mismo tipo.

Sin embargo, todos los analizadores automáticos cuentan con funciones específicas para controlar y ajustar ciertos parámetros claves internos. Estos procedimientos de control pueden estar consultados en los manuales correspondientes de los equipos.

	Indicador	Manera de verificación	Margen/Criterio de tolerancia	Lb	SC	Consecuencias en caso de salir del margen
<b>TSP</b> <b>PM<sub>10</sub></b>	Exactitud de balanza	Peso estándar (tornillo inoxidable)	Valor de *LabRef $\pm 0.5\%$		X	Chequeo de la balanza por empresa proveedora
	Flujo de orificio crítico	Flujómetro	4 l/min $\pm 5\%$	X	X	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mejor instrucción de técnicos</li> <li>• Limpieza del orificio</li> <li>• Reemplazo del orificio</li> </ul>
<b>NO<sub>2</sub></b> <b>O<sub>3</sub></b>	Reactivos vigentes	Fecha de vencimiento	dentro de lo recomendado	X	X	Volver a producir reactivos
	Precisión de medición	Desviación estándar de 3 tubos	Desviación estándar $< 10\%$ del promedio	X		Eliminar el valor disparado de la serie
<b>NO<sub>2</sub></b>	Análisis en laboratorio	Tubos expuestos a atmósfera artificial	Valor real $\pm 15\%$		X	Controlar cumplimiento de SOPs
	Fabricación de tubos	Exposición paralela con blancos del *LabRef	Tasa de recolección dentro de $100 \pm 15\%$		X	
	Curva de calibración	Pendiente de la curva	entre 0.0095 – 0.0110	X	X	
	Curva de calibración	Intercepto de la curva	entre -0.015 – +0.015	X	X	
<b>O<sub>3</sub></b>	Blancos	Absorbancia	Blanco $< 0.15$	X	X	Investigar fuentes de contaminación durante fabricación
	Solución portadora	Absorbancia	Abs. $< 0.1$	X	X	Reemplazar solución portadora

Tabla 9: Pasos del aseguramiento de calidad interno en el laboratorio (Lb) y del control interno por Swisscontact (SC) – \*LabRef = Laboratorio de referencia.



## 8. Inspección y validación de los datos

La inspección y validación de los datos obtenidos por cualquier sistema de monitoreo del aire requiere de un alto grado de experiencia. El tomo 1 de la “GEMS/AIR Methodology Review Handbook Series” [3] menciona una serie de criterios generales para la inspección y validación:

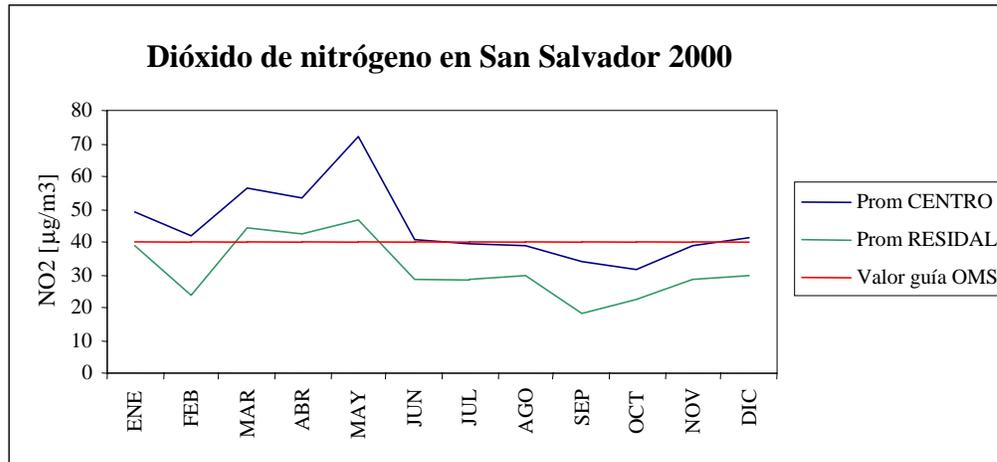
- Historia y características del equipo
- Factores de calibración y tendencia (“drift”)
- Valores negativos o fuera del orden
- Valores extremos (“peaks”)
- Características del sitio
- Efectos de la meteorología
- Hora del día y estación del año
- Niveles de otros contaminantes
- Observaciones de otros sitios

Las características específicas de una estación de muestreo pueden ser un indicador importante para la calidad de los datos. El entorno de la estación, el tipo de protección, fuentes o áreas de fijación (“sinks”) locales influyen las mediciones. Además existe una relación estrecha entre la concentración de los contaminantes y las condiciones meteorológicas. Parámetros como la estación, velocidad y dirección del viento, la precipitación y la radiación solar deben ser considerados en caso de que existan dudas sobre los datos.

### 8.1 Métodos pasivos y activos

De todos los métodos pasivos o activos descritos en el presente manual, se obtiene la información más completa acerca del NO<sub>2</sub>, ya que de los tubos pasivos (tiempo de exposición: 30 días) resulta directamente el promedio mensual del contaminante. Es por eso que el NO<sub>2</sub> en la mayoría de los casos muestra el comportamiento típico durante el año, con

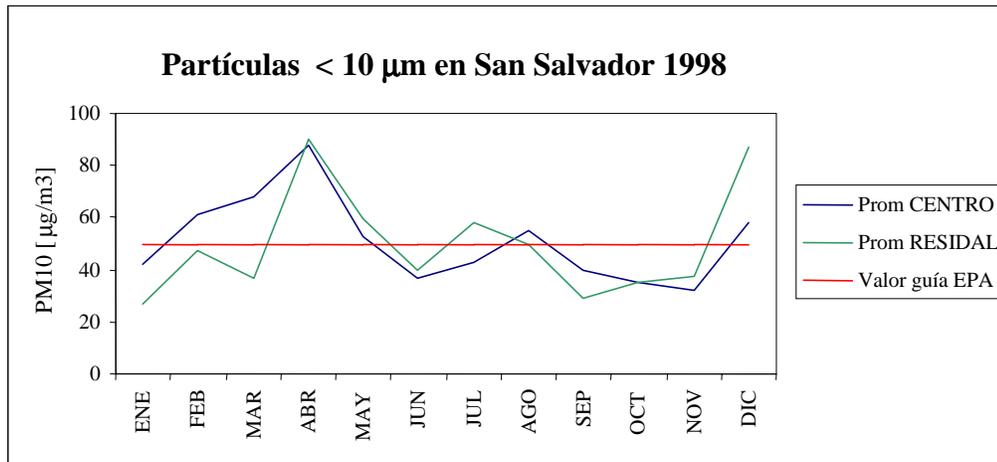
concentraciones altas en la estación seca y moderadas en la estación húmeda (véase gráfico 26). Dentro de la estación seca, es la frecuencia y la velocidad del viento que determina la concentración del contaminante.



*Gráfico 26:* Contaminación por NO<sub>2</sub> en San Salvador durante el año 2000, concentraciones promedio en zonas céntricas (CENTRO) y zonas residenciales (RESIDAL). Se nota la concentración más alta al final de la estación seca en Mayo, pero también la influencia del viento (mucho viento en Febrero) y de la lluvia (Septiembre y Octubre) en las concentraciones de NO<sub>2</sub>.

El contaminante ozono (tiempo de exposición de tubos pasivos: 7 días) se monitorea durante una o dos semanas cada mes. La determinación de las partículas TSP y PM<sub>10</sub> se lleva a cabo mediante mediciones de 24 horas, entre tres a cinco mediciones por sitio de muestreo dan luego el promedio mensual del contaminante.

Las concentraciones mensuales que se obtienen para O<sub>3</sub>, TSP y PM<sub>10</sub> son entonces aproximaciones, lo que aumenta la probabilidad de un comportamiento “fuera del orden” (véase gráfico 27) del respectivo contaminante en el banco de datos. Para la interpretación de los resultados de estos contaminantes, es de suma importancia la consideración de las condiciones meteorológicas y posibles descargas de fuentes cercanas (TSP, PM<sub>10</sub>) durante el período de medición.



*Gráfico 27:* Contaminación por  $\text{PM}_{10}$  en San Salvador durante el año 1998. Concentraciones de  $\text{PM}_{10}$  fuera del orden (sin embargo las mediciones son correctas) se dan en los meses Abril, Julio y Diciembre, con concentraciones más altas en las zonas residenciales que en zonas céntricas. Para la interpretación, hay que recurrir a información sobre meteorología y actividad industrial.

## 8.2 Métodos automáticos

La inspección y validación de datos provenientes de analizadores automáticos sigue los mismos criterios descritos al inicio del capítulo. Para el análisis de la serie de datos generados, es importante contar con criterios específicos respecto a:

- *Valores faltantes* Es importante marcar los huecos de información – ¡jamás reemplazarlos por el valor cero, ya que eso adulteraría cualquier valor promedio calculado a partir de la serie de datos!
- *Valores negativos* Valores negativos deben estar reemplazados por el equivalente a 50% del límite de detección.
- *Cambios abruptos* Cambios abruptos en la serie de datos deben ser examinados con cuidado especial, para encontrar una razón plausible. Ciertas condiciones atmosféricas o la presencia de fuentes cercanas de

contaminación pueden causar fluctuaciones drásticas de los niveles de contaminantes. Si ninguna de estas dos razones es probable, hay que eliminar los respectivos valores.

- *Límite de detección* Valores inferiores al límite de detección deben ser eliminados.

Hoy día existe una gama amplia de programas específicos para la inspección y validación de datos provenientes de analizadores automáticos – sin embargo se recomienda no depender completamente de ellos. La experiencia de especialistas en la interpretación de datos sigue siendo indispensable.

# ANEXOS

- A**    **Valores guía y Normas de Calidad del Aire**
- B**    **Factores de conversión**
- C**    **Listado de Proveedores**
- D**    **Direcciones INTERNET**
- E**    **Reporte mensual de datos**



## A Valores guía y Normas de Calidad del Aire

Contaminante	Período	Unidad	Guía OMS	Chile	Brasil	México	EE. UU.	Suiza
<b>NO<sub>2</sub></b>	1 hora	µg/m <sup>3</sup>	200			395		
	24 horas	µg/m <sup>3</sup>						80
	1 año	µg/m <sup>3</sup>	40	100			100	30
<b>SO<sub>2</sub></b>	24 horas	µg/m <sup>3</sup>	125	365	365	340	365	100
	1 año	µg/m <sup>3</sup>	50	80	80	80	80	30
<b>CO</b>	1 hora	ppm	26	35	35		35	
	8 horas	ppm	9	9	9	11	9	7 <sup>a</sup>
<b>O<sub>3</sub></b>	1 hora	µg/m <sup>3</sup>						
	8 horas	µg/m <sup>3</sup>	120					
	1 año	µg/m <sup>3</sup>	60	160	160	216	235	120
<b>TSP</b>	24 horas	µg/m <sup>3</sup>		260	240	260		
	1 año	µg/m <sup>3</sup>		75	80	75		
<b>PM<sub>10</sub></b>	24 horas	µg/m <sup>3</sup>		150	150	150	150	50
	1 año	µg/m <sup>3</sup>			50	50	50	20
<b>Plomo</b>	¼ año	µg/m <sup>3</sup>				1.5	1.5	
	1 año	µg/m <sup>3</sup>	0.5	0.5				0.5

<sup>a</sup> Promedio de 24 horas

Tabla 10: Valores guía de Calidad del Aire recomendados por la Organización Mundial de la Salud (OMS) y las normas de varios países al respecto.

## B Factores de conversión

*Atención:*  
*La siguiente ecuación de conversión se puede aplicar solamente en el caso de gases.*

La unidad ppm significa “partes por millón” y quiere decir que se describe la porción que representa una sustancia (“partes por...”) como parte de una gran mezcla de sustancias (...millón”) – siempre y cuando todas estas sustancias se encuentren en el mismo estado físico (que todas sean líquidas, o sólidas, o gases). Es por eso que no se puede describir la concentración de partículas TSP o PM<sub>10</sub> en el aire en la unidad “ppm”.

$$\text{Volumen de un mol de gas (V}_m) = 62,36 (T[^\circ\text{C}] + 273,15) / P [\text{mm Hg}]$$

V<sub>m</sub> en función de temperatura T y presión P:

T [°C]	P [mm Hg]			
	640	680	720	760
30	29.54	27.80	26.26	24.87
25	29.05	27.34	25.82	24.47
20	28.56	26.88	25.39	24.05
10	27.59	25.97	24.52	23.23

En los países de Centro América, se definen como condiciones normales una temperatura de 25 °C y una presión atmosférica de 1 atm (= 760 mm Hg), lo que da la siguiente fórmula para la conversión de ppm a µg/m<sup>3</sup> en gases:

$$\mu\text{g/m}^3 = 1000 \cdot \frac{\text{ppm} \cdot (\text{peso molecular del gas})}{24.47}$$

*Ejemplos de factores de conversión:*

<b>O<sub>3</sub></b>	1 ppm =	1960 µg/m <sup>3</sup>	<b>CO</b>	1 ppm =	1150 µg/m <sup>3</sup>
<b>NO<sub>2</sub></b>	1 ppm =	1880 µg/m <sup>3</sup>	<b>SO<sub>2</sub></b>	1 ppm =	2615 µg/m <sup>3</sup>

## C Listado de Proveedores

<b>Material Equipo</b>	<b>Proveedor Dirección</b>	<b>Números a contactar Página Internet</b>
Tubos pasivos (NO <sub>2</sub> , O <sub>3</sub> , SO <sub>2</sub> ) Solución portadora O <sub>3</sub>	Passam AG <i>Markus Hangartner</i> Schellenstr. 44 8708 Männedorf (Suiza)	Tel. (+41) 1-920-4644 Fax (+41) 1-920-2497 passam@bluewin.ch www.passam.ch
Analizadores automáticos para gases Repuestos	Advanced Pollution Instrumentation API <i>Mark Cogan</i> 6565 Nancy Ridge Drive, San Diego CA 92121-2251 (USA)	Tel. (+1) 858-657-9800 Fax (+1) 858-657-9816 customerservice@advpol.com www.advpol.com
Gas de calibración CO	Equipos y Utensilios LOKI Ltda. <i>Rene W. Hauri</i> Apartado postal 1255 1000 San José (Costa Rica)	Tel. (+506) 232-5049 Fax (+506) 232-2381
	MESSER de El Salvador <i>Manuel A. Morales</i> 25 Avenida Norte No. 1080 San Salvador (El Salvador)	Tel. (+503) 226-6677 Fax (+503) 226-0302 gergases@ejje.com
	MESSER de Centro América <i>Ing. Arturo Samayoa</i> 41 Calle 6-27, Zona 8 Guatemala C.A. 01008 (Guatemala)	Tel. (+502) 440-9696 Fax (+502) 440-9666 fabrigas@guate.net
Manómetros cilindros CO	Scott-Marrin Inc. <i>John T. Marrin</i> 6531 Box Springs Boulevard, Riverside CA 92507-0725 (USA)	Tel. (+1) 909-653-6780 Fax (+1) 909-653-2430
Bolsas para muestras de gas	SKC West Inc. 2380 East Walnut Avenue, Fullerton CA 92834-4133 (USA)	Tel. (+1) 800-752-9378 Fax (+1) 800-752-1127 skcwest@aol.com www.skcinc.com

Continuación en siguiente página

**C Listado de Proveedores** (*continuación*)

<b>Material Equipo</b>	<b>Proveedor Dirección</b>	<b>Números a contactar Página Internet</b>
Equipos PM <sub>10</sub> Equipos TSP Repuestos Filtros TSP	Air Diagnostics and Engineering Inc. <i>William Turner</i> 110 Alpine Village Road, Harrison Maine 04040 (USA)	Tel. (+1) 207-583-4571 Fax (+1) 207-583-4572 btair1@airdiagnostics.com www.airdiagnostics.com
Bombas PM <sub>10</sub>	Productos Industriales Supplier Inc. <i>Ricardo González Paredes</i> Prolongación Ruiz Cortines 148 Oriente Guadalupe NLCP 67110 (México)	Tel. (+52) 8-327-0211 Fax (+52) 8-327-0212
Filtros PM <sub>10</sub>	OSMONICS Inc. <i>Jim Mayer</i> 5951 Clearwater Drive, Minnetonka MN 55343-8995 (USA)	Tel. (+1) 612-933-2277 Fax (+1) 612-933-0141

## D Direcciones INTERNET

### *Estados Unidos:*

Environmental Protection Agency (EPA) [www.epa.gov/epahome/index.html](http://www.epa.gov/epahome/index.html)  
EPA: Calidad del Aire [www.epa.gov/oar/oaqps/cleanair.html](http://www.epa.gov/oar/oaqps/cleanair.html)

### *México:*

Instituto Nacional de Ecología (INE) [www.ine.gob.mx](http://www.ine.gob.mx)  
INE: Gestión de Calidad del Aire [www.ine.gob.mx/dggia/cal\\_aire/espanol/index.html](http://www.ine.gob.mx/dggia/cal_aire/espanol/index.html)  
INE: Normas Aire [www.ine.gob.mx/dggia/cal\\_aire/espanol/caai.html](http://www.ine.gob.mx/dggia/cal_aire/espanol/caai.html)

### *Brasil:*

Normas ambientales [www.ecologica.com.br/ecl01nam.htm](http://www.ecologica.com.br/ecl01nam.htm)  
CETESB Sao Paulo [www.cetesb.br](http://www.cetesb.br)

### *Chile:*

Comisión Nacional del Medio Ambiente (CONAMA) [www.conama.cl](http://www.conama.cl)  
Estándares Nacionales de Calidad Ambiental [www.usach.cl/ima/apendc.htm](http://www.usach.cl/ima/apendc.htm)

### *Internacional:*

CEPIS/OPS Perú [www.cepis.ops-oms.org](http://www.cepis.ops-oms.org)  
Banco Mundial Clean Air [www.worldbank.org/wbi/cleanair/](http://www.worldbank.org/wbi/cleanair/)  
Investigaciones sobre partículas [www.pmra.org](http://www.pmra.org)

## E Reporte mensual de datos

### INFORME MENSUAL

Laboratorio: \_\_\_\_\_ Ciudad: \_\_\_\_\_

Responsable: \_\_\_\_\_

Período: \_\_\_\_\_

	<b>NO<sub>2</sub></b> [µg/m <sup>3</sup> ]	No. Mediciones	<b>O<sub>3</sub></b> [µg/m <sup>3</sup> ]	No. Mediciones	<b>CO</b> [ppm]	No. Mediciones	<b>PTS</b> [µg/m <sup>3</sup> ]	No. Mediciones	<b>PM<sub>10</sub></b> [µg/m <sup>3</sup> ]	No. Mediciones	<b>Plomo</b> [µg/m <sup>3</sup> ]	No. Mediciones	<b>Polvo</b> [g/(m <sup>2</sup> *d)]	No. Mediciones
Sitio 1														
Sitio 2														
Sitio 3														
Sitio 4														
Sitio 5														
Sitio 6														
Sitio 7														

<i>Promedio de Blancos en Absorbancia</i>		
---	--	--

Comentarios:

*Gráfico 28:* Formulario para el reporte mensual de los datos obtenidos por el laboratorio contraparte a la oficina central de Swisscontact Aire Puro.

## Bibliografía

- [1] **Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurement Systems**  
Volume II, Part 1. Ambient Air Quality Monitoring Program Quality System  
Development. EPA-454/R-98-004. Agosto 1998.
- [2] **Methods of Air Sampling and Analysis**  
3rd edition. Editor: Lames P. Lodge Jr. Intersociety Committee. ISBN 0-87371-  
141-6. Michigan, 1989.
- [3] **GEMS/AIR Methodology Review Handbooks**  
UNEP/WHO Nairobi. United Nations Environment Programme, 1994.
- Vol. 1 Quality Assurance in Urban Air Quality Monitoring
  - Vol. 2 Primary Standard Calibration Methods and Network Intercalibrations for Air  
Quality Monitoring
  - Vol. 3 Measurement of Suspended Particulate Matter in Ambient Air
  - Vol. 4 Passive and Active Sampling Methodologies for Measurement of Air Quality
  - Vol. 5 Guidelines for GEMS/AIR Collaborative Reviews
- [4] **Introducción al Monitoreo atmosférico**  
Ana Patricia Martínez, Isabelle Romieu. ECO/OPS. ISBN 92-75-3222326.  
México, 1997.
- [5] **Ambient Air Quality –  
Diffusive samplers for the determination of gases or vapours**  
Part 1: General requirements Doc Nr. CEN/TC 264 11 N73. August 1998.
- [6] **Sitios de Monitoreo del Aire en Centro América – una Documentación**  
Swisscontact Centro América. En revisión.
- [7] **Dr. Markus Hangartner (ETH Zürich, Suiza): Comunicación personal**  
Mayo 2001.

- [8] **FH 62 I-N Dust Measuring Device**  
**Operating Instructions: Manual No. SB-001-861016E**  
Eberline Instruments
  
- [9] **Gas Filter Correlation CO Analyzer Model 300**  
**Instruction Manual No. 002163G**  
Advanced Pollution Instrumentation, Inc. (API). San Diego, 1997.
  
- [10] **UV Absorption Ozone Analyzer Model 400A**  
**Instruction Manual No. 02260**  
Advanced Pollution Instrumentation, Inc. (API). San Diego, 1999.
  
- [11] **Software APICOM. User Manual.**  
Advanced Pollution Instrumentation, Inc. (API). San Diego, 1999.