

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA

CARACTERIZACIÓN DE MATERIAL PARTICULADO MENOR A $10\mu\text{M}$ – PM_{10} –
COLECTADO EN DOS PUNTOS DE MUESTREO
EN LA CIUDAD DE GUATEMALA

Informe de tesis

Presentado por

SELVIN ADAN AXPUAC CORADO

Para optar al título de

QUÍMICO

Guatemala, noviembre de 2005.

JUNTA DIRECTIVA

M. SC. GERARDO LEONEL ARROYO CATALÁN	DECANO
LICDA. JANNETTE SANDOVAL MADRID DE CARDONA	SECRETARIA
LICDA. GLORIA ELIZABETH NAVAS ESCOBEDO	VOCAL I
LICDA. LILIANA VIDES DE URIZAR	VOCAL II
LICDA. BEATRIZ EUGENIA BATRES DE JIMÉNEZ	VOCAL III
BR. JUAN FRANCISCO CARRASCOZA MAYÉN	VOCAL IV
BR. SUSANA ELIZABETH AGUILAR CASTRO	VOCAL V

DEDICATORIA

ACTO QUE DEDICO:

A DIOS SOBRE TODAS LAS COSAS

A MIS PADRES:

REINA ANABELLA CORADO

RUBÉN ERNESTO AXPUC

A MI ABUELA:

ISABEL RAMOS MÉNDEZ (Q. E. P. D.)

A MIS HERMANOS:

JULIO RUBÉN AXPUC

MIRNA SUSANA AXPUC

A MI ESPOSA E HIJA:

DINA CONCEPCIÓN ASPUC

ISABELITA ALEJANDRA AXPUC

A MI FAMILIA POLÍTICA

AGRADECIMIENTOS

A TODO EL PERSONAL DEL CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIÓN Y CAPACITACIÓN AMBIENTAL (CENICA) EN MÉXICO DF, EN ESPECIAL A:

DR. BETTY CÁRDENAS

SALVADOR BLANCO

ROSSY BERNABÉ

FRANCISCO MANDUJANO

JOSÉ SEPÚLVEDA

NICOLÁS CARRETO

POR TODO SU APOYO Y HOSPITALIDAD DURANTE MI ESTANCIA EN CENICA.

AL LIC. PABLO OLIVA, POR SU COLABORACIÓN EN EL DESARROLLO DE ÉSTE TRABAJO.

AL PERSONAL DOCENTE Y ADMINISTRATIVO DE LA ESCUELA DE QUÍMICA.

A LA FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA, POR ABRIRME LAS PUERTAS A ÉSTA BELLA CIENCIA, LA QUÍMICA.

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA

CARACTERIZACIÓN DE MATERIAL PARTICULADO MENOR A $10\mu\text{m}$ –PM₁₀–
COLECTADO EN DOS PUNTOS DE MUESTREO
EN LA CIUDAD DE GUATEMALA

SELVIN ADAN AXPUAC CORADO

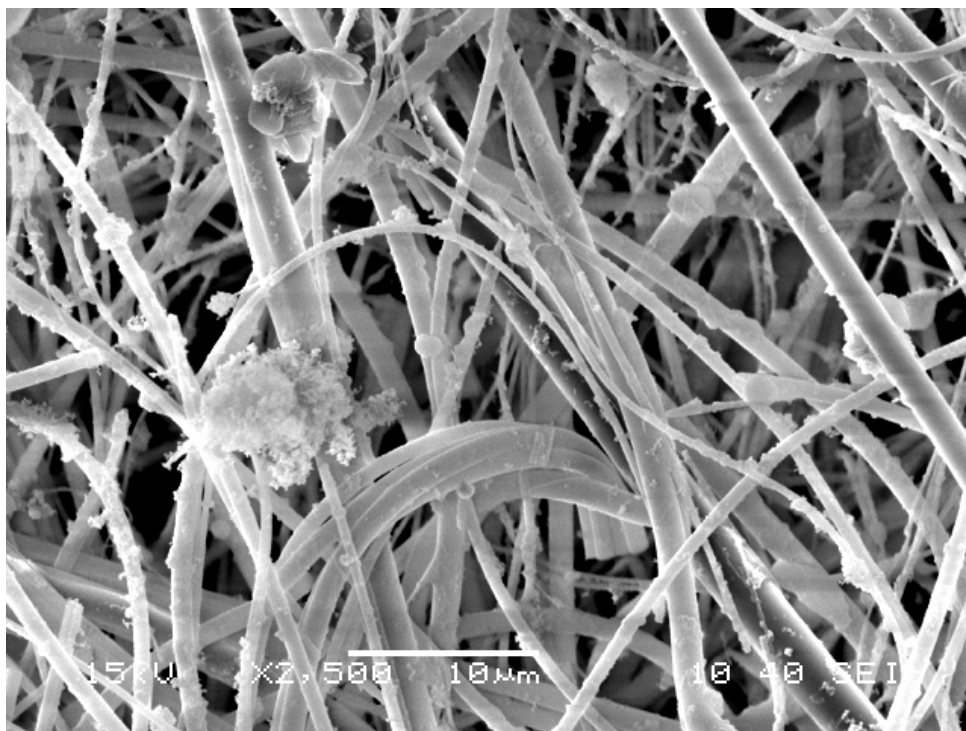
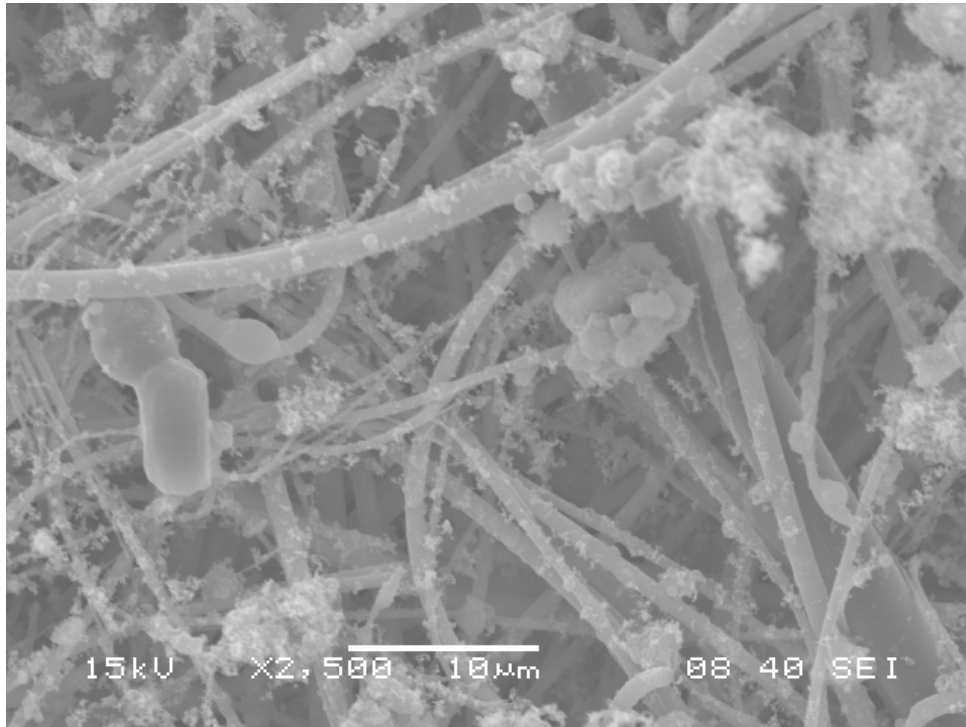
QUÍMICO

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2005.

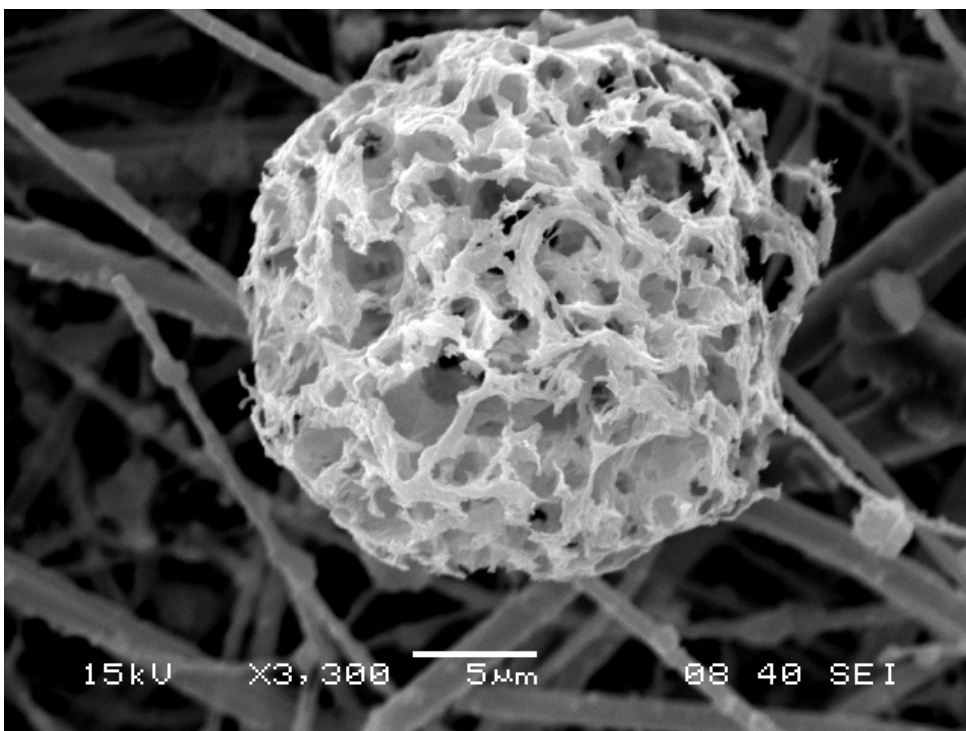
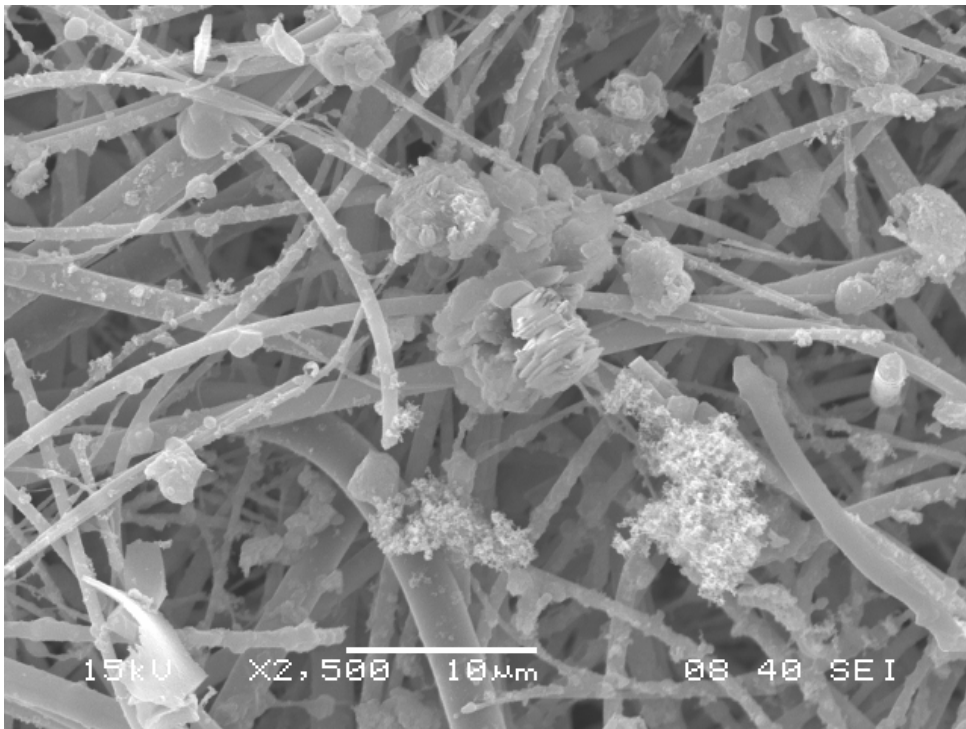
Anexos

Análisis morfológico por microscopía electrónica de barrido

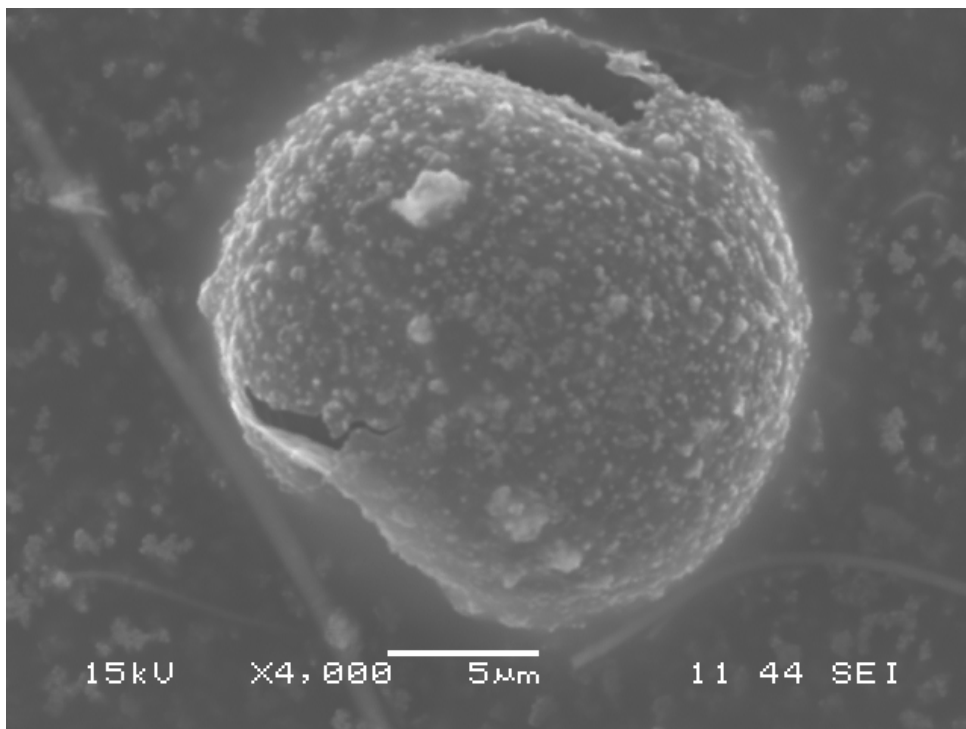
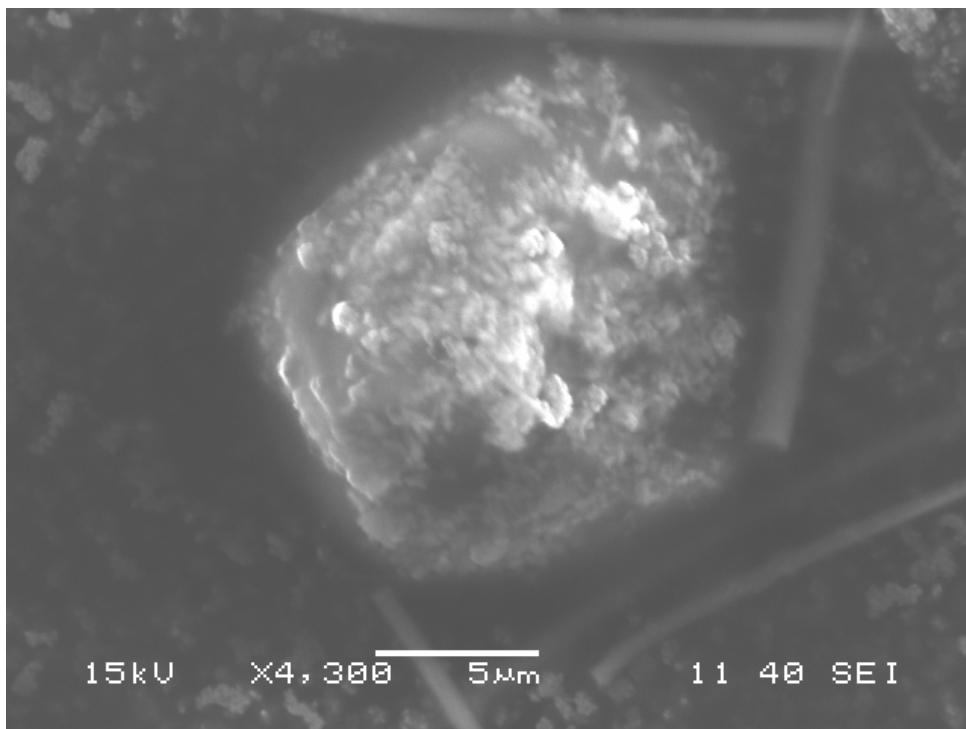
Partículas provenientes de la USAC



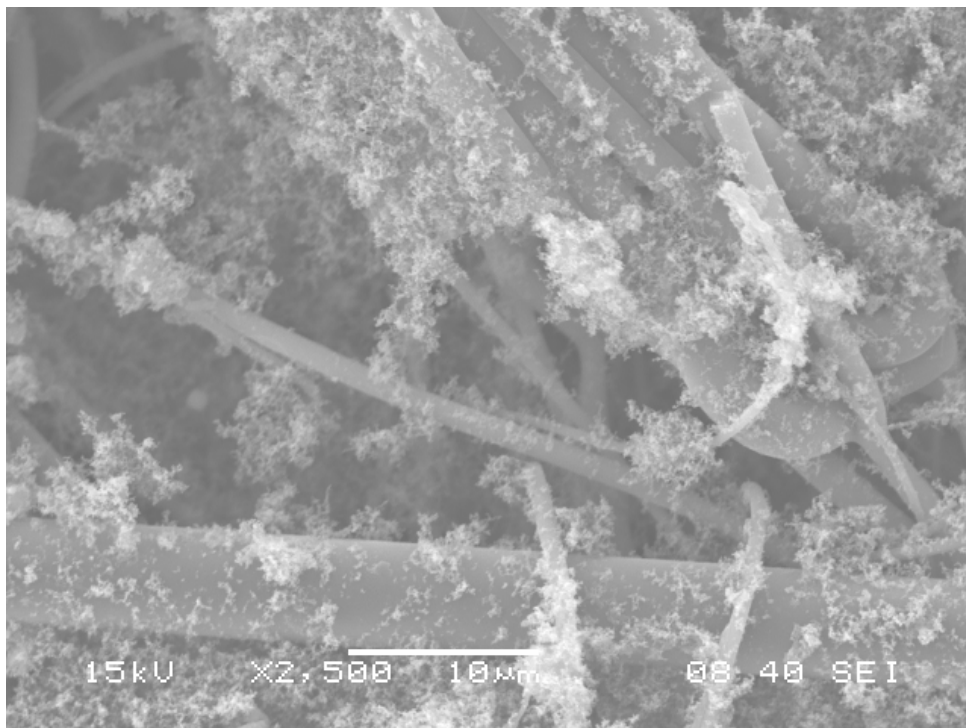
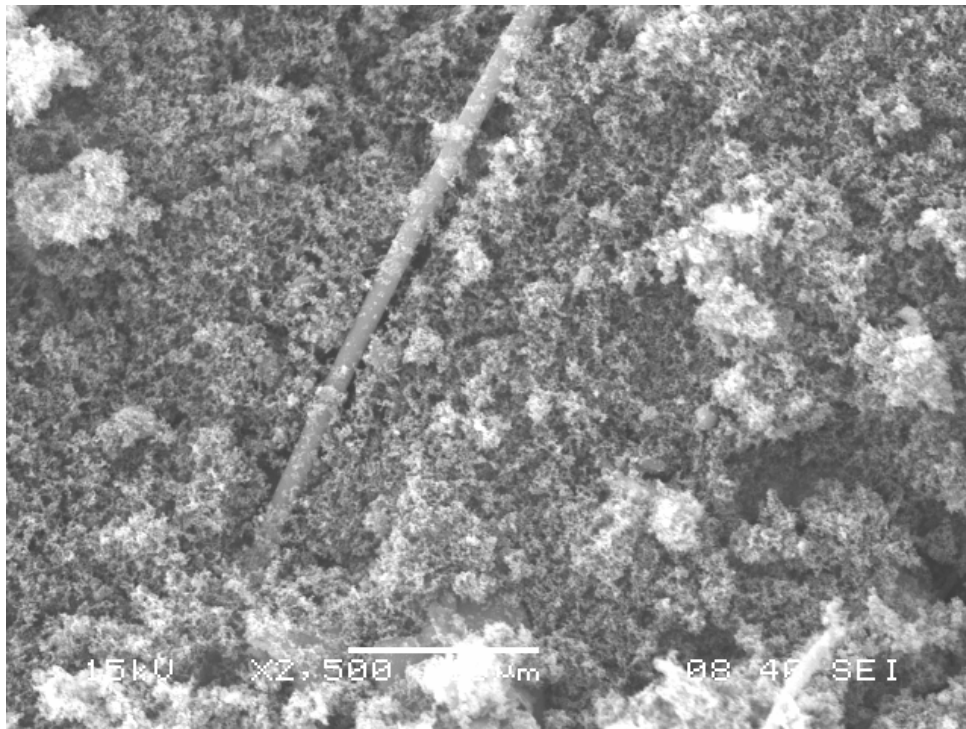
Partículas provenientes de la USAC



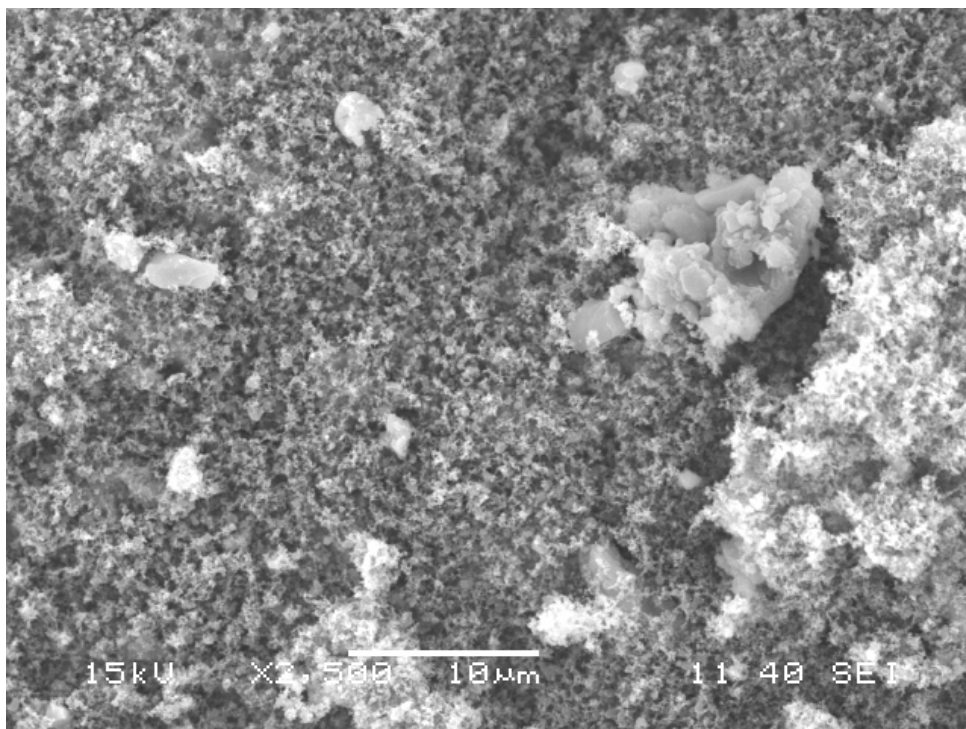
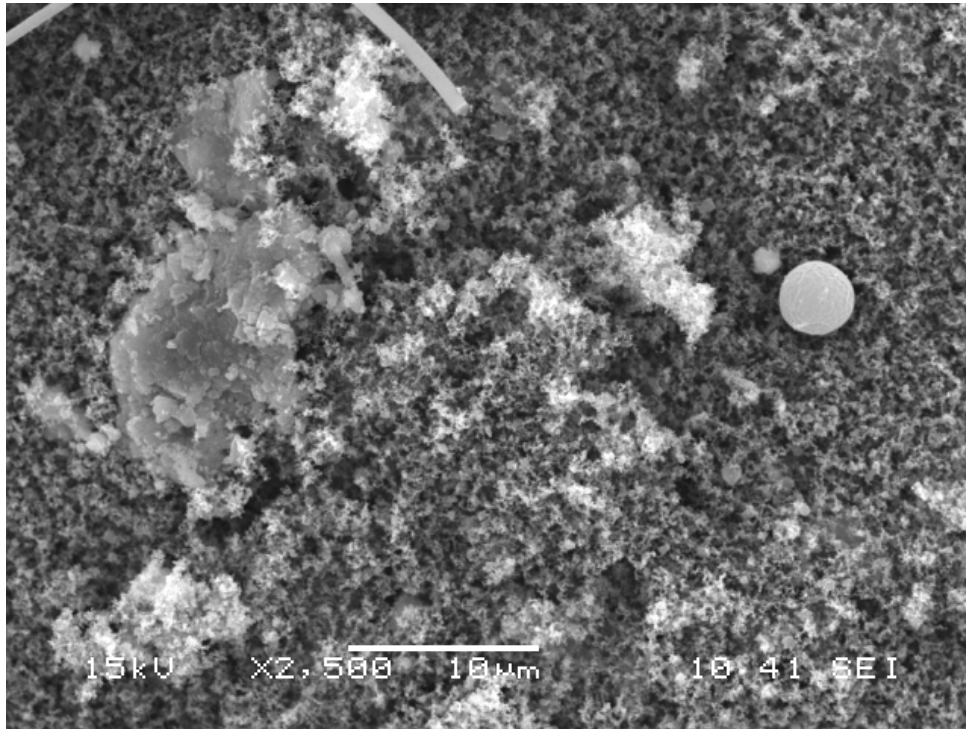
Partículas provenientes de la USAC



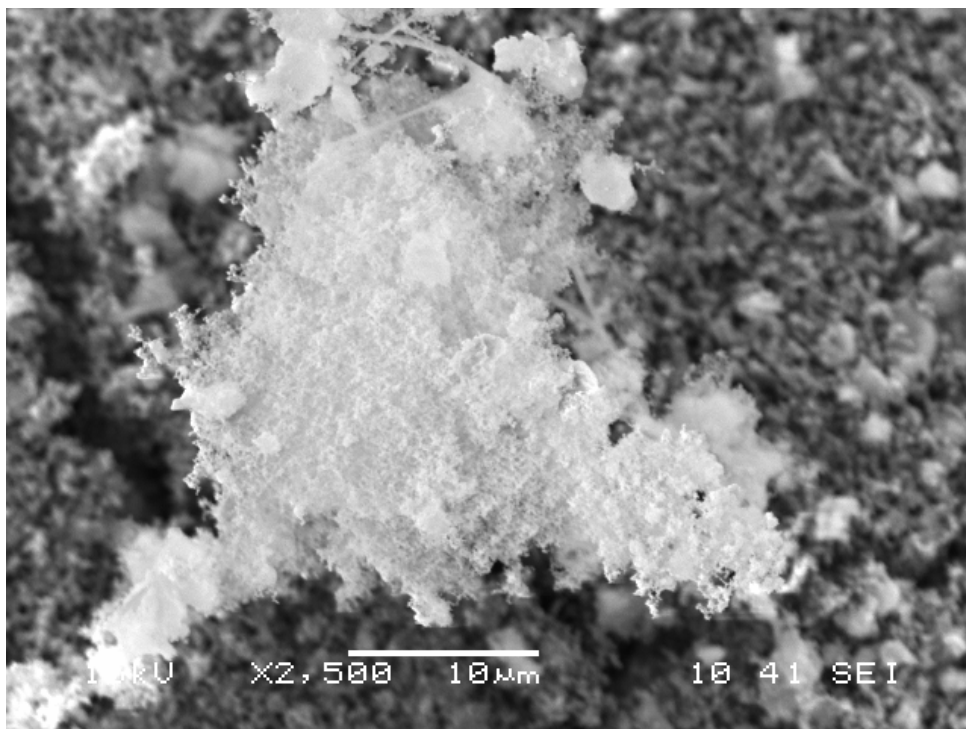
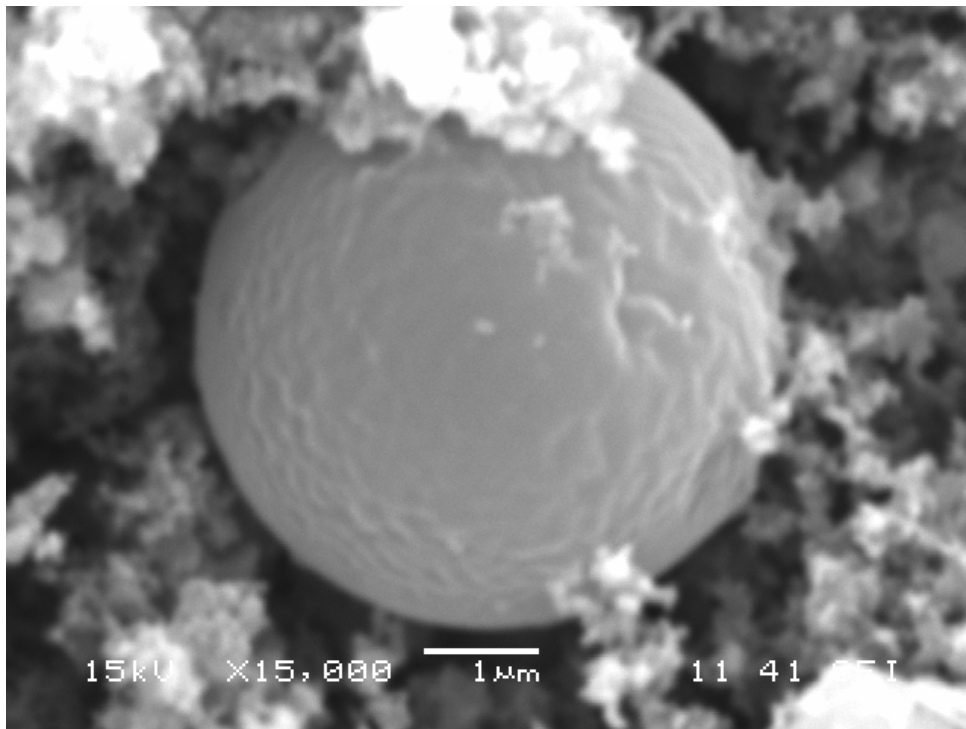
Partículas provenientes del INCAP



Partículas provenientes del INCAP



Partículas provenientes del INCAP



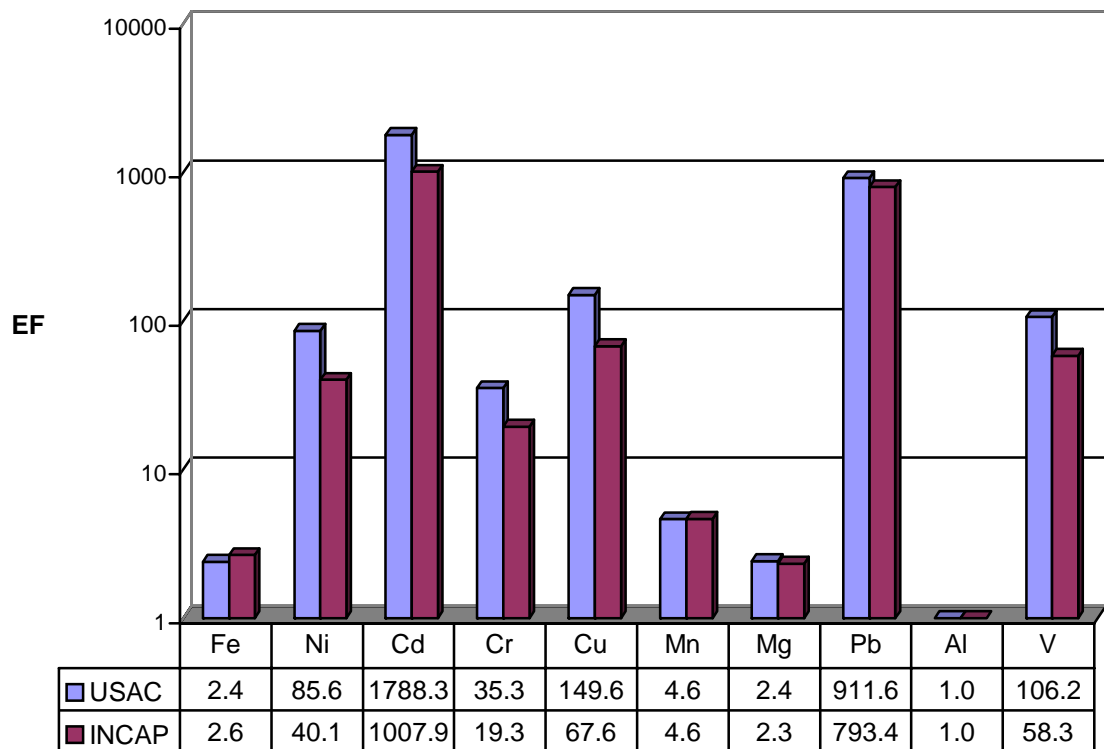
Análisis de metales

Factor de Enriquecimiento:

Queda definido por la siguiente expresión:

$$\frac{[X]_{PM} / [Al]_{PM}}{[X]_{ct} / [Al]_{ct}}$$

Donde $[X]_{PM}$ y $[Al]_{PM}$ son las concentraciones promedio de el elemento X y el aluminio encontrados en las muestras de material particulado; $[X]_{ct}$ y $[Al]_{ct}$ son las concentraciones promedio de el metal X y el aluminio sobre la corteza terrestre.



Índice

1	RESUMEN	6
2	INTRODUCCIÓN	8
3	ANTECEDENTES	9
3.1	ESTÁNDARES DE CALIDAD DEL AIRE	9
3.2	PARTÍCULAS EN SUSPENSIÓN	10
3.3	CARACTERÍSTICAS DE LA PARTICULAS EN SUSPENSIÓN	10
3.4	MÉTODOS PARA EL MUESTREO DE PARTICULAS EN SUSPENSIÓN	18
3.5	MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO	19
3.6	CALIDAD DEL AIRE EN GUATEMALA	21
4	JUSTIFICACIÓN	23
5	OBJETIVOS	24
5.1	OBJETIVO GENERAL	24
5.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	24
6	HIPÓTESIS	25
7	MATERIALES Y MÉTODOS	26
7.1	UNIVERSO	26
7.2	MÉTODOS	26
7.3	ANÁLISIS DE RESULTADOS	43
8	RESULTADOS	44
8.1	ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO	44
8.2	ANÁLISIS DE METALES	45
8.3	ANÁLISIS DE IONES	46
8.4	ANÁLISIS DE CARBONO	48
8.5	ANÁLISIS MORFOLÓGICO Y ELEMENTAL POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA	50
9	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	51
9.1	ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO	51
9.2	ANÁLISIS DE METALES	51
9.3	ANÁLISIS DE IONES	54
9.4	ANÁLISIS DE CARBONO	55
9.5	ANÁLISIS MORFOLÓGICO Y ELEMENTAL	56
10	CONCLUSIONES	58
11	RECOMENDACIONES	59
12	REFERENCIAS	60
13	ANEXOS	62
13.1	ANÁLISIS MORFOLÓGICO POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	62
13.2	ANÁLISIS DE METALES	68

1 Resumen

Las partículas PM_{10} son todas aquellas partículas suspendidas en el aire que tienen un diámetro aerodinámico menor a diez micrómetros, incluyendo tanto partículas sólidas como líquidas que estén dentro de este rango. Lo más importante de éstas es que del 10 al 60% de las PM_{10} son capaces de penetrar hasta la tráquea y depositarse en los pulmones donde pueden causar daño.

Debido a esto, se consideró que realizar una caracterización química de los componentes presentes en las PM_{10} es de gran importancia para determinar la calidad del aire en la ciudad de Guatemala. Gracias a la cooperación conjunta de la Dirección de Escuela de Química y el Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental (CENICA) en la ciudad de México DF, se desarrolló la caracterización química de las PM_{10} colectadas en dos puntos de muestreo establecidos por el Laboratorio de Monitoreo del Aire; uno en la Universidad de San Carlos de Guatemala (USAC) y el otro en el Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá (INCAP).

Sobre las muestras colectadas se determinó la concentración de PM_{10} por análisis gravimétrico, se cuantificó metales por espectroscopia de absorción atómica, iones por cromatografía iónica, carbono por reflectancia óptica térmica y se desarrolló un análisis morfológico y elemental cualitativo por microscopia electrónica de barrido, auxiliado por una microsonda detectora de rayos X dispersos para el análisis elemental.

Para el análisis de metales se cuantificó la concentración de Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb y V. Los resultados mostraron que la concentración de estos metales se encuentra a niveles traza y que los metales mayoritarios son el Fe, Al y Mg. Un análisis de la procedencia de estos metales utilizando el factor de enriquecimiento mostró que éstos tres últimos mostraron una fuerte procedencia natural, mientras que metales como el Cd, Cr, Pb y V mostraron un origen antropogénico.

Los iones analizados fueron Cl^- , Br^- , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{-3} y SO_4^{-2} , de los cuales sólo se encontraron cuatro (cloruro, nitrato, fosfato y sulfato). Los resultados del análisis mostraron que la concentración de los primeros tres es bastante baja, pero la concentración de sulfato es bastante alta ($20\mu g/m^3$ en la USAC y $28\mu g/m^3$ en el INCAP) alcanzando niveles peligrosos para la salud y el ambiente.

La concentración de carbono en los dos puntos de muestreo resultó ser bastante distinta, pues en la USAC se observaron niveles muy bajos (CO $8.3\mu g/m^3$ y CE $4.1\mu g/m^3$) mientras que en el INCAP los altos niveles de carbón elemental no permitieron el análisis de la mayoría de las muestras (CO $14.8\mu g/m^3$ y CE $12.4\mu g/m^3$).

El análisis morfológico mostró marcadas diferencias entre las partículas colectadas en los dos puntos de muestreo, pues en la USAC se encontraron partículas con una morfología y tamaño

muy variado, mientras que en las muestras del INCAP se observó altos niveles de partículas finas y amorfas.

En conclusión se observó que todos los resultados indicaron que el sitio con mayor cantidad de PM_{10} (el INCAP) es también el que presenta la mayor concentración de contaminantes y que estos derivan principalmente de las emisiones vehiculares.

Los resultados obtenidos muestran que la creación de una ley de emisiones vehiculares se ha vuelto una necesidad para los habitantes de la ciudad de Guatemala.

2 *Introducción*

La contaminación atmosférica es cualquier cambio en las concentraciones de los componentes naturales del aire, ya que al alterarse las proporciones de éstos, se rompe su equilibrio, alterándose de esta manera las propiedades físicas y químicas del aire.

Debido a las actividades del hombre, en la actualidad la contaminación atmosférica es un tema de preocupación a nivel mundial, pues la degradación de la atmósfera tiene serias consecuencias, no solo para el hombre, sino para todo el planeta.

De esta cuenta, la Agencia de Protección al Ambiente de los Estados Unidos de América (EPA) desarrolló los estándares de calidad de aire, que en la actualidad son los más utilizados a nivel internacional. Entre estos estándares se encuentran las partículas en suspensión o material particulado.

El término "material particulado" (particulate matter, PM) incluye, tanto partículas sólidas como líquidas que se encuentran suspendidas en el aire. La fuente de estas partículas puede ser tanto de origen antropogénico o de fuentes naturales y pueden ser directamente emitidas por la fuente de contaminación o ser producto de la reacción de otros contaminantes presentes en el aire.

Las partículas con un diámetro aerodinámico menor a $10\mu\text{m}$ (PM_{10}) tienen un papel importante en la salud, pues éstas pueden ser inhaladas y acumularse en el sistema respiratorio.

Una amplia variedad de partículas en suspensión se encuentran regularmente en la atmósfera. Tamaño, composición química, afinidad por el agua, dispersión y absorción de luz son algunas de las propiedades que poseen las partículas en suspensión que les dan un potencial efecto negativo en la salud y le proporcionan al ambiente un aspecto de estar contaminado.

En la ciudad de Guatemala el Laboratorio de Monitoreo del Aire, desde 1994 realiza muestreos constantes para determinar la calidad del aire de la ciudad para anticipar y prever las consecuencias que la contaminación atmosférica puede producir en la salud de la sociedad guatemalteca. Desafortunadamente, por los pocos recursos con los que cuenta el Laboratorio de Monitoreo del Aire, la realización de un análisis químico de las partículas PM_{10} no es posible.

Con el apoyo de el Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental –CENICA- en la ciudad de México DF y la dirección de Escuela de Química de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala se propone realizar una caracterización fisicoquímica de las partículas PM_{10} de la ciudad de Guatemala, pues es de vital importancia determinar los niveles de metales, iones y carbono que podrían poner en riesgo la salud de los guatemaltecos en la ciudad de Guatemala.

3 *Antecedentes*

Como aire puro entendemos una mezcla gaseosa compuesta por aproximadamente un 78% de nitrógeno, 21% de oxígeno y el 1% restante lo constituyen elementos o compuestos menores como el argón, dióxido de carbono, distintas proporciones de vapor de agua y trazas de hidrógeno, ozono, metano, monóxido de carbono, helio, neón, criptón y xenón. De esta cuenta, la contaminación atmosférica es cualquier cambio en las concentraciones de estos componentes, ya que al alterarse las proporciones de los mismos, se rompe su equilibrio alterándose de esta manera las propiedades físicas y químicas del aire. (23)

3.1 *Estándares de Calidad del Aire*

Los Estándares de Calidad del Aire para el Ambiente Nacional (National Ambient Air Quality Standards, NAAQS) fueron autorizados en 1970 para proteger la salud pública en los Estados Unidos Americanos. Los NAAQS están establecidos y enfocados hacia seis sustancias, estas son: monóxido de carbono (CO), dióxido de nitrógeno (NO₂), dióxido de azufre (SO₂), ozono (O₃), plomo (Pb) y partículas suspendidas en el aire. Como se observa, cada uno de los estándares están relacionados a un compuesto o elemento químico específico, excepto las partículas suspendidas. (7) (10) (21)

El acta realizada en 1970 que justifica la creación de los NAAQS indica que estos deben ser re-evaluados por la Agencia de Protección Ambiental (Environmental Protection Agency, EPA) cada cinco años y que los estándares podrán ser modificados de acuerdo a los nuevos progresos de la ciencia. De esta manera, en 1971 el estándar para la partículas suspendidas se aplicó a las Partículas Totales en Suspensión (Total Suspended Particulate, TSP), las cuales consisten en partículas que pueden mantenerse suspendidas en la atmósfera, pero que no necesariamente pueden ser inhaladas por el ser humano causando daño. La reevaluación de los estándares comenzó en 1978 y resultó en un "documento de criterio", en el cual se resume todo lo concerniente a emisión de partículas, tamaño y composición química, proceso de formación de partículas, propiedades de inhalación, métodos de medición y efectos en la salud. Desde el primero de julio de 1987 la Agencia de Protección Ambiental (EPA) a utilizado el indicador PM₁₀. En la actualidad es uno de los estándares más utilizados para las partículas suspendidas, se aplica a aquellas partículas que tienen un diámetro aerodinámico menor a 10µm (PM₁₀) con un límite máximo permisible de 50µg/m³ para un promedio anual y de 150µg/m³ para un promedio de 24 horas.

Aun más reciente, en 1997 la EPA ha establecido un nuevo estándar para las partículas en suspensión, el cual corresponde a las partículas menores a 2.5µm. (7)

3.2 Partículas en Suspensión

El término “material particulado” (particulate matter, PM) incluye, tanto partículas sólidas como líquidas que se encuentran suspendidas en el aire. La fuente de estas partículas puede ser tanto de origen antropogénico (por actividades del hombre) o de fuentes naturales, y pueden ser directamente emitidas por la fuente de contaminación o ser producto de la reacción de otros contaminantes presentes en el aire. Estas partículas sólidas o líquidas se pueden encontrar en un amplio rango de tamaños.

Las partículas con un diámetro aerodinámico menor a $10\mu\text{m}$ (PM_{10}) tienen un papel importante en la salud, pues estas pueden ser inhaladas y acumularse en el sistema respiratorio.

Las partículas con un diámetro aerodinámico menor a $2.5\mu\text{m}$ ($\text{PM}_{2.5}$) son denominadas como partículas finas y se sabe que representan un gran riesgo para la salud, pues por su pequeño tamaño pueden alojarse en lo más profundo de los pulmones (en los alvéolos pulmonares). (7) (21) (22)

3.3 Características de la Partículas en Suspensión

Una amplia variedad de partículas en suspensión se encuentran regularmente en la atmósfera. Tamaño, composición química, afinidad por el agua, dispersión y absorción de luz son algunas de las propiedades que poseen las partículas en suspensión que les da un potencial efecto negativo en la salud y le proporcionan al ambiente un aspecto de estar contaminado.

Las partículas en suspensión pueden clasificarse según su tamaño, propiedades de inhalación, composición química y efectos en la salud. (7)

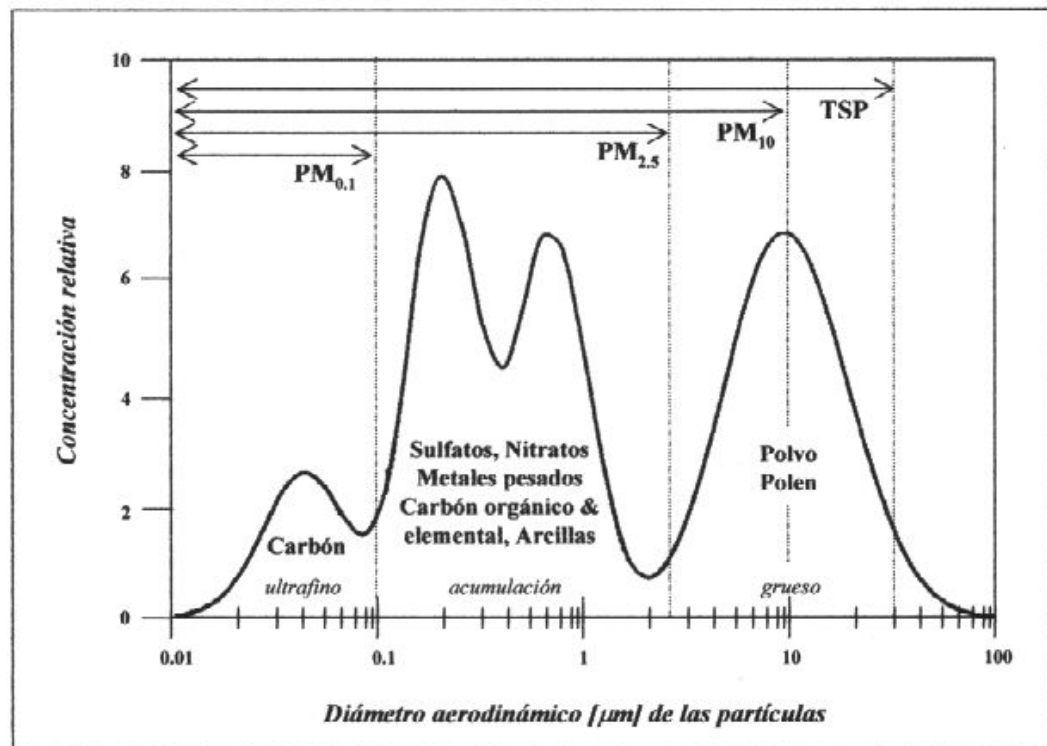
3.3.1 Distribución de tamaño

En el rango denominado de “Nucleación” a veces también llamadas “partículas ultra finas” se encuentran aquellas partículas con diámetro menor a los $0.08\mu\text{m}$ que son emitidas directamente por fuentes de combustión o por condensación de gases enfriados tan pronto son emitidos. El tiempo de vida de las partículas en el rango de nucleación es usualmente menor a una hora, debido a su rápida agregación a partículas mayores o bien porque sirven de núcleo para la formación de nubes o niebla. Este rango de tamaño es detectado solamente en fuentes de emisión recientes y cercanas al sitio de medición o cuando las partículas se han formado recientemente en la atmósfera.

En el rango denominado de “acumulación” se encuentran las partículas con diámetro entre los $0.08\mu\text{m}$ hasta aproximadamente los $2\mu\text{m}$. Estas partículas son resultado de la agregación de partículas menores emitidas por fuentes de combustión, por la condensación de especies volátiles, por la conversión de gas a sólido (deposición) y por el crecimiento de las partículas finas del polvo. Los rangos de nucleación y acumulación constituyen la “fracción fina” de las partículas en

suspensión, y la mayor parte de ácido sulfúrico, bisulfato de amonio, sulfato de amonio, nitrato de amonio, carbón orgánico y elemental son encontrados en estos rangos.

Las partículas mayores a los $2\mu\text{m}$ o $3\mu\text{m}$ son llamadas partículas gruesas; estas se forman como resultado de trabajos de molienda o trituración de material y el principal componente lo constituyen material de origen geológico. Polen y esporas también se encuentran en este rango. También se encuentran en este rango gotas de niebla provenientes de un ambiente contaminado, estas se secan después de haber recogido otras partículas y gases. (7) (23)



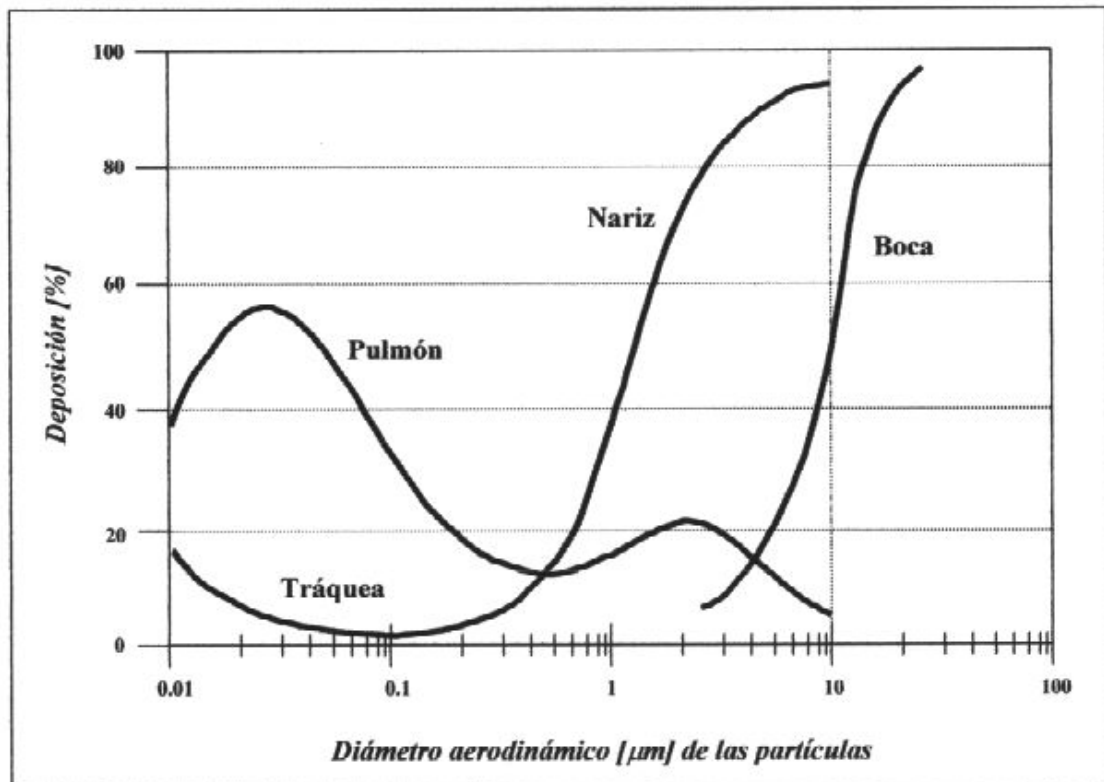
(22)

Gráfico 1: Fuentes y composición del material particulado

Las partículas comúnmente medidas por los monitores de calidad de aire se encuentran en estos rangos. La masa colectada de partículas es proporcional al área bajo la curva de distribución de cada rango. De esta manera las TSP se encuentran entre 0 a $\sim 40\mu\text{m}$, las PM_{10} entre 0 a $10\mu\text{m}$, y las $\text{PM}_{2.5}$ entre 0 a $2.5\mu\text{m}$ de diámetro aerodinámico. Los dispositivos de medición no operan a un 100%, es decir, no atrapan el 100% de las partículas bajo el rango de medición ni excluyen el 100% de las partículas superiores al rango de medición. (7)

3.3.2 Propiedades de inhalación

Diferentes fracciones de partículas se depositan en diferentes partes del cuerpo, de acuerdo a su tamaño. La mayor parte de las partículas mayores a los $10\mu\text{m}$ son removidas en la boca o nariz antes de entrar al cuerpo. Del 10 al 60% de las partículas con un diámetro aerodinámico menor a los $10\mu\text{m}$ son capaces de penetrar hasta la tráquea y depositarse en los pulmones donde pueden causar daño. De las partículas depositadas en los pulmones, aproximadamente un 20% corresponde a partículas con un diámetro de $\sim 3\mu\text{m}$ y un 60% por partículas de $\sim 0.03\mu\text{m}$. Se ha observado que las altas cantidades de partículas depositadas en el área nasal pueden estar relacionadas a problemas respiratorios, tales como rinitis, rinitis alérgica y sinusitis. De esta manera, se ha descubierto que la cantidad de partículas en el rango de 2 a $3\mu\text{m}$ transmitidas a través de la boca, es significativamente superior si se compara con las partículas que son llevadas por el aire inhalado por la nariz. (7) (23)



(22)

Gráfico 2: Permanencia del material particulado en el sistema respiratorio

Los estudios de deposición de partículas en los pulmones no consideran el cambio de tamaño que pueden sufrir las partículas como resultado de la absorción de agua líquida por parte de las partículas solubles. Cuando partículas secas (pero solubles) entran en el cuerpo, donde la humedad relativa excede el 99%, estas aumentan sustancialmente su diámetro. Se ha descubierto

que las partículas depositadas en los pulmones en el rango de 0.5 a $1\mu\text{m}$ incrementan su tamaño por absorción de agua. Modelos realizados tomando en cuenta estos efectos higroscópicos, han mostrado que partículas solubles en el rango de "acumulación" (0.08 a $\sim 2\mu\text{m}$) pueden causar graves problemas pulmonares, cosa que no sucede con partículas insolubles en este mismo rango. (7) (23)

3.3.3 Composición Química

Los parámetros estándares de TSP y PM_{10} están basados en la concentración en masa, principalmente debido a las limitaciones tecnológicas. El análisis gravimétrico de filtros es rápido sencillo y relativamente barato. Un análisis químico específico por el contrario, es bastante costoso y complejo. Estudios epidemiológicos no han mostrado una relación definitiva entre especies químicas específicas y problemas en la salud, pero muchas investigaciones recientes han mostrado que esto puede ser debido a una escasez de datos químicos respecto a la influencia en la salud por todos los componentes químicos encontrados.

Se han reportado seis componentes mayoritarios en los análisis realizados a partículas PM_{10} colectadas en áreas urbanas en los Estados Unidos:

- 1) material geológico (óxidos de aluminio, silicio, calcio, titanio y hierro)
- 2) carbón orgánico (proveniente de cientos de compuestos)
- 3) carbón elemental
- 4) sulfatos
- 5) nitratos
- 6) amonio

El agua líquida absorbida por las especies solubles es también un componente mayoritario cuando la humedad relativa excede el 70%, pero mucha de esta agua es evaporada cuando los filtros son tratados para su pesaje. Sales de sodio y cloruro también son encontradas en muestras colectadas en áreas costeras, y cantidades traza de varios elementos son encontradas en áreas con alta influencia de zonas industriales.

Estudios de balance de masas muestran que aproximadamente la mitad de las partículas PM_{10} provienen de material geológico, así también para partículas $\text{PM}_{2.5}$, menos $\sim 10\%$ corresponde a esta misma fuente.

Los componentes químicos encontrados en una muestra, son un fuerte indicio de la fuente de contaminación o bien del ambiente en el cual se recolectó la muestra. Por ejemplo, la abundancia de elementos, compuestos inorgánicos y carbón se encuentran en diferentes proporciones para diferentes fuentes de emisión, así la especie más abundante encontrada en el aire, es también la más abundante en la fuente de emisión, con la excepción de los sulfatos, nitratos y amonio.

Gráfico 3
Emisiones vehiculares

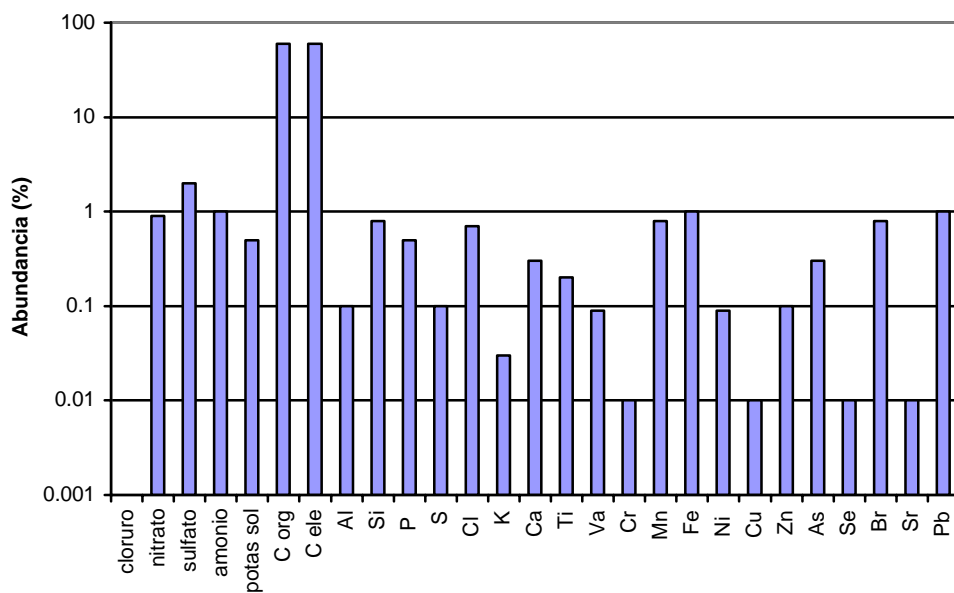


Gráfico 4
Camino de terracería

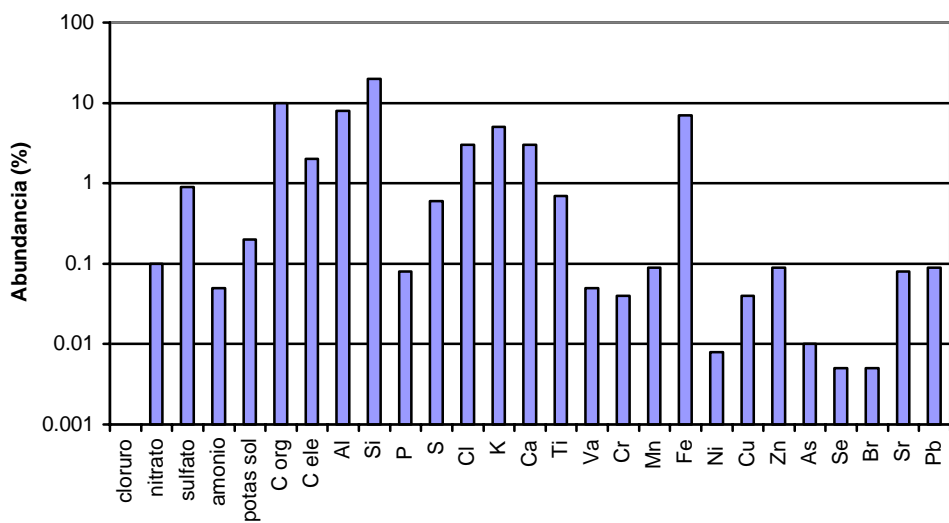


Gráfico 5
Quema de madera

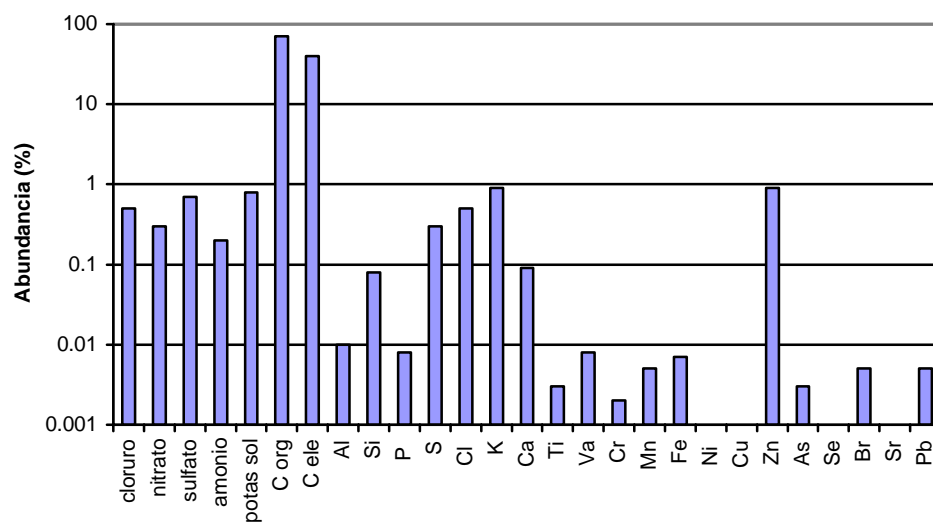
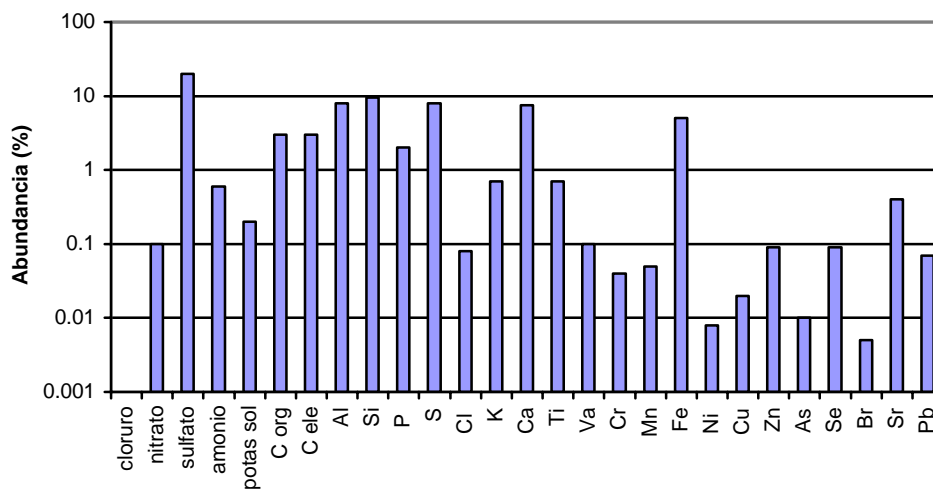


Gráfico 6
Quema de carbón



Las gráficas anteriores muestra la composición química de un “perfil de fuentes de emisión” de partículas, tales como lo son las emisiones vehiculares, caminos de terracería, combustión de madera para fines domésticos, y quema de carbón por plantas de energía. Las emisiones provenientes de vehículos son una composición de fuentes de combustión tales como gasolina y diesel. Esta última fuente de emisión contienen altas concentraciones de carbón orgánico y elemental, pero su proporción es muy diferente respecto a la encontrada en la quema de madera para fines domésticos. El bromo y el plomo también se encuentran en altas concentraciones en las emisiones vehiculares, cosa que no se observa en otras fuentes. El cloro y potasio se encuentran en concentraciones cercanas al 0.5% en este tipo de emisiones, al igual que el sulfato y nitrato. El potasio soluble es igual al potasio total en emisiones de quema de madera.

Por otro lado las emisiones correspondientes a caminos de terracería son completamente diferentes de las mostradas por las emisiones vehiculares y la quema de madera. El aluminio, silicio, potasio, calcio y hierro son los componentes mayoritarios en este tipo de emisión. No obstante, el potasio total es abundante en los caminos de terracería, en contraparte el potasio soluble constituye menos de la décima parte del potasio total. El estroncio y plomo también están presentes en niveles detectables en esta fuente.

Las emisiones producidas por quema de carbón por plantas de energía tiene ciertas similitudes en abundancia química con las emisiones producidas por caminos rurales. La abundancia de sulfato es muy alta en este tipo de emisiones, cosa que no se observa en otras fuentes, el carbón orgánico y elemental se encuentran en cantidades muy bajas. El selenio es claramente detectable en esta fuente de emisión.

La abundancia de sulfato, nitrato y amonio en las partículas directamente emitidas no es suficiente para determinar la concentración de estas especies en la atmósfera. Debido a que la concentración de partículas en el ambiente cuenta con partículas primarias y secundarias.

Las partículas primarias son aquellas que son emitidas directamente por la fuente de contaminación, de esta manera, las partículas pueden sufrir algunos cambios entre la fuente y el receptor. Sin embargo, se puede decir que la concentración atmosférica de una partícula primaria, en promedio, será proporcional a la cantidad que es emitida. Por el contrario, las partículas secundarias son aquellas que se forman en la atmósfera a partir de gases que son directamente emitidos por la fuente de contaminación.

Dióxido de azufre, amonio y los óxidos de nitrógeno son los precursores del ácido sulfúrico, bisulfato de amonio, sulfato de amonio, y nitrato de amonio, los cuales son partículas secundarias. Varios compuestos orgánicos volátiles pueden también cambiar a partículas; la mayoría de estas transformaciones son provocadas por intensas reacciones fotoquímicas que también crean altos niveles de ozono. Las partículas secundarias usualmente toman horas, y hasta días en formarse y logran diámetros aerodinámicos de entre 0.1 y 1 μm . Varias de estas partículas, notablemente, contienen nitrato de amonio, son volátiles y transfieren masa entre la fase gaseosa y la sólida

(partículas) para mantener un equilibrio químico. Esta volatilidad tiene implicaciones para las mediciones de la concentración ambiental, tanto como para concentraciones gaseosas y sólidas en la atmósfera.

La concentración de partículas secundarias en el ambiente no es necesariamente proporcional a la cantidad de emisiones producidas por la fuente de contaminación, ya que la formación de partículas secundarias puede estar limitada por otros factores aparte de la concentración de los gases precursores.

El polvo suspendido, proveniente de suelo erosionado, caminos, campos de cultivo y sitios de construcción es predominantemente un contaminante primario, pero este juega un papel importante en la formación de partículas secundarias. Algunos componentes del polvo, tales como el nitrato de amonio presente en los fertilizantes, puede volatilizarse en amonio y ácido nítrico, de esta manera contribuyendo a la formación de partículas secundarias. Partículas alcalinas, como el carbonato de calcio puede reaccionar con ácido nítrico y clorhídrico gaseosos produciendo en la atmósfera, o en filtros para muestreo atmosférico, partículas gruesas de nitratos y cloruros. El sulfato de amonio utilizado en fertilizantes y minerales como el yeso pueden ser erróneamente clasificados como sulfato proveniente de partículas secundarias cuando se realiza un análisis químico de partículas. (7)

3.3.4 Compuesto químicos que afectan la salud

Los estudios epidemiológicos intentan determinar la relación entre concentraciones ambientales de compuestos y/o elementos químicos con indicadores de salud, tales como, cantidad de ingresos al hospital, frecuencia de enfermedades respiratorias, reducción en la capacidad pulmonar y muerte. De esta cuenta, en los Estados Unidos se ha observado un incremento de 0.7 a 1.6% de mortalidad diaria por cada $10\mu\text{g}/\text{m}^3$ de incremento en la concentración de PM_{10} , esto sin tomar en cuenta el área de estudio. Aunque hay grandes incertidumbres y diferencias metodológicas en estos estudios, todos ellos muestran una relación directa entre altas concentraciones de partículas en el aire y una disminución en la salud humana.

Así, los estudios epidemiológicos muestran la relación entre salud y partículas en el aire, pero no explican como las partículas en suspensión dañan la salud. Estudios toxicológicos controlados han mostrado que constituyentes específicos en las partículas en suspensión están asociados con problemas específicos en la salud, pero usualmente a concentraciones muy superiores a las encontradas en el aire. Compuestos orgánicos, especialmente los encontrados en emisiones producidas por combustión de diesel, han demostrado que pueden producir cáncer en ratas. El ácido sulfúrico ha demostrado debilitar el funcionamiento pulmonar y se ha considerado incluirlo en los NAAQS. También se ha encontrado que varios metales traza pueden suprimir el sistema inmunológico humano. Por ejemplo, el muy bien establecido efecto tóxico del plomo dio como resultado la inclusión de este metal en los NAAQS y la eliminación del uso de combustibles adicionados con este dañino elemento. El silicio cristalino, es la causa de la enfermedad llamada

silicosis en mineros, estos efectos pueden también observarse a menores concentraciones como los encontrados en industrias que se dedican al comercio de este mineral. Metales con diferentes estados de oxidación, tales como el hierro y el cromo pueden tener diferentes toxicidades. La extrapolación de experimentos en animales hacia la salud humana, no es perfecta y los efectos pueden manifestarse ha menores concentraciones en algunas personas. (7)

3.4 Métodos para el muestreo de Partículas en Suspensión

De las partículas en suspensión, las partículas sólidas son las que más frecuentemente son colectadas haciendo pasar el aire ambiental por un filtro, donde las partículas son retenidas para una subsiguiente cuantificación de masa y un análisis de sus componentes químicos. El procedimiento antes descrito es, por no decir la única opción, la técnica de medición más ampliamente utilizada y estudiada para la cuantificación de una amplia variedad de componentes químicos que están presentes en las partículas en suspensión.

Solo cuando un filtro es impregnado con una solución absorbente, o cuando el material del que esta fabricado el filtro tiene ciertas propiedades de absorción de gases, el análisis cuantitativo de gases es posible por esta técnica.

Amplios registros de material particulado colectado son almacenados por varios años, esperando ser enviados a laboratorios para su análisis químico. (7) (21)

Entre los principales métodos para la determinación de PM_{10} se encuentran los descritos por la EPA, siendo los más importantes:

Muestreo de alto volumen (~1133 L/min) utilizando equipo marca Wedding & Associates usando un dispositivo de entrada ciclónico para la separación de partículas y un orificio crítico para la regulación del flujo. Las partículas se atrapan en un filtro de 20.3 x 25.4 cm.

Muestreo de bajo volumen (4 - 10 L/min) utilizando un Impactador de bajo volumen y de doble impacción que se conoce como "impactor Harvard" o simplemente "Minivol". el flujo es regulado por un orificio crítico y las partículas se atrapan en un filtro circular con 37mm de diámetro.

Equipo automático de atenuación beta. El aire entra en un flujo constante dentro del aparato, las partículas luego se acumulan encima de un filtro continuo en forma de cinta. El equipo tiene incorporada una fuente de radiación beta, que emite radiación a través de la muestra colectada encima del filtro continuo. El detector es una cámara de ionización, donde se registra la intensidad de la radiación beta después de que esta atravesó la muestra. La atenuación de la radiación beta está matemáticamente relacionada con la masa de partículas acumuladas. (7) (22)

3.5 Métodos de Análisis Químico

La cantidad de material atrapado en un muestreador de bajo volumen o medio volumen es regularmente menor a 5mg, y muchos de las especies químicas de interés deben de ser medidas cuando menos con 1 μ g de masa presente en la muestra. Estos valores son nominales, y los valores de límites de detección dependen mucho del equipo utilizado, así también de las condiciones del muestreo, tales como el tiempo de muestreo, el flujo de aire utilizado en el muestreo y el tamaño del filtro utilizado.

Los análisis químicos que se realizan a las partículas en suspensión se pueden dividir en cuatro categorías principales: Análisis gravimétrico, análisis elemental, análisis de iones y análisis de carbono.

3.5.1 Análisis gravimétrico

El análisis gravimétrico es el método más ampliamente utilizado para obtener la masa de las partículas suspendidas en un ambiente. El procedimiento consisten en determinar la masa del filtro utilizado antes y después del muestreo en un ambiente a temperatura y humedad relativa controladas. El principal interferente en el análisis gravimétrico de los filtros resulta de las cargas electrostáticas, las cuales inducen fuerzas antigravimétricas entre el filtro y la balanza. Este tipo de cargas pueden ser removidas en la mayoría de materiales utilizados en los filtros por una exposición a bajos niveles de radiación antes y durante el pesaje.

La precisión del análisis gravimétrico requiere el uso de filtros con bajas constantes dieléctricas, alta integridad y ser inerte con respecto a la absorción de vapor de agua y otros gases. Por otro lado, las balanzas con una sensibilidad de $\pm 100\mu$ g son adecuadas para muestras colectadas en alto volumen, electro-balanzas con sensibilidad inferior a $\pm 1\mu$ g son necesarias para pesar muestras colectadas a mediano y bajo volumen. La temperatura y la humedad relativa deben de mantenerse en los rangos de 15 a 30°C y de 20 a 45% HR. (7)

3.5.2 Análisis elemental

Los métodos de Fluorescencia de Rayos X (XRF) y la Emisión de Rayos X Inducida por Protones (PIXE) son capaces de cuantificar la concentración de elementos con número atómico en el rango de 11 hasta 92 (desde el Sodio al Uranio). Adicional al gran número de elementos que pueden ser analizados, Tanto XRF como PIXE no requieren un tratamiento de la muestra antes del análisis, los tiempos de análisis son relativamente cortos y los filtros permanecen intactos (no son destruidos) listos para la realización de otro tipo de análisis.

La espectroscopia de emisión atómica con plasma acoplado inductivo (ICP-AES) y el Análisis Instrumental de Activación por Neutrones (INAA), son dos métodos que comúnmente no se utilizan para el análisis de material particulado. ICP-AES requiere la destrucción del filtro donde se recolectan las partículas, e INAA eleva el nivel energético del filtro y lo vuelve radiactivo. Sin

embargo, estos métodos de análisis son muy utilizados en varias aplicaciones por sus límites de detección para algunas especies químicas. El método de Espectroscopia por Absorción Atómica (AAS) es muy utilizado para algunos elementos, pero requiere una dilución muy grande de la muestra para que sea una técnica efectiva cuando se van a analizar varios elementos. (7) (25)

3.5.3 Análisis de iones

Las especies iónicas son aquellas que son solubles en agua. Los iones son importantes constituyentes de las partículas secundarias, y frecuentemente son utilizadas para distinguir entre varias fuentes de contaminación, como en el caso de el potasio soluble (K^+) proveniente de el humo de quema de madera. Varios iones simples, como el Na^+ , Mg^+ , K^+ y Ca^{+2} son cuantificados de mejor manera por medio de AAS. Iones poliatómicos, como el SO_4^{-2} , NO_3^- , NH_4^+ y PO_4^{-3} deben de ser cuantificados por otros métodos, tales como la Cromatografía de Iones (IC) y la Colorimetría Automatizada (AC). Algunos de estos métodos pueden ser adaptados para cuantificar separadamente iones metálicos con diferente número de oxidación, tal es el caso del Hierro y el Cromo, que pueden producir diferentes efectos en la salud de acuerdo a su número de oxidación.

Los métodos de análisis de iones requieren que las muestras sean extraídas con Agua Destilada Desionizada y que las partículas insolubles sean removidas. El volumen de agua debe de ser lo más pequeño posible, esto para no producir concentraciones de iones que estén por debajo del límite de detección. Cada centímetro cuadrado del filtro deberá ser extraído con no más de 2ml de solvente, esto para muestreos típicos con flujos de 30 L/min y tiempos de muestreo de 24 horas. Esto frecuentemente resulta en no más de 20 ml de extracto que pueden ser sometidos a diferentes métodos de análisis, debido a esto se les da preferencia a estos métodos que requieren sólo una pequeña cantidad de muestra.

El mayor requerimiento en el muestreo para el análisis de las especies solubles, es que el material del que esté hecho el filtro debe de ser hidrofílico, permitiendo que el agua penetre en el filtro y extraiga completamente los compuestos deseados. Pequeñas cantidades de etanol u otro agente humectante son algunas veces agregados a la superficie del filtro para ayudar a la humectación de materiales hidrofóbicos, tal es el caso del teflón, pero esto introduce una potencial contaminación de la muestra. (7) (25)

3.5.4 Análisis de carbono

Tres clases de carbón son comúnmente medidos en muestras colectadas en filtros de fibra de cuarzo: 1) Compuestos orgánicos; 2) carbón elemental; y 3) carbono de carbonatos. El carbono de carbonatos (por ejemplo K_2CO_3 , Na_2CO_3 , $MgCO_3$, $CaCO_3$) puede ser determinado separadamente por medio de una medición de dióxido de carbono (CO_2) desprendido en una reacción ácido-base (acidificando el filtro).

Muchos métodos se han utilizado para separar el carbón orgánico del elemental en muestras de ambientes y fuentes de emisión. Comparaciones entre varios resultados de la mayoría de estos métodos muestran que las cantidades de carbón total encontradas en varias muestras son semejantes, pero la distinción entre carbón orgánico y elemental es completamente diferente.

“Carbón orgánico” y “carbón elemental” son definiciones operacionales y no se refieren necesariamente a los conceptos estrictamente químicos. “Carbón elemental” generalmente se refiere a las partículas que aparecen de color negro y son también llamadas “hollín”, “grafito” o “carbón negro”. Para estudios de reducción de visibilidad, el nombre de carbón que absorbe luz (light-absorbing carbon) es la definición más utilizada para el carbón elemental.

Carbón mutagénico es el nombre frecuentemente utilizado para designar la fracción de carbono que puede causar cáncer.

El carbón negro o el carbón que absorbe luz no están completamente constituidos por grafito, pueden haber muchos compuestos orgánicos que absorben la luz (por ejemplo alquitrán, aceite de motor, asfalto o café). De igual manera, el grafito en la atmósfera tiene sólo una pequeña porción de su estructura al descubierto, el resto está cubierto con abundantes grupos químicos. Por ejemplo, una sustancia de tres enlaces C-C (el grafito) es negra y absorbe completamente la luz, pero otra con cuatro enlaces C-C (diamante) es completamente transparente y absorbe muy poca luz. Ambas sustancias son carbono elemental puro. Definiciones de diferentes fracciones de carbón orgánico necesitan ser mejor relacionadas a mejores especificaciones de compuestos orgánicos. (7) (18)

3.6 Calidad del aire en Guatemala

La contaminación del aire en las áreas urbanas de Centro América y los efectos nocivos en la salud de la población y el ambiente, motivaron a la Agencia Suiza para el Desarrollo y la Cooperación (COSUDE) a financiar un programa regional para disminuir esta contaminación, otorgando la ejecución a la Fundación Suiza de Cooperación para el Desarrollo Técnico (Swisscontact). El programa trabajó desde 1993 en la capacitación de mecánicos, asesorías en la elaboración de reglamentos y promoción de sistemas de mantenimiento e inspección de automotores.

La Escuela de Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala con la colaboración y asesoría de Swisscontact inició desde 1994 el monitoreo del aire en la Ciudad de Guatemala. El objetivo del Laboratorio de Monitoreo del Aire es analizar en ciertos puntos estratégicos seleccionados bajo criterios científicos y sociales la calidad del aire, así como anticipar y prever las consecuencias que la contaminación atmosférica puede producir en la sociedad.

La contaminación ambiental y en especial la del aire ha sido uno de los problemas que se han agravado durante las últimas décadas y la misma es el resultado de las actividades que el hombre realiza.

Según estudios realizados por Swisscontact en años anteriores, en Centro América el 70% de esta contaminación proviene de los vehículos automotores y el resto proviene de las otras actividades tales como la industria. Es de hacer notar que este problema se agrava en nuestra capital, debido no sólo a la gran cantidad de habitantes, sino también al gran número de vehículos automotores que se encuentran en circulación y si recordamos que la combustión que se utiliza para obtener calor, generar energía eléctrica o movimiento, es el proceso de emisión de contaminantes más significativo.

Durante diez años el Laboratorio de Monitoreo del Aire ha llevado a cabo la tarea de monitorear la calidad del aire de la Ciudad de Guatemala. Entre los parámetros utilizados para determinar la calidad del aire están: Dióxido de Nitrógeno (NO₂), Dióxido de Azufre (SO₂), Partículas Totales en Suspensión (TPS) y partículas menores a 10µm (PM₁₀). (22)

4 *Justificación*

Las Partículas en Suspensión menores a $10\mu\text{m}$, que comúnmente se les conoce simplemente como PM_{10} , son aquellos componentes de las partículas totales en suspensión (TPS) que tienen un diámetro menor a diez micrómetros. Las PM_{10} tienen la particularidad de ingresar y quedarse en las vías respiratorias inferiores (pulmones, bronquios y tráquea), sirviendo como medio de transporte para sustancias altamente peligrosas como metales pesados e hidrocarburos, por lo tanto tienen un efecto altamente dañino en la salud.

El Laboratorio de Monitoreo del Aire de la Escuela de Química de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala realiza la medición de PM_{10} en diferentes puntos de la Ciudad de Guatemala, determinando la concentración de dichas partículas.

En la actualidad el principal interés de las PM_{10} es determinar los componentes de éstas, es decir, la cantidad de metales, sulfatos, nitratos, cloruros, carbono orgánico y elemental y otros, los cuales les proporcionan a estas partículas, según su concentración, cierta peligrosidad para la salud.

Desafortunadamente en Guatemala no se cuenta con la tecnología e instrumentación para realizar dicha determinación y solamente se analiza la concentración (análisis gravimétrico) de PM_{10} , mas no su composición.

En México existe el Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental, CENICA, el cual es el resultado de la cooperación entre los gobiernos de México y Japón, conformado por expertos del Instituto Nacional de Ecología de México (INE) y de la Agencia de Cooperación Internacional del Japón (JICA).

CENICA, recientemente a ofrecido sus instalaciones para la realización de la caracterización fisicoquímica de las PM_{10} colectadas en la Ciudad de Guatemala por el Laboratorio de Monitoreo del Aire.

Por lo tanto, la caracterización de PM_{10} sería un estudio pionero en Guatemala, pues nunca se ha realizado, además que sería de vital importancia para la población de la ciudad de Guatemala, ya que este estudio vendría a brindar datos muy importantes con respecto a la calidad del aire en Guatemala, además de colaborar con la labor que el Laboratorio de Monitoreo del Aire ha realizado por diez años.

5 Objetivos

5.1 Objetivo General

Caracterizar las Partículas en Suspensión menores a $10\mu\text{m}$ (PM_{10}) colectadas en el aire de dos puntos de muestreo en la Ciudad de Guatemala.

5.2 Objetivos Específicos

- 5.2.1 Realizar un análisis cuantitativo de metales en las PM_{10} , por medio de espectroscopia de absorción atómica en llama (FAAS).
- 5.2.2 Realizar un análisis cuantitativo de iones presentes en las PM_{10} , por medio de cromatografía iónica (IC).
- 5.2.3 Determinar la concentración de carbono orgánico y elemental en muestras de PM_{10} , por medio de reflectancia óptica térmica (TOR).
- 5.2.4 Realizar una caracterización morfológica de las PM_{10} , por medio de microscopia electrónica de barrido (SEM) y un análisis elemental cualitativo con el auxilio de una microsonda detectora de rayos x acoplada al SEM.

6 Hipótesis

En las muestras analizadas de partículas en suspensión menor a $10\mu\text{m}$ (PM_{10}) colectadas en dos puntos de muestreo en la ciudad de Guatemala, se espera obtener altos niveles de carbono elemental y orgánico, niveles traza de metales pesados, niveles detectables de sulfatos, nitratos, cloruros y con una morfología irregular con un mayor porcentaje de nanopartículas.

7 Materiales y Métodos

7.1 Universo

El universo de trabajo lo constituye las partículas suspendidas en el aire de la Ciudad de Guatemala, en su fracción respirable, las cuales son todas aquellas partículas suspendidas con un diámetro aerodinámico menor a $10\mu\text{m}$.

La Muestra la constituye las partículas PM_{10} que serán colectadas durante el período comprendido entre los meses de Enero a Mayo del 2005, realizando dos muestreos por mes. Los muestreos serán realizados en dos lugares de la ciudad de Guatemala:

- Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá (INCAP), calzada Roosevelt 11-65 Zona 11. El INCAP se encuentra en el sector denominado “El Trébol” (intercepción muy transitada por vehículos automotores, donde convergen la calzada San Juan, Roosevelt y Aguilar Batres, la avenida Bolívar y el boulevard Liberación).

- Universidad de San Carlos de Guatemala, Ciudad Universitaria Zona 12, específicamente en la terraza del edificio T-10 de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia (este lugar se considera un sitio con bajos niveles de contaminación).

Los dos sitios de muestreo han sido escogidos debido a los niveles de contaminantes atmosféricos que han presentado en el año 2004. El INCAP ha presentado los más altos niveles de contaminación por material particulado en el año 2004, mientras que en la estación de muestreo ubicada en la USAC se han registrado bajos niveles de contaminantes, debido a esto es considerado un sitio con “buena calidad” de aire.

7.2 Métodos

7.2.1 Análisis Gravimétrico y recolección de muestras PM_{10}

Las muestras de PM_{10} son recolectadas por dos métodos:

- Método de Referencia EPA RFPS-1087-062: Utilizando un Impactor de Alto Volumen marca Wedding & Associates. El muestreo se realiza a un flujo de ~ 1133 L/min utilizando un dispositivo de entrada ciclónico para la separación de partículas y un orificio crítico para la regulación del flujo. Las partículas se atrapan en un filtro de fibra de Cuarzo con dimensiones 20.3×25.4 cm. Las muestras colectadas por este método serán utilizadas para el análisis elemental por FAAS y el análisis elemental y morfológico por SEM.

- Procedimiento Estándar de Operación SOP 5.2.2 Laboratorio de Monitoreo del Aire USAC/Swisscontact: Utilizando un Impactor de Bajo Volumen tipo Harvard marca Air Diagnostics. El muestreo se realiza a un flujo de 4 L/min utilizando un dispositivo de

impactación doble para la separación de las partículas y un orificio crítico para la regulación del flujo. Las partículas se atrapan en un filtro circular de fibra de Cuarzo de 37mm de diámetro. Las muestras colectadas por este método serán utilizadas para el análisis de carbono orgánico/elemental por TOR y el análisis de iones por IC.

7.2.1.1 Método de Referencia EPA RFPS-1087-062

Equipo y Materiales

- Impactor de Alto Volumen marca Wedding & Associates con una unidad de separación por flujo ciclónico para partículas PM_{10} .
- Filtros de micro fibra de Cuarzo de alta pureza de 20.3x25.4cm marca Whatman.
- Horno eléctrico.
- Balanza Analítica con precisión de 0.0001gr. marca Toledo.
- Desecadora de Vidrio

Preparación del filtro

- Colocar el filtro en medio de dos hojas blancas de papel y secar en el horno a 40°C por 24 horas para eliminar la humedad adquirida por efectos del ambiente.
- Sacar el filtro del horno y colocarlo en la desecadora de vidrio hasta que llegue a temperatura ambiente.
- Se pesa el filtro en la balanza analítica. El peso registrado constituye el *peso inicial*.

Exposición del filtro

- Se coloca el filtro en el compartimiento de exposición del Impactor de Alto Volumen.
- Se acciona el equipo de muestreo durante un tiempo de 24 horas.
- Después de transcurridas las 24 horas el filtro expuesto es retirado del compartimiento del Impactor, doblado a la mitad se coloca en medio de dos hojas de papel.
- Se coloca el filtro expuesto en el horno a 40°C por 24 horas antes de ser pesado.
- Sacar el filtros del horno y colocarlo en la desecadora de vidrio hasta que llegue a temperatura ambiente.
- Se pesa el filtro en la balanza analítica. El peso registrado constituye el *peso final*.
- Después de pesado el filtro es almacenado dentro de una bolsa de plástico tipo Ziploc.

Cálculos

Las partículas PM_{10} en microgramos por metro cúbico ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) se obtienen de la siguiente manera:

$$PM_{10}[\mu\text{g}/\text{m}^3] = \frac{\text{peso final} - \text{peso inicial}}{\text{Flujo} \times \text{tiempo}}$$

7.2.1.2 Procedimiento Estándar de Operación SOP 5.2.2 Laboratorio de Monitoreo del Aire USAC/Swisscontact

Equipo y Materiales

- Impactor de Bajo Volumen tipo Harvard marca Air Diagnostics
- Bomba THOMAS modelo 607CA32C
- Orificio crítico de 4 L/min.
- Filtros de micro fibra de Cuarzo de alta pureza de 37mm de diámetro marca Whatman.
- Mufla (Modelo Isotemp Muffle Furnace. Fisher Scientific. Hecha en USA)
- Platos de evaporación, 12 cm. diámetro (# 60234, Coors, Hechos en USA)
- Papel Aluminio
- Pinzas para filtro.
- Pinzas para los platos de evaporación.
- Marcador de tinta indeleble
- Plástico adherente
- Bolsas Ziplock
- Cajas petri de plástico de 5 cm. de diámetro.
- Guantes de Latex
- Cubrebocas
- Alcohol

7.2.1.3 Procedimiento estándar de operación # 2-106.3 del Desert Research Institute de Reno Nevada, para el prequemado de filtros de fibra de cuarzo de 47mm

Este procedimiento establece los lineamientos para la limpieza por prequemado y el acondicionamiento de filtros de fibra de cuarzo de 35mm, destinados a la toma de muestras de partículas y posterior análisis de carbón orgánico y elemental, por el método de reflectancia térmica óptica. Con el objetivo de garantizar la limpieza de los filtros y la minimización de interferencias positivas por absorción, durante el manejo de los filtros.

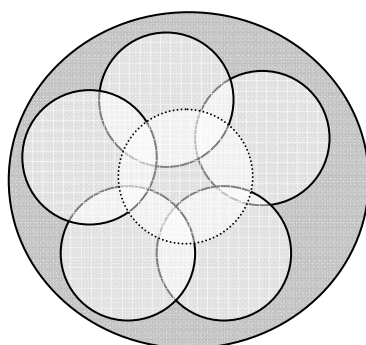
Procedimiento de prequemado de filtros

En grupos de máximo 30 filtros de 37mm de diámetro de una misma marca y lote se realiza el siguiente procedimiento:

Utilizar guantes, cofia y cubre bocas para realizar el siguiente proceso o hacer uso de una caja de guantes. En un plato de evaporación limpio y seco, se coloca un filtro (sin enumerar) en el centro del plato y los filtros restantes en capas, semejando una roseta, (ver diagrama). Utilizar otro plato como tapa.

Gráfico 7

Colocación de filtros en un plato de evaporación



Colocar dentro de la Mufla fría los platos. Calentar hasta 900°C durante 5 horas. Se cuentan las cinco horas a partir de que se alcanzan los 900°C. Al término de las 5 horas dejar enfriar la Mufla y remover los platos de evaporación, depositarlos en una bolsa zip-lock y llevarlos al laboratorio de caracterización de partículas.

Utilizar guantes, cofia y cubre bocas para realizar el siguiente proceso o hacer uso de una caja de guantes. Depositar cada filtro en su respectiva caja petri verificando cuidadosamente, que se encuentren completos, sin rasgaduras ni rotos. Envolver las cajas petri con plástico adherente, papel aluminio y preservar en bolsas zip-lock.

Exposición del filtro:

- Se coloca el filtro con su porta-filtro en la unidad de impacción, siguiendo la dirección del macho en la parte superior.
- El equipo Harvard debe estar colocado en una superficie plana y estable.
- se acciona el equipo dejándolo funcionar por 24 horas.

- Una vez concluida la exposición del filtro, se mantendrá en su respectiva caja petri, enumerado, empacado en forma individual, con plástico adherente, papel aluminio y en bolsa zip-lock conservándose en refrigeración a 4°C. Cada bolsa debe contener una etiqueta en la parte exterior.

7.2.2 Análisis de metales por Espectroscopia de Absorción Atómica en flama (FAAS)

El análisis de metales en partículas PM₁₀ por FAAS se realiza siguiendo el procedimiento establecido por la EPA en su publicación SW-846, titulada *Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods*.

Equipo y materiales:

- Espectrofotómetro de absorción atómica en flama, marca Varian, modelo AA 200
- Equipo de computación conectado al Espectrofotómetro.
- Aire comprimido para combustión.
- Acetileno comprimido para combustión.
- Óxido nitroso comprimido para combustión.
- Balones aforados.
- Pipetas volumétricas.
- Beacker 100ml.
- Filtros de cuarzo de alta pureza utilizados en el muestreo.
- Guillotina.
- Pinzas.
- Tijeras.
- Estufa eléctrica.

Reactivos:

- Ácido Clorhídrico concentrado, HCl.
- Ácido Nítrico concentrado, HNO₃
- Solución de extracción: 5.55% HNO₃ y 16.75% HCl.
- Agua des-ionizada grado reactivo.
- Soluciones estándar de los elementos a analizar 1000ppm (Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn Ni, Pb, V).

Procedimiento:

Preparación de la muestra:

- Utilizando la guillotina para cortar un segmento del filtro a analizar, de una pulgada de ancho por 10 de largo (1x10). Esta porción del filtro utilizado en el muestreo, constituye la muestra a analizar.
- Recortar el segmento antes obtenido, en trozos pequeños y colocarlos en un beacker de 100ml.
- Agregar 20ml de la solución de extracción y calentar la muestra en un estufa eléctrica a 60°C (llevar a ebullición por 30 minutos). PRECAUCIÓN: Este procedimiento debe de realizarse dentro de una campana de extracción de gases, pues se desprenden vapores ácidos.
- Dejar enfriar y aforar a 25ml con agua des-ionizada.

Curva de calibración:

Para el análisis de metales pesados, es necesaria la utilización de 5 curvas de calibración, las cuales se muestran a continuación:

Tabla No.1

<i>Analito</i>	<i>concentración (ppm)</i>					
Cd, Cu, Cr, Mn Ni	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
Fe	0.5	1.0	2.0	4.0	5.0	--
Al y V	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0	--
Mg	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
Pb	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	--

Análisis:

- Introducir los siguientes datos al equipo de computo controlador del espectrofotómetro:
 - Método a utilizar para cada uno de los metales que se desean analizar.
 - Condiciones de análisis.
 - Metales a analizar.
 - Concentración y número de estándares de cada metal.
 - Número y código de las muestras a analizar.
- Seleccionar las lámparas a utilizar, colocarlas en el espectrofotómetro en grupos de cuatro para que lleguen a temperatura de operación.

- Encender la llama y optimizar el espectrofotómetro para eliminar ruido y estabilización de las lecturas posteriores.
- Llevar a cabo las mediciones de los estándares, blancos filtro, blancos de reactivo, blancos adicionados. Si los anteriores cumplen con los estándares de calidad, proseguir con la medición de las muestras.

Cálculos:

La Concentración de las muestras es reportada en $\mu\text{g}/\text{filtro}$:

$$\mu\text{g}/\text{filtro} = A \times 175$$

Donde A es la concentración corregida del metal analizado, en ppm.

Control de calidad:

Tabla No.2

Curva de calibración	Coefficiente de correlación $r \geq 0.99$
Blanco filtro	No hay un valor específico
Blanco reactivo	Con un valor ≤ 0.05 ppm
Blanco adicionado	Con una desviación $\leq 10\%$ del valor teórico

7.2.3 Análisis de Iones por Cromatografía Iónica (IC)

El análisis de iones en partículas PM_{10} por IC se realiza siguiendo el procedimiento establecido por la EPA en su publicación SW-846, titulada *Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods*.

Este método ha sido desarrollado para realizar una determinación secuencial de los siguientes aniones: Fluoruro (F^-), Cloruro (Cl^-), Nitrito (NO_2^-), Bromuro (Br^-), Nitrato (NO_3^-), Fosfato (PO_4^{3-}) y Sulfato (SO_4^{2-}) en muestras acuosas.

El límite de detección del método, corresponde a la mínima concentración de una sustancia que puede ser medida y reportada con un 99% de confianza que el valor es mayor a cero. Generalmente, la concentración mínima detectable está en el rango de 0.05 mg/L para el F^- y de 0.1mg/L para el Cl^- , Br^- , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-} y SO_4^{2-} con un volumen de muestra de 50 μL y una escala de 20 μS para el detector de conductividad.

Equipo y materiales:

- Cromatógrafo de líquidos marca Dionex, modelo DX-500 con una velocidad de elución de 1 ml por minuto a una presión de 200 a 700 psi (1.3 a 4.8 MPa).
- Bomba cuaternaria marca Dionex, modelo GP-40.
- Detector de celda de conductividad marca Dionex, modelo ED-40.
- Automuestreador marca Dionex, modelo AS-50
- Columna marca Dionex, modelo ION PAC AS-144mm.
- Precolumna marca Dionex, modelo ION PAC AG-144mm.
- Sistema de computo personal con software Peak Net 5.1 para captura y procesamiento de datos .
- Reservorios de 4 litros para eluyente.
- Reservorio de 2 litros para lavado de líneas y columnas cromatográficas.
- Reservorio de plástico de 1 litro para lavado del inyector automático.
- Viales de polietileno de alta densidad de 10ml con septa de teflón y tapa.
- Acrodisco filtrante de 0.2 μ m
- Papel pH.
- Matraces aforados clase A de 10, 50, 100, 1000 y 2000 ml.
- Beakers.
- Picetas.
- Marcadores indelebles.
- Papel aluminio.
- Papel parafilm.

Reactivos:

- Estándares de los aniones a analizar, Fluoruro (F^-), Cloruro (Cl^-), Nitrito (NO_2^-), Bromuro (Br^-), Nitrato (NO_3^-), Fosfato (PO_4^{3-}) y Sulfato (SO_4^{2-}) certificados con trazabilidad NIST.
- Agua des ionizada grado reactivo tipo ASTM-II. El tiempo de vida de la columna puede ser extendido si el agua que se utiliza es pasada a través de un filtro de 0.22 μ m antes de su uso.
- Eluyente: 0.004M bicarbonato de sodio / 0.004M carbonato de sodio ($NaHCO_3/Na_2CO_3$).

Procedimiento

Preparación de muestras:

- Las muestras a utilizar son las obtenidas con el Procedimiento Estándar de Operación SOP 5.2.2 Laboratorio de Monitoreo del Aire USAC/Swisscontact.
- De cada filtro de 37mm, se cortan cuatro círculos de un área de 0.502 cm² (para un área total de 2.008 cm²).

- Los círculos obtenidos de esta manera son colocados en un tubo de ensayo y se les agrega 10ml de agua desionizada grado reactivo.
- Los tubos de ensayo que contienen las muestras a analizar son colocados en una gradilla e introducidos en un baño de ultrasonido por una hora (es importante mencionar que la temperatura de las muestras se debe de mantener por debajo de 4°C en todo el proceso de preparación).
- Colocar la gradilla que contiene las muestras en un agitador vortex y agitar durante 12 horas.
- Filtrar las muestras con un acrodisco de 0.2 µm y colocar el líquido filtrado en los viales de polietileno de alta densidad de 10ml a utilizar en el auto muestreador.

Curva de Calibración:

Para poder realizar un análisis satisfactorio, se utilizan dos curvas de calibración, una a concentraciones altas y la otra a concentraciones bajas.

- De los estándares certificados se toman las siguientes alícuotas para producir la solución stock la cual es una mezcla de los aniones a analizar, pero a alta concentración (100ppm).

Tabla No.3

<i>analito</i>	<i>Concentración del estándar certificado (ppm)</i>	<i>Alícuota (ml)</i>	<i>Volumen final (ml)</i>	<i>Concentración de la solución Stock (ppm)</i>
F ⁻	1000	1		
Cl ⁻	1000	1		
NO ₂ ⁻	1000	1		
Br ⁻	1000	1	10	100
NO ₃ ⁻	1000	1		
PO ₄ ⁻³	1000	1		
SO ₄ ⁻²	1000	1		

- Para la curva de calibración alta se toma la solución stock, antes preparada y se realizan las diluciones correspondientes:

Tabla No.4

<i>Solución stock (ml)</i>	<i>Volumen final (ml)</i>	<i>Concentración final (ppm)</i>
3	10	30
2	10	20
1	10	10
0.5	10	5
0.1	10	1

- Para la curva de calibración de concentración baja, se utiliza los estándares de 10 ppm y de 1 ppm, realizando las diluciones correspondientes:

Tabla No.5

<i>Solución de 10 ppm (ml)</i>	<i>Solución de 1 ppm (ml)</i>	<i>Volumen final (ml)</i>	<i>Concentración final (ppm)</i>
1		10	1
0.5		10	05
	1	10	0.1
	0.5	10	0.05

- Estabilidad de las soluciones Stock y estándares: Las soluciones Stock son estables por un mes si son guardadas en frascos ámbar y a 4°C. Los estándares deben de ser preparadas semanalmente.

Análisis:

- Establecer los parámetros de operación del cromatógrafo seleccionando el método a utilizar por medio del equipo de computo controlador en el programa Peak Net.
- Iniciar el flujo de la solución regenerante a través de la columna supresora.
- Ajustar el equipo para una máxima sensibilidad y cualquier otro rango necesario.
- Iniciar el bombeo del eluyente a través de las columnas. Después de que una línea base estable sea obtenida, inyectar el estándar de concentración intermedia. Si se observa un desvío mayor al $\pm 10\%$, preparar estándares nuevos.

- Cuando se hallan obtenido valores aceptables para la curva de calibración, se comienza con la inyección de las muestras.
- Relacionar los tiempos de retención y el área de la curva para determinar el analito y la concentración de este.
- Si la respuesta del pico excede el rango de trabajo del sistema, diluir la muestra con una cantidad apropiada de agua grado reactivo y reanalizar.

NOTA: Nitrato y sulfato exhiben grandes cantidades de cambios, aunque, todos los aniones son afectados en algún grado. En algunos casos, la migración de picos puede producir bajas resoluciones o hacer imposible la identificación.

Calculos

- Calcular los siguientes parámetros: pendiente (s), intercepto (I) y coeficiente de correlación por medio del método de los mínimos cuadrados. La pendiente y el intercepto definen la relación entre la concentración y la respuesta del instrumento:

$$y = s x + I$$

y = respuesta del instrumento

s = pendiente de la respuesta

x = concentración del estándar

I = Intercpto

Reordenando la ecuación anterior se puede determinar la concentración de una muestra dada, si se tiene la respuesta que tiene el instrumento a dicha muestra.

- El equipo de computo convierte la señal obtenida del cromatógrafo a ppm, de esta manera los datos reportados están dados en $\mu\text{g/ml}$.

$$\mu\text{g/filtro} = (107.5 \times A)/2.008$$

Donde A es la concentración corregida del anión a analizar en ppm.

Control de Calidad:

- La curva de calibración debe de ser verificada todos los días o siempre que el eluyente es cambiado y siempre que se inyecte alguna muestra. Si la respuesta o el tiempo de retención de alguno de los analitos varia $\pm 10\%$ la curva de calibración deberá de repetirse con soluciones estándar nuevas.

- La respuesta no lineal puede resultar cuando la capacidad de la columna separadora es excedida (sobrecarga). La máxima carga que podrá soportar la columna separadora es de cerca 400ppm.
- Los tiempos de retención de los diferentes aniones a analizar son nominales y dependen mucho de las condiciones a las que se desarrolle el análisis, así por ejemplo, la temperatura ambiental y humedad varían levemente este parámetro, también cada anión tiene diferente susceptibilidad a las variaciones de temperatura.

Tabla No.6

<i>Analito</i>	<i>Tiempo de retención (min)</i>
F ⁻	4.85
Cl ⁻	6.57
NO ₂ ⁻	7.53
Br ⁻	9.13
NO ₃ ⁻	10.07
PO ₄ ⁻³	15.01
SO ₄ ⁻²	20.26

7.2.4 Análisis de Carbono por Reflectancia Óptica Térmica (TOR)

El análisis de Carbón total, carbón orgánico y carbón elemental se realiza siguiendo el procedimiento establecido por el Desert Research Institute, división de Ciencias Atmosféricas, en su publicación: DRI STANDARD OPERATING PROCEDURE Thermal/Optical Reflectance Carbon Analysis of Aerosol Filter Samples DRI SOP #2-204.6.

Principio de operación

El analizador de carbón por reflectancia óptica térmica se basa en la oxidación del carbono orgánico y elemental (CO) y (CE) que se lleva a cabo a diferentes temperaturas. El analizador trabaja: 1) liberando los compuestos del carbón a diferentes temperatura y a distintos ambientes oxidantes, los compuestos orgánicos se volatilizan en una atmósfera de helio (He) puro, a temperaturas de 120 a 550°C, mientras que el carbón elemental se oxida en presencia de oxígeno y a temperaturas de 550 a 900°C; esto sobre una porción de 0.536 cm² tomada de un filtro de cuarzo; 2) convirtiendo estos compuestos a dióxido de carbono (CO₂) pasando los compuestos volatilizados a través de un oxidante de dióxido de manganeso activado (MnO₂); 3) la reducción del CO₂ a metano (CH₄) ocurre cuando el flujo pasa a través de un reductor catalítico (catalizador de

níquel-hidrogeno activado); y 4) la cuantificación equivalente del CH_4 es llevada a cabo con un detector de ionización de flama (FID).

La principal función del componente óptico (reflectancia y transmitancia laser) es la de realizar las correcciones por pirolisis de compuestos de carbono orgánico que se transformen a carbón elemental. Sin esta corrección, la fracción de carbón orgánico colectada en la muestra será subestimada y por consecuencia la fracción de carbón elemental será sobrestimada debido a la inclusión de algo de carbono proveniente de la pirolisis de compuestos orgánicos. La corrección por pirolisis es hecha gracias al constante monitoreo de la reflectancia del filtro (por medio de un láser de helio-neon y un foto detector) en todo momento del ciclo de análisis. Esta reflectancia está ampliamente dominada por la presencia de carbón elemental, el cual es capaz de absorber de mejor manera la luz. Por medio del monitoreo de la reflectancia, la porción de carbón elemental que corresponda al carbón orgánico pirolisado puede ser asignado a la fracción orgánica del carbón.

Equipo y Material:

- Analizador de carbono (Instrumento experimental diseñado y construido por el Instituto de Investigación del Desierto (Desert Research Institute) USA, modelo DRI thermal Optical analyzer 2001. El analizador está compuesto por dos partes principales:
 - Módulo de muestreo
 - Módulo de análisis, este a su vez está compuesto por tres sistemas,
 - Sistema Neumático: controla la introducción de la muestra, el cierre hermético del sistema durante el calentamiento y los tiempos de inyección de la muestra.
 - Sistema de Calentamiento: aquí se llevar a cabo la volatilización de los compuestos de CO y CE.
 - Sistema Óptico: Se encarga de monitorear la pirolisis durante la oxidación de carbón orgánico y la conversión de las moléculas a carbón elemental.
- Computadora personal acoplada al modulo de muestreo y análisis.

Procedimiento:

- Los filtros a utilizar en el análisis de carbono, son filtros de cuarzo de 37mm de diámetro, utilizados en el muestreo de bajo volumen.
- Cortar un círculo de 0.536 cm^2 de un filtro utilizado en muestreos de PM_{10}
- Colocar el círculo anteriormente cortado en la entrada de la muestra del analizador.
- iniciar la secuencia de análisis.
- el protocolo de análisis obedece las normas IMPROVE

- Protocolo IMPROVE: Se realiza la combustión del carbón orgánico a una temperatura máxima de 550°C, cuando la cantidad de carbón detectada decrece, se eleva la presión y temperatura a máximo 600°C, llevándose a cabo la pirolisis del carbón orgánico residual. Al terminar la pirolisis se inyecta oxígeno, con lo cual se inicia la combustión del carbón elemental, a la temperatura máxima de 900°C.
- Los resultados obtenidos están dados en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$

Interferencias en el Análisis

La presencia de compuestos carbonatados constituye una interferencia en el análisis si representan más del 5% del carbón total en el ambiente ó en las fuentes de emisión. Para minimizar las interferencias asociadas con los compuestos carbonatados en las muestras, es necesaria la aplicación de un pre tratamiento de ácido, agregándole a las muestras 20 μl de HCl a 0.4N.

La presencia de algunos minerales en sólidos, pueden afectar la corrección del láser (pirolisis), estos minerales cambian el color de la muestra a altas temperaturas, por lo que resulta en un oscurecimiento de las mismas. Para minimizar esta parte se pueden examinar las muestras manualmente para poder dividir la fracción orgánica de la elemental. La presencia de algunos elementos (Na, K, Pb, Mn, V, Cu, Ni, Co y Cr), puede ocasionar la contaminación de los filtros o pueden formar parte del material depositado en el filtro, presentándose como una remoción del carbón elemental a bajas temperaturas, afectando la distribución en el análisis de los picos del carbón.

El vapor de agua contenido en el depósito o removido después de la acidificación de la muestra, puede afectar la línea base del FID. Por lo que la muestra deberá de ser desecada para el análisis.

Las llamadas “influencias positivas” referidas como adsorción de vapores orgánicos, resultado de la deposición de gases en la superficie y las fibras del filtro, con lo que se incrementa la cantidad de masa depositada y la concentración de algunos compuestos; hasta en un 50% según estudios realizados en muestras del sureste de California, siendo esta la interferencia más común. Las influencias negativas o pérdidas evaporativas se generan cuando se gasifican compuestos por efecto de la temperatura, la presión, la humedad relativa y la concentración del compuesto, tanto durante el muestreo como durante el manejo y almacenamiento de las muestras, misma que se ha cuantificado entre el 40 y 80% de los compuestos orgánicos volátiles. Ambos efectos han sido estudiados durante las últimas décadas sin hasta ahora ser completamente comprendidos ni haberse encontrado procedimientos o técnicas de manejo de filtros, muestreo o análisis de carbón que permitan de manera económica su minimización y control.

Un procedimiento recomendado de tratamiento de las “influencias positivas” es el de prequemado de filtros a 900°C durante un lapso de al menos cinco horas, sin embargo pese a que

se observan reducciones significativas en el contenido de carbón (orgánico y elemental), tiene el inconveniente de que deficiencias en el manejo de los filtros pueden incurrir en una mayor adsorción de compuestos orgánicos volátiles.

Validación de datos:

- Primero se verificar manualmente el termograma y la tabla del análisis en las copias impresas. La persona responsable del área es la que revisara los datos. Se seguirán los pasos a continuación citados para verificar las tablas de análisis.
- Verificar que el número de identificación corresponda.
- Que la fecha del análisis sea la correcta.
- Que el área del corte señalada sea la correcta; si el valor es erróneo se deberán de realizar los cálculos a mano.
- Que el área de los picos de calibración estén dentro de los valores.
- Que la línea inicial y final del FID se encuentre dentro de 3 unidades; un exceso de la línea del FID requerirá de realizar nuevamente el análisis.
- NOTA: algunas muestras muy cargadas ocasionan que el FID este por encima de las 3 unidades indicadas, no importando el tipo de análisis que se corra, pero si este no es el caso puede que se tenga un problema con el analizador.
- El tiempo de división del láser bajo y alto deberán de estar dentro de 10 segundos uno con respecto al otro. Para tiempos mayores a 10 segundos, verifique que el tiempo de división bajo para CO y alto para CO no difiera en más del 5%. Para valores mayores al 5% de CO ó menores, es el resultado de una muestra muy limpia o muy oscura, requiriendo de reanalizar.

7.2.5 Análisis Morfológico y Elemental por Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido (Scanning electron microscope) es un instrumento que proporciona una imagen ampliada de las partículas atrapadas en los filtros utilizados para la determinación de PM_{10} . Características importantes como lo son morfología y tamaño real de las partículas son datos importantes en una caracterización de partículas. El análisis elemental cualitativo se desarrolla gracias a un microsonda detectora de rayos X, la cual permite determinar la presencia de elementos con número atómico mayor al helio. El sistema permite realizar el análisis de toda el área que se encuentre bajo observación en el microscopio al cual está acoplado, y además, se pueden seleccionar puntos específicos en el área observada correspondientes a la amplificación elegida,

teniéndose entonces la posibilidad de analizar puntos tan pequeños como $1\mu\text{m}$ o aún áreas menores, dependiendo esto de las características que la propia muestra posea.

Equipo y material:

- microscopio electrónico de barrido y emisión secundaria con control de rangos variables de vacío (presión variable), marca JEOL modelo JSM-5900 LV.
- Microsonda acoplada de análisis espectrofotométrico de energía dispersiva de rayos X de marca OXFORD (EDS), modelo 7274.
- Porta muestras de aluminio puro, de 12.5mm de diámetro por 10mm de alto.
- Etiqueta de carbón conductivo con doble adhesivo marca EMS.
- Carbón coloidal
- Filtros de cuarzo utilizados en muestreo de PM_{10} .
- Estereoscopio.
- Sistema para deposición iónica al vacío de carbón y metales, marca Denton Vacuum, modelo Desk III.
- Pinzas, varios tipos.
- tijeras.

Procedimiento

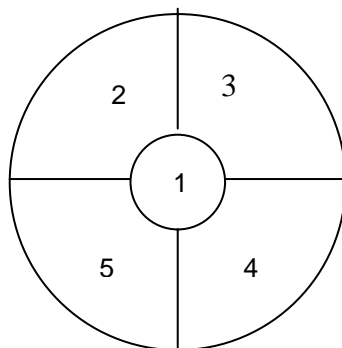
Preparación de la muestra:

- De cada filtro de alto volumen se preparan 2 probetas, una de las cuales es un círculo de 12mm de diámetro cortado de una porción intermedia entre el centro y la orilla de cada filtro. Este círculo es adherido mediante una etiqueta de carbón conductivo con doble adhesivo marca EMS a un cilindro de aluminio puro de 12.5mm de diámetro por 10mm de alto, que hace las veces de porta muestras, y la otra probeta obtenida mediante una impresión de la superficie de un área correspondiente a 1.2cm de diámetro.
- Las dos probetas de esta manera preparadas, son examinadas bajo el estereoscopio para determinar si no han sido dañadas durante la preparación y para identificarlas.
- Con la ayuda del estereoscopio, a todas las probetas preparadas a partir de un círculo cortado del filtro utilizado en el muestreo de PM_{10} se les agrega en la orilla carbón coloidal con la finalidad de que la muestra no esté eléctricamente aislada (unida al ánodo).
- Por último todas las probetas son recubiertas con una micro capa de oro, esto se lleva a cabo en el sistema para deposición iónica al vacío de carbón y metales.

Análisis:

- Método de Conteo: Se analizan imágenes de 5 campos de cada círculo del filtro en estudio (centro y los cuatro cuadrantes):

Gráfico 8



- Las imágenes se imprimen a 5,000X de amplificación, con un área cercana a $500\mu\text{m}^2$, y la selección de cada uno de los campos se realiza de manera aleatoria.
- Se analiza forma, tamaño, textura y aspecto de las partículas más frecuentes en el campo de estudio.
- El valor de la densidad numérica se determina mediante el método de Floderus modificado, que se basa en el conteo directo de estructuras o partículas en áreas calibradas conocidas, por ejemplo, $100\mu\text{m}^2$, $500\mu\text{m}^2$, 1mm^2 , etc. Si contamos un número de áreas representativas suficiente, podremos obtener el promedio y extrapolarlo a la totalidad de 1cm^2 de la muestra, y así se determina la densidad numérica total. Este procedimiento se realiza de manera estimativa.
- Después de haber realizado la estimación de densidad numérica, se procede a buscar las partículas más comúnmente presentes en cada una de las regiones, seleccionando los ejemplos más demostrativos de cada una de ellas, realizando el análisis químico elemental que nos permitiera caracterizarlas de la manera más precisa, estudiando el número de campos suficiente para demostrar la variedad en cada región, es decir, 5 campos de cada uno (un punto central y un punto en cada uno de los 4 cuadrantes) a 5,000X de amplificación y 15kV de voltaje de aceleración, con una resolución del sistema de la microsonda de 60 eV y un tiempo de captura de señal de 30 a 60seg según el caso.
- Todos los datos, imágenes y espectros de cada partícula pueden ser almacenados para facilitar su análisis, comparación y ordenamiento que se requieren en el estudio.

7.3 Análisis de Resultados

Los resultados son presentados utilizando estadística descriptiva (tablas, gráficas, promedios y porcentajes).

7.3.1 Análisis gravimétrico

Los resultados obtenidos a partir de éste análisis son presentados en forma de tablas y gráficos, también se obtienen promedios y se comparan los resultados de los dos puntos de muestreo bajo estudio.

7.3.2 Análisis de metales

Los resultados obtenidos a partir de éste análisis son presentados en forma de tablas y gráficos, también se obtienen promedios y porcentajes de cada uno de los metales analizados.

7.3.3 Análisis de iones

Los resultados obtenidos a partir de éste análisis son presentados en forma de tablas y gráficos, también se obtienen promedios y porcentajes de cada uno de los iones analizados.

7.3.4 Análisis de carbono

Los resultados obtenidos a partir de éste análisis son presentados en forma de tablas y gráficos, también se obtienen promedios y porcentajes de carbono orgánico, elemental y total.

7.3.5 Análisis morfológico y elemental

Los resultados se presentarán en tablas y gráficos, además se muestran las micrografías más representativas entre las muestras analizadas. Para el análisis elemental se obtienen porcentajes de los elementos encontrados.

8 Resultados

8.1 Análisis gravimétrico

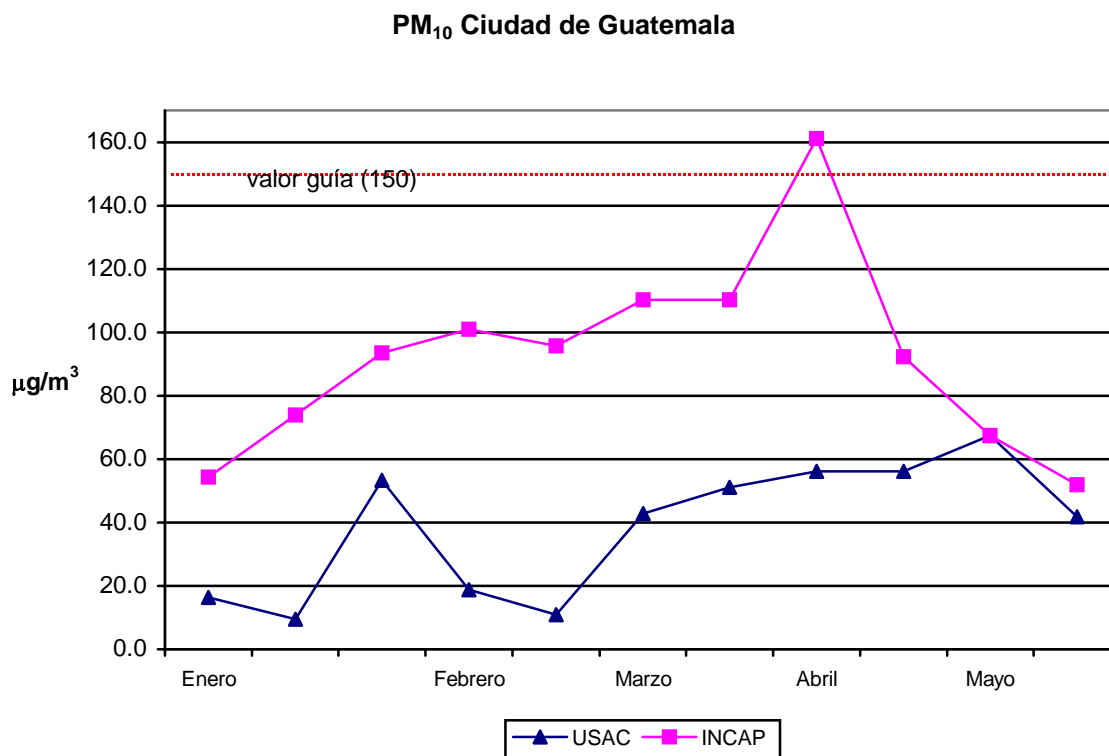
Tabla No.7

Resultados del análisis gravimétrico de partículas PM_{10} expresado en $\mu g/m^3$. Se muestran los promedios mensuales, el número de muestras obtenidas, la desviación estándar (DE), el valor máximo y mínimo observado y el valor promedio.

	Promedio mensual					Estadísticas				
	Enero	Febrero	Marzo	Abril	Mayo	muestras	DE	máximo	mínimo	promedio
USAC	26.4	14.9	47.0	56.2	54.7	11	20.9	67.5	9.5	38.6
INCAP	74.0	98.3	110.2	126.8	59.7	11	30.8	161.2	51.9	92.0

Gráfico 9

Valores observados de enero a mayo de PM_{10} en los dos puntos de muestreo bajo estudio, se incluye en color rojo el valor guía según EPA para un muestreo de 24 horas.



8.2 Análisis de metales

Tabla No.8

USAC: Resultados del análisis de metales en muestras colectadas en la Universidad de San Carlos de Guatemala. Los resultados son expresados en $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Se muestra el promedio mensual, el número de muestras analizadas, la desviación estándar (DE) y el promedio para cada metal.

Parámetros	Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Pb	V
Enero	0.206	0.001	0.003	0.015	0.324	0.122	0.010	0.011	0.019	0.021
Febrero	0.079	0.000	0.002	0.005	0.179	0.059	0.004	0.006	0.006	0.006
Marzo	0.265	0.001	0.008	0.007	0.356	0.126	0.011	0.005	0.004	0.012
Abril	0.219	0.001	0.008	0.017	0.259	0.088	0.008	0.020	0.011	0.050
Mayo	0.168	0.001	0.013	0.033	0.340	0.119	0.013	0.022	0.056	0.052
muestras	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
DE	0.069	0.000	0.006	0.012	0.069	0.027	0.003	0.008	0.032	0.022
Promedio	0.184	0.001	0.008	0.018	0.299	0.106	0.010	0.014	0.026	0.032

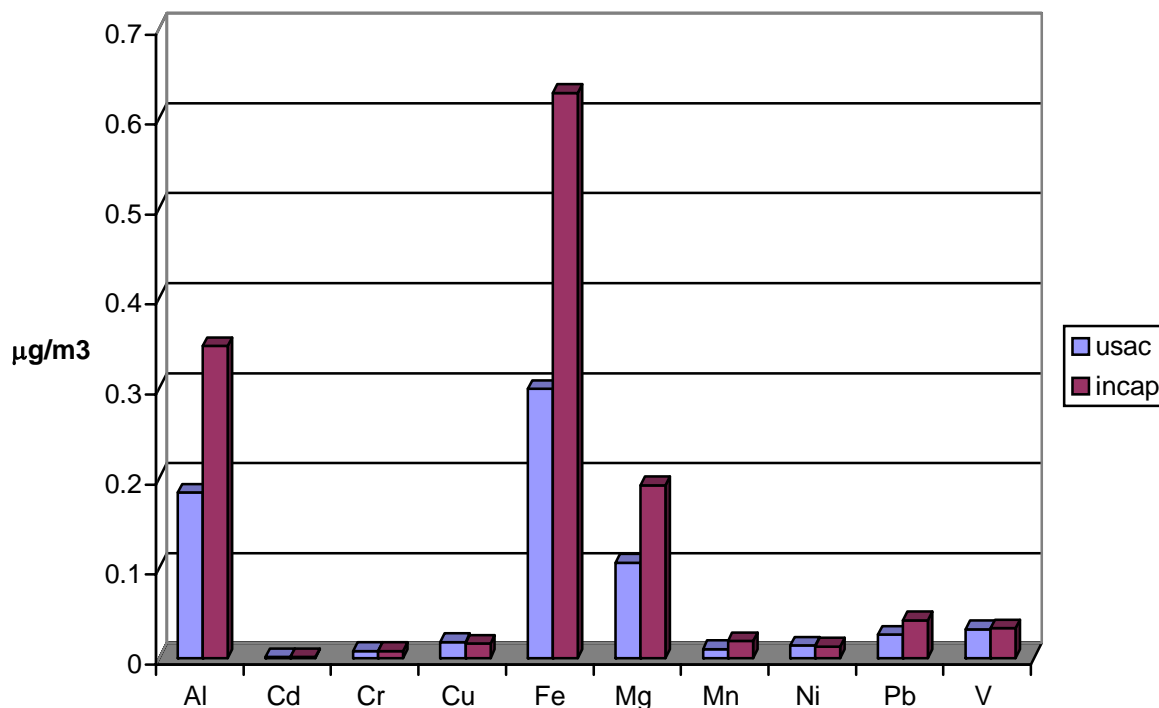
Tabla No.9

INCAP: Resultados del análisis de metales en muestras colectadas en el Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá. Los resultados son expresados en $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Se muestra el promedio mensual, el número de muestras analizadas, la desviación estándar (DE) y el promedio para cada metal.

Parámetros	Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Pb	V
Enero	0.618	0.001	0.007	0.024	0.871	0.232	0.023	0.027	0.068	0.077
Febrero	0.306	0.001	0.009	0.014	0.648	0.230	0.016	0.004	0.018	0.012
Marzo	0.453	0.001	0.009	0.020	0.771	0.207	0.025	0.025	0.119	0.066
abril	0.254	0.001	0.008	0.013	0.509	0.172	0.017	0.008	0.016	0.020
Mayo	0.199	0.000	0.009	0.011	0.463	0.139	0.014	0.005	0.014	0.005
muestras	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
DE	0.160	0.001	0.001	0.005	0.165	0.037	0.005	0.010	0.043	0.031
Promedio	0.347	0.001	0.008	0.016	0.628	0.192	0.019	0.013	0.042	0.033

Gráfico 10

Concentración promedio (de enero a mayo) de los metales analizados en los dos puntos de muestreo bajo estudio.



8.3 Análisis de iones

Tabla No.10

USAC: resultados del análisis de iones en muestras colectadas en la Universidad de San Carlos. Los resultados están expresados en $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Se muestra el promedio mensual, el número de muestras analizadas, la desviación estándar (DE) y el promedio para cada ión.

Parámetros	Fluoruro	Cloruro	Nitrato	Bromuro	Nitrato	Fosfato	Sulfato
Marzo	<LDM	2.54	0.09	<LDM	5.90	<LDM	25.03
Abril	<LDM	1.64	<LDM	<LDM	5.44	<LDM	27.37
Mayo	<LDM	3.51	0.32	<LDM	6.28	<LDM	23.12
muestras	5	5	5	5	5	5	5
DE	--	1.96	0.17	--	3.18	--	10.27
Promedio	<LDM	2.45	0.18	<LDM	5.03	<LDM	20.29

<LDM = menor al límite de medición

Tabla No.11

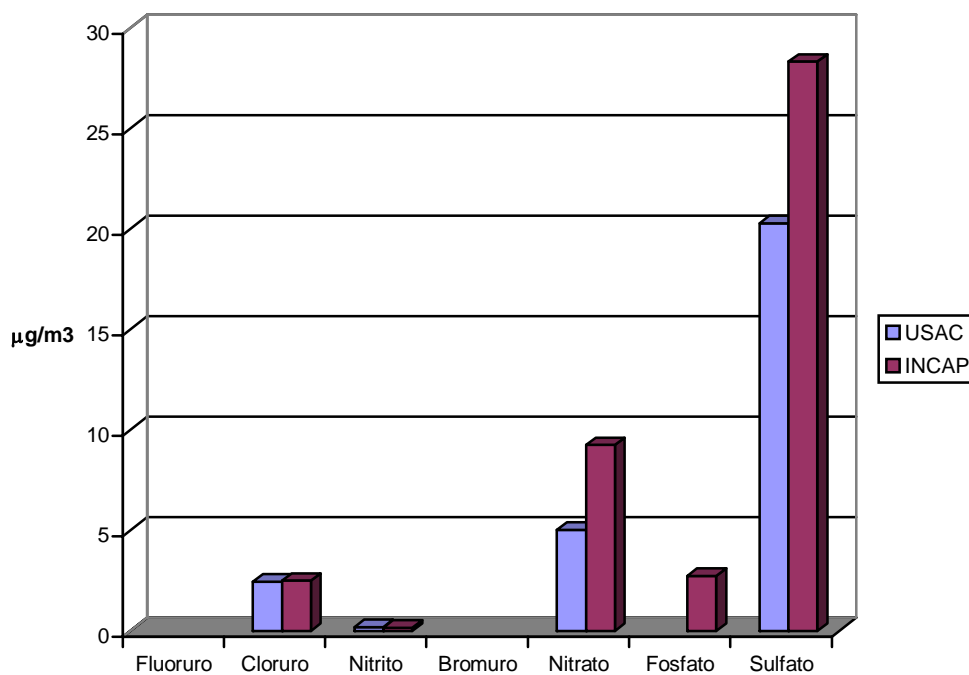
INCAP: resultados del análisis de iones en muestras colectadas en el Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá, los resultados están expresados en $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Se muestra el promedio mensual, el número de muestras analizadas, la desviación estándar (DE) y el promedio para cada ión.

Parámetros	Fluoruro	Cloruro	Nitrito	Bromuro	Nitrato	Fosfato	Sulfato
Marzo	<LDM	3.09	0.16	<LDM	11.55	<LDM	26.59
Abril	<LDM	2.67	<LDM	<LDM	11.78	2.75	32.06
Mayo	<LDM	1.58	0.15	<LDM	1.90	<LDM	22.61
muestras	4	4	4	4	4	4	4
DE	--	0.73	0.00	--	7.26	--	6.83
Promedio	<LDM	2.50	0.15	<LDM	9.25	2.75	28.33

<LDM = menor al límite de medición

Gráfico 11

Concentración promedio (de marzo a mayo) de los iones analizados en los dos puntos de muestreo bajo estudio.



8.4 Análisis de carbono

Tabla No.12

USAC: resultados del análisis de carbono en muestras colectadas en la Universidad de San Carlos, los resultados están expresados en $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Se muestra el promedio mensual, el número de muestras analizadas, la desviación estándar (DE) y el promedio para carbono orgánico (CO), carbono elemental (CE) y carbono total (CT).

<i>Parámetros</i>	<i>CO</i>	<i>CE</i>	<i>CT</i>
Marzo	7.4	4.0	11.4
Abril	7.2	2.1	9.3
Mayo	9.0	4.9	13.9
muestras	5	5	5
DE	1.3	1.8	2.1
máximo	9.8	7.1	14.6
mínimo	7.2	2.1	9.3
Promedio	8.3	4.1	12.5

Tabla No.13

INCAP: resultado del análisis de carbono en una muestra colectada en el Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá, el resultado está expresado en $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Se muestra el promedio mensual, el número de muestras analizadas, el promedio para carbono orgánico (CO), carbono elemental (CE) y carbono total (CT).

<i>Parámetros</i>	<i>CO</i>	<i>CE</i>	<i>CT</i>
Marzo	14.8	12.4	27.2
muestras	1	1	1
Promedio	14.8	12.4	27.2

Gráfico 12

Concentración promedio (de marzo a mayo) de carbono analizado en los dos puntos de muestreo bajo estudio.

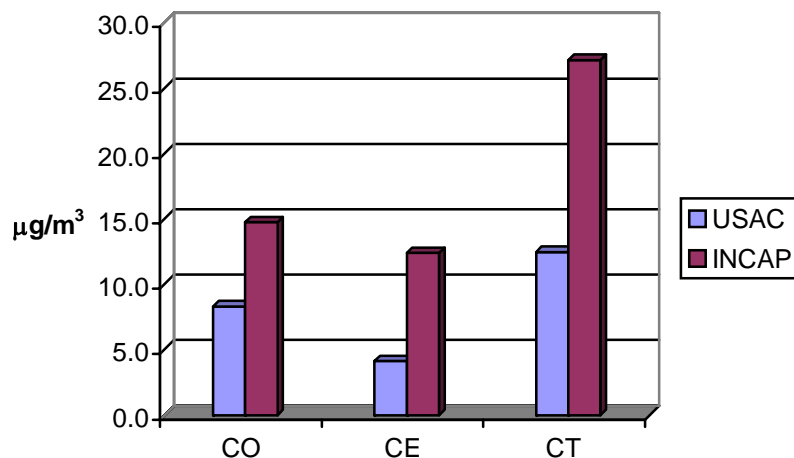
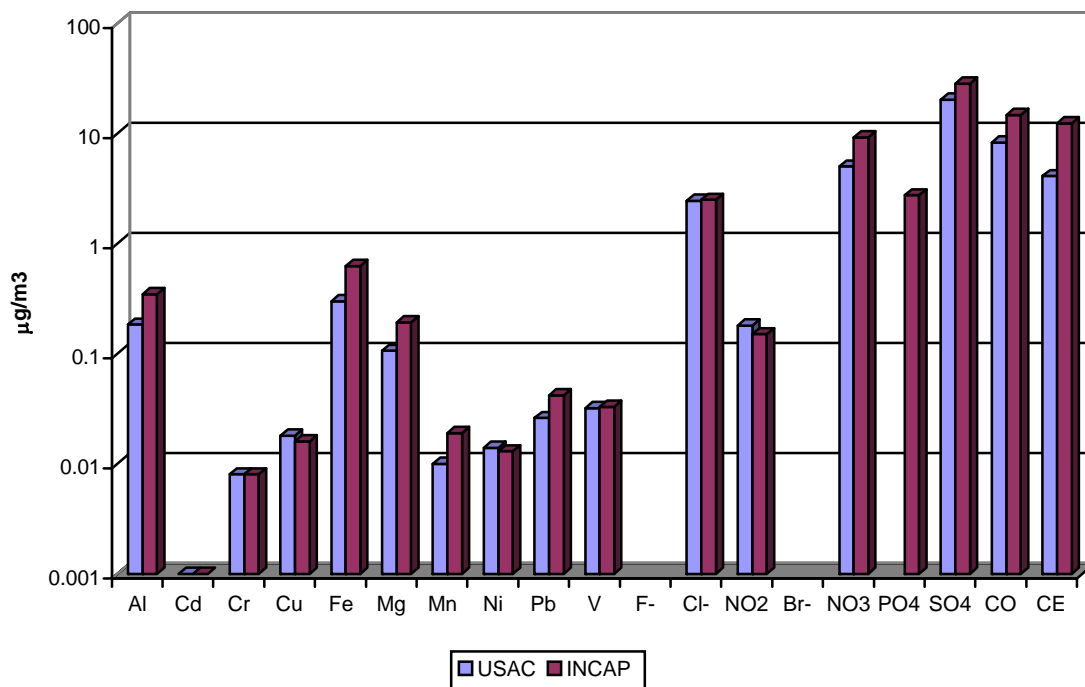


Gráfico 13

Concentración promedio (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$) de todas las especies químicas analizadas cuantitativamente en muestras de los dos puntos de muestreo bajo estudio.



8.5 Análisis Morfológico y Elemental por Microscopía Electrónica

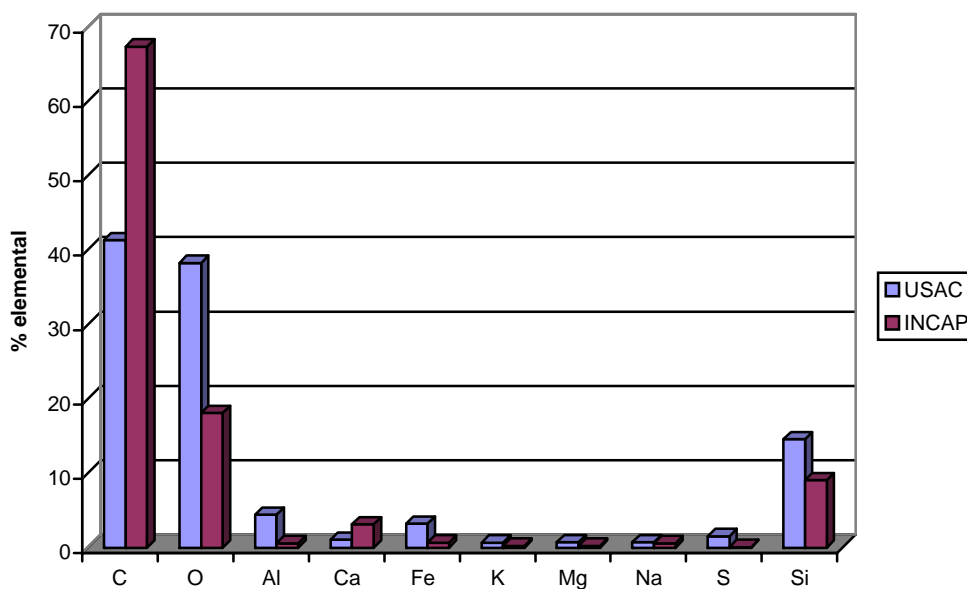
Tabla No.14

Resultados del análisis elemental cualitativo en muestras colectadas en la ciudad de Guatemala, los resultados son expresados en porcentaje elemental (%), se muestran los diez elementos con mayor porcentaje y más frecuentes. **Las micrografías del análisis morfológico se muestran en el anexo 1.**

Lugar	USAC	INCAP
Elemento	%	%
C	41.33	67.33
O	38.27	18.09
Al	4.43	0.59
Ca	1.04	3.12
Fe	3.22	0.68
K	0.66	0.23
Mg	0.72	0.23
Na	0.71	0.59
S	1.54	0.09
Si	14.58	9.06

Gráfico 14

Representación gráfica de los resultados del análisis elemental cualitativo, se muestran los diez elementos más frecuentes.



9 Discusión de resultados

9.1 Análisis gravimétrico

El análisis gravimétrico de PM_{10} se realizó sobre 22 muestras colectadas de enero a mayo del año 2005, realizando un muestreo cada 15 días con equipo de alto volumen, tomando dos muestras por mes, con excepción del mes de enero donde fueron tres las muestras obtenidas.

Los resultados del análisis gravimétrico claramente muestran una mayor concentración de PM_{10} para el punto de muestreo ubicado en el Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá (INCAP) con respecto a las concentraciones encontradas en la Universidad de San Carlos de Guatemala (USAC). También se observa un aumento gradual de concentración de PM_{10} de enero a abril y una súbita caída en el mes de mayo.

La marcada diferencia entre las concentraciones de la USAC y el INCAP reflejan la influencia del tráfico vehicular al que está sometida la zona denominada "el trébol" en donde se sitúa el INCAP. Por el contrario, la USAC está situada en una zona residencial, con áreas verdes por lo cual los niveles de PM_{10} son bastante bajos.

El aumento gradual de la concentración de PM_{10} desde enero hasta abril, obedece a un comportamiento observado durante varios años en estudios realizados por el Laboratorio de Monitoreo del Aire (LMA), en los cuales se ha observado que la concentración de PM_{10} aumenta en la época seca (de noviembre a abril) y disminuye en la época húmeda (de mayo a octubre), efectivamente se observan las mayores concentraciones en marzo y abril cuando la época seca llega a su cúspide, y con las primeras lluvias de mayo se disminuye la cantidad de partículas en el aire.

De acuerdo a los estándares de calidad del aire de la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos de América (EPA), el nivel máximo permisible para un muestreo de 24 horas es de $150 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y un promedio anual de $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$. En los análisis efectuados, únicamente una muestra en el mes de abril sobrepasó el límite para un muestreo de 24 horas, sin embargo, el promedio de las concentraciones encontradas en el INCAP sobrepasa ampliamente el valor máximo para un promedio anual. Esto confirma los valores reportados por el LMA para el año 2004 donde se muestra un promedio anual de 38 y $82 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para la USAC y el INCAP respectivamente.

9.2 Análisis de metales

El análisis de metales se efectuó en 12 de las 22 muestras obtenidas en los meses de enero a mayo con equipo de alto volumen. Se seleccionó una muestra por mes, más una muestra que corresponde al valor más alto observado en cada uno de los dos puntos de muestreo bajo estudio.

Los resultados muestran que la concentración de metales en las muestras analizadas es baja y que los más abundantes son el hierro, el aluminio y el magnesio.

De acuerdo a la EPA, entre las sustancias tóxicas del aire se encuentran diez metales, de los cuales se analizaron el cadmio, cromo, manganeso, níquel y plomo.

Cadmio: la principal fuente de cadmio al aire es la quema de combustibles fósiles, tales como el carbón y derivados del petróleo, además de la incineración de desechos municipales. Efectos en la salud como irritación pulmonar y disfunción renal son algunos de los observados sobre el hombre. La malformación fetal y el cáncer en animales a llevado a la EPA a catalogar a el cadmio en el grupo B1 como posible cancerígeno para el ser humano.

Sin embargo, los niveles de cadmio encontrados tanto en la USAC como en el INCAP son muy bajos, comparados con el nivel máximos permisible establecido por la EPA para una exposición crónica, el cual es de $0.01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y el establecido por la Organización Mundial de la Salud (OMS) de $0.005 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un promedio anual, Aunque la OMS no incluye al cadmio entre las sustancias cancerígenas.

Cromo: se encuentra naturalmente en rocas, animales, plantas, el suelo y emisiones volcánicas. El cromo se encuentra en el ambiente principalmente en su forma trivalente, la forma hexavalente y el cromo metálico son producidos por procesos industriales. En el aire las emisiones de cromo son principalmente de cromo III, de estas las principales fuentes industriales de cromo a la atmósfera son las relacionadas a la producción de hierro cromado, extracción de minerales y la producción de cemento. El recubrimiento del freno y los convertidores catalíticos en los automóviles así como el tratamiento de pieles y pigmentos que contienen cromo, también contribuyen a elevar los niveles de cromo atmosférico. Estudios en humanos han establecido claramente que la inhalación de cromo VI es un carcinógeno humano, resultando en un incremento en el riesgo de padecer cáncer de pulmón.

Sin embargo, la población en general es expuesta a cromo (generalmente Cr III) por medio de la comida, el agua y el aire. El nivel de cromo en el aire normalmente se encuentran entre 0.2 a $0.4 \mu\text{g}/\text{m}^3$. (13)

Los niveles de cromo encontrados en muestras analizadas tanto en la USAC como en el INCAP son muy bajos, comparados con los niveles antes mencionados. Es importante mencionar que el método de análisis utilizado (Espectroscopia de Absorción Atómica) no permite distinguir entre cromo III y cromo VI, por lo que la concentración reportada es la suma de las dos especies.

Manganeso: se encuentra naturalmente en muchos tipos de rocas y suelos, este elemento es ubicuo y se encuentra a bajos niveles en el agua el aire y la comida. Los niveles de manganeso en el aire pueden ser aumentados debido a la actividad de plantas productoras de acero y plantas generadoras de energía por quema de coque. El manganeso se encuentra normalmente a concentraciones de $0.02 \mu\text{g}/\text{m}^3$ en el aire y la OMS a ha establecido un valor máximo permisible de $0.15 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un promedio anual.(13)(24)

De acuerdo a lo anterior, los niveles de manganeso encontrados en la USAC y el INCAP se encuentran dentro de los rangos normales para el aire.

Níquel: estudios en animales y humanos han mostrado un aumento en el riesgo de padecer cáncer de pulmón y nariz por la inhalación de níquel y subsulfuro de níquel; debido a esto

la EPA ha clasificado a el níquel y al subsulfuro de níquel en el grupo A como cancerígeno para el hombre. El níquel es encontrado en aire a muy bajas concentraciones como resultado de las emanaciones producidas por la combustión de derivados del petróleo y carbón, además de la extracción de níquel de minerales.

Debido a su toxicidad, la EPA ha establecido un nivel máximo permisible para una exposición crónica de $0.05\mu\text{g}/\text{m}^3$ y la OMS ha establecido un riesgo unitario de 4×10^{-4} para una exposición de $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$. De acuerdo esto, también los niveles de níquel encontrados en los dos puntos de muestreo están por debajo de los límites aquí mostrados.

Plomo: la toxicidad del plomo ha sido ampliamente estudiada, por lo que en la actualidad forma parte de los estándares de calidad del aire en varios países. Por muchos años los altos niveles de plomo en la atmósfera fueron debidos a la combustión de gasolinas adicionadas con este metal, pero con la desaparición de éstas, los niveles de plomo bajaron considerablemente. A pesar de esto, la principal fuente de plomo sigue siendo la combustión de combustibles fósiles remanentes. (13)(14)(20)

Debido a esto, la EPA establece un nivel máximos permisible de $1.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un promedio trimestral, por su parte, la OMS indica un valor de $0.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para un promedio anual. En cualquiera de los casos los niveles encontrados en la USAC y el INCAP son menores. Sin embargo, es de notar la marcada diferencia en los niveles de plomo entre los dos puntos de muestreo, pues los niveles de plomo en el INCAP son casi el doble de los encontrados en la USAC, mostrándose nuevamente la influencia de las emisiones vehiculares.

De a cuerdo a los valores guías establecidos por instituciones como la EPA y la OMS los niveles de metales encontrados en el aire están dentro y/o bajo niveles seguros para la salud y el ambiente; sin embargo, estudios toxicológicos han relacionado los metales traza en el aire como posibles causantes de enfermedades respiratorias, tales como inflamaciones respiratorias y cardiovasculares; de esta cuenta se ha demostrado que los componentes metálicos de las partículas en suspensión, especialmente aquellos que son solubles en agua, son capaces de generar especies reactivas del oxígeno, las cuales actúan como iniciadoras de la respuesta inflamatoria en las células. Estudios realizados con partículas PM_{10} han mostrado que el Fe, V, Cu y Ni son metales que muestran toxicidad y una actividad inflamatoria sobre tejidos humanos y animales. (14)

Por otro lado, generalmente metales como el Al, Ca, Fe, K, Si y Ti son relacionados a fuentes naturales; y metales como Cr, Cu, Ni, Pb, V y Zn son asociados a fuentes antropogénicas, tanto industriales como tráfico vehicular. (2)(7)(13)(14)(17)(20)

Para poder tener una idea del origen de los metales encontrados en el aire se puede aplicar el factor de enriquecimiento (EF), este cálculo relaciona las concentraciones encontradas de los diferentes metales analizados con la concentración normal en la corteza terrestre. De esta manera, un valor de EF de 0 a 3 indica que el metal analizado tiene una procedencia natural y un

valor mayor a 50 indica que el origen del metal es antropogénico (2)(17)(20). Los resultados del EF son mostrados en el anexo 2; claramente se observa que el Fe y el Mg tienen un origen natural, mientras que el Cd, Cu, Pb y V tienen un marcado origen antropogénico, en el caso del Ni, Cr y Mn se observa que su origen posiblemente sea una combinación de las dos fuentes. Hay que considerar que el aluminio fue utilizado como referencia para los cálculos de EF, por lo tanto se da por hecho que el origen de éste es natural.

9.3 Análisis de iones

El análisis de iones se efectuó sobre 9 muestras colectadas de marzo a mayo en equipo de bajo volumen; las condiciones de muestreo y almacenamiento de las muestras imposibilitaron realizar el muestreo desde enero.

Se analizaron siete iones de los cuales sólo se encontraron cuatro. Con respecto a los iones encontrados en los dos puntos de muestreo, se puede decir que los niveles de cloruro y nitrato son bastante bajos, por el contrario, la concentración de sulfato es muy alta, mientras que el fosfato se encontró solamente en una muestra en el INCAP.

Debido a que los componentes iónicos (nitratos y sulfatos) se encuentran entre las especies mayoritarias encontradas en las partículas en suspensión y que generalmente provienen de fuentes naturales (7)(16)(17), no existen normas o valores guías para la mayoría de estos. Sin embargo, la concentración de iones es afectada significativamente cuando existen fuentes artificiales; tal es el caso del sulfato y el nitrato que pueden provenir de emisiones de SO₂ y NO_x. Debido a esto, los altos niveles de sulfatos sugieren que existe una contribución por parte de emisiones de dióxido de azufre o alguna otra. En el caso de el sulfato, la Agencia de Protección al ambiente de California (CalEPA) ha sugerido un valor guía de 25 µg/m³ para un muestreo de 24 horas; de acuerdo a esto, los niveles de sulfatos en el INCAP son peligrosos para la salud y el ambiente.

La presencia de fosfato en una muestra tomada en el mes de abril muestra poca concordancia con los resultados obtenidos en los demás muestreos, esto puede indicar una fuente de fosfato circunstancial, debido a que el área de "el trébol" es también un área comercial, posiblemente la fuente de este fosfato sea alguna actividad no cotidiana que se llevó a cabo el día que se efectuó el muestreo, por ejemplo un liberación accidental de fertilizantes fosfatados al ambiente.

9.4 Análisis de carbono

El análisis de carbono se efectuó sobre 6 muestras colectadas de marzo a mayo en equipo de bajo volumen; las condiciones de muestreo y almacenamiento de las muestras imposibilitaron realizar el muestreo desde enero.

El análisis de carbono es poco frecuente en la mayoría de estudios de caracterización de material particulado, generalmente se estudian metales, en algunos casos iones y aun menos frecuente el análisis de carbono. La razón de esto es que la instrumentación para este tipo de análisis es extremadamente cara y específica, pues el analizador de carbono no se produce de manera comercial y ha sido desarrollado exclusivamente para el análisis de carbono en partículas ambientales. El funcionamiento del analizador de carbono se describe en la sección 7.2.4. En esta sección se explica que el aparato está programado para realizar una corrección de la concentración de carbono orgánico que se pirolisó, esta corrección la realiza gracias al constante monitoreo de la reflectancia y transmitancia de la muestra. Debido a esto los niveles de carbón elemental no pueden ser muy elevados en la muestra, pues si esto sucede, el sistema óptico no es capaz de seguir los cambios de reflectancia de una manera eficiente y por consecuencia el resultado del análisis es afectado por un alto nivel de error.

Debido a esta limitación técnica, la mayor parte de las muestras obtenidas en el INCAP no fueron analizadas, ya que el resultado que se pudiera obtener de estos análisis no sería confiable además que el analizador de carbono se hubiese dañado debido a el exceso de carbón elemental.

Afortunadamente una muestra de marzo no contenía demasiado carbono y se pudo analizar. El resultado de este análisis muestra que la cantidad de carbono total es aproximadamente el doble de la encontrada en la USAC, lo mismo se observa en la concentración de carbono orgánico, sin embargo, la cantidad de carbono elemental es el triple de la encontrada en la USAC. Los resultados claramente reflejan que los niveles de carbono en el INCAP son bastante altos. El carbón elemental se relaciona directamente con las emisiones vehiculares, especialmente los vehículos diesel (14)(17), esto claramente se refleja en los resultados obtenidos, pues la cantidad de carbono elemental en el INCAP es tres veces superior a la hallada en la USAC. Mas sin embargo, hay que considerar que la única muestra que se analizó de las provenientes de el INCAP es la que contenía la menor cantidad de carbono elemental, por lo tanto, aunque no se tienen valores numéricos es claro que la cantidad de carbono en el aire de "el trébol" es alarmantemente alta y podría compararse con niveles encontrados en otras ciudades más grandes, con un número mucho mayor de vehículos y con más actividad industrial que la observada en la ciudad de Guatemala en la actualidad.

Por el contrario la concentración de carbono encontrado en la USAC es bastante bajo y muy normal para un área residencial.

Es importante mencionar que aunado al carbón elemental proveniente de las emisiones de vehículos, se encuentran muchos compuestos orgánicos muy peligrosos para la salud, tales como

los Compuestos Orgánicos Volátiles (COV's) y los Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos (HAP's) los cuales son cancerígenos en pequeñas concentraciones. (13)(19)

9.5 *Análisis Morfológico y elemental*

El análisis morfológico y elemental cualitativo se realizó sobre las mismas 12 muestras colectadas en alto volumen que sirvieron para el análisis de metales por espectroscopia de absorción atómica.

El análisis morfológico mostró grandes diferencias entre las muestras obtenidas en la USAC y el INCAP, las micrografías más representativas se muestran en el anexo 1. Se muestran únicamente las micrografías más representativas debido al gran número que se obtuvieron de estas, pues como se explica en la sección 7.2.5. de cada muestra se toman cinco micrografías y de cada una de estas se selecciona un mínimo de cinco objetivos para realizar un análisis elemental cualitativo, dando como resultado un total de sesenta micrografías y un mínimo de trescientos análisis elementales.

Sin embargo a pesar de que no se pueden mostrar todos los resultados obtenidos, si se puede decir que todos ellos mostraron datos importantes. En el caso de las muestras de el INCAP se puede generalizar la presencia de abundantes partículas finas porosas y amorfas, estas partículas sin lugar a dudas proceden de emisiones vehiculares, pues el análisis elemental muestra altos niveles de carbono, reafirmando así los resultados obtenidos en el análisis de carbono por reflectancia óptica térmica.

En el caso de las muestras obtenidas en la USAC la morfología observada es más bien bastante variada, con la presencia de partículas gruesas (mayores a 2 μm) y entre estas se observan partículas naturales tanto de origen biológico como de origen geológico. También se observan partículas finas, aunque en menor cantidad, lo que refleja que el bajo nivel de carbono elemental encontrado en la USAC se debe ciertamente a emisiones vehiculares.

Es muy importante mencionar que los resultados del análisis elemental cualitativo por microscopia electrónica de barrido utilizando una microsonda detectora de rayos X dispersos no son del todo comparables con otros análisis cuantitativos, como el análisis de metales por absorción atómica o el análisis de iones por cromatografía iónica y el análisis de carbono por reflectancia óptica térmica. La razón radica en la técnica utilizada en microscopia electrónica para la realización del análisis elemental, pues para desarrollar dicho análisis se escogen sectores muy reducidos en el área de observación para realizar el análisis elemental, en general se escogen partículas bien definidas o aquellas que se observen diferentes a la mayoría de partículas que se encuentran en el campo de observación. Esto lo que finalmente produce es una significativa diferencia entre un análisis elemental cuantitativo y este método, pues bajo estas condiciones de análisis lo que obtendrá como resultado es el análisis elemental de varias partículas o sectores diferentes entre sí y que solo mostrarán una aproximación al contenido en la muestra total. Sin embargo, para muestras que presentan partículas muy uniformes o bien que no presentan

variación en la morfología de las partículas presentes en el campo de observación, tal es el caso de la mayoría de muestras del INCAP, el análisis elemental será en general muy congruente con lo encontrado en otros tipos de análisis cuantitativos.

Por último, un análisis comparativo entre los dos puntos de muestreo demuestra que los altos niveles de PM_{10} reportados por varios años por el LMA para el INCAP son producto de las emisiones vehiculares a las que es expuesta esta zona; y que lugares sin una exposición directa a este tipo de fuentes de contaminación no muestran este problema. Confirmando estudios realizados en los años noventa por Swisscontact, en los cuales se determinó que el 70% de la contaminación en el aire en la ciudad de Guatemala provenía de emisiones vehiculares (22). Ciertamente los resultados obtenidos muestran que el INCAP, que está expuesto a este tipo de contaminantes posee mayores niveles de plomo, sulfatos y carbón elemental, contaminantes que regularmente son relacionados con este tipo de emisiones; el análisis por microscopía electrónica confirmó la presencia de partículas finas y altos niveles de carbono.

Realmente la cantidad de vehículos que transita diariamente por esta zona (el trébol) no es tan grande para que los niveles de contaminantes sean tan altos, especialmente el carbón y sulfatos, que puedan compararse con los reportados en ciudades mucho más grandes que Guatemala. Debido a todo lo anterior, el principal problema para el aire de la ciudad de Guatemala no son los contaminantes, si no más bien, la falta de un reglamento o ley de emisiones vehiculares, pues los vehículos se encuentran en tan mal estado, especialmente los buses, que arrojan un exceso de contaminantes al aire.

10 Conclusiones

- 10.1 La caracterización de partículas PM_{10} de la ciudad de Guatemala se llevó a cabo de manera satisfactoria, mostrando que los componentes mayoritarios son los mismos que se reportan en otras ciudades en las que se han desarrollado estudios similares.
- 10.2 La concentración de metales en el aire de los lugares de muestreo es baja, mostrando niveles por debajo de los límites establecidos por entidades como la EPA y la OMS, sin embargo la presencia de metales como el hierro, cobre, níquel y vanadio a niveles traza son potencialmente peligrosos para la salud.
- 10.3 La concentración de iones en el aire de los lugares de muestreo está a niveles normales, a excepción del sulfato el cual se presenta a niveles muy altos y en el INCAP se determinó que la cantidad de sulfato en el aire está a niveles peligrosos para la salud y el ambiente.
- 10.4 El análisis de carbono mostró importantes diferencias entre los dos sitios de muestreo; en la USAC se observaron bajos niveles de carbono orgánico y elemental, mientras que en el INCAP, los altos niveles de carbono elemental no permitieron el análisis de la mayoría de las muestras.
- 10.5 El análisis morfológico y elemental por microscopía electrónica confirma los resultados obtenidos por los demás análisis, ya que identifica partículas finas y amorfas con altos niveles de carbono como el principal componente en las muestras de el INCAP.
- 10.6 Todos los resultados muestran que el sitio con mayor cantidad de PM_{10} (el INCAP) es también el que presenta la mayor concentración de contaminantes y que estos derivan principalmente de las emisiones vehiculares.

11 Recomendaciones

- 11.1 Determinar los niveles SO_2 en diferentes puntos de la ciudad de Guatemala, especialmente en aquellos lugares con alta influencia de tráfico vehicular para determinar la influencia de éste en los niveles de sulfato encontrados en el aire.
- 11.2 Determinar la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP's) en el INCAP para conocer los niveles a los que están expuestas las personas que transitan por éste sector.
- 11.3 Determinar la concentración de compuestos orgánicos volátiles (COV's) en el INCAP para conocer los niveles a los que están expuestas las personas que transitan por éste sector.
- 11.4 Desarrollar, con ayuda internacional, una caracterización de fuentes de emisión en la ciudad de Guatemala para poder determinar con más certeza las principales fuentes de contaminación y su aporte en diferentes zonas de la ciudad.
- 11.5 Desarrollar e implementar de manera conjunta entre el gobierno, universidad y sector privado un reglamento de emisiones vehiculares.

12 Referencias

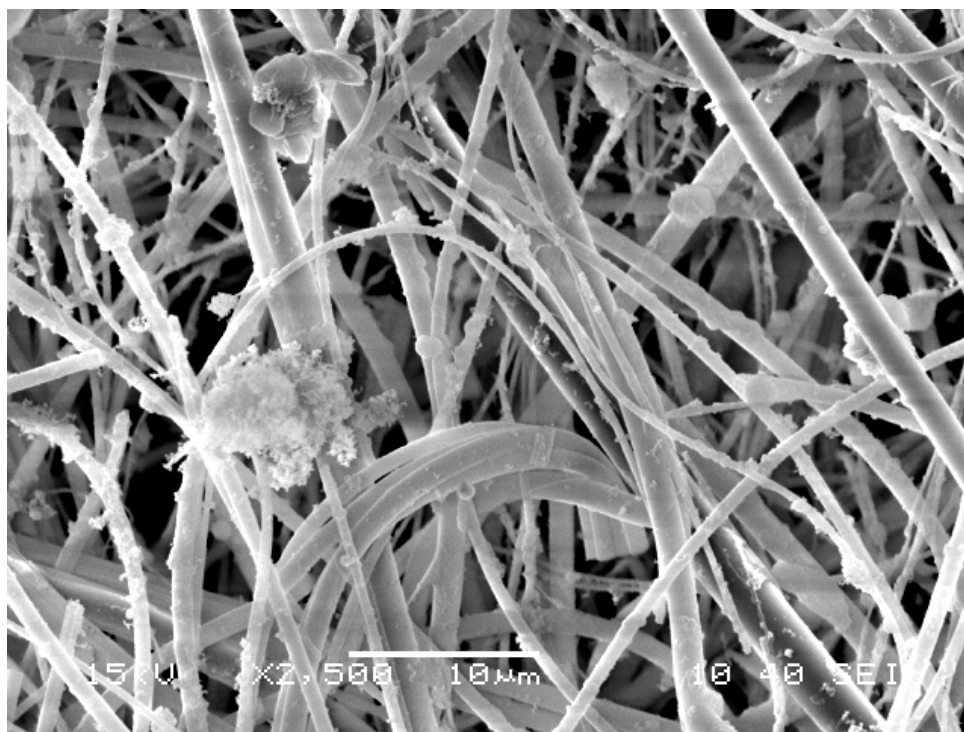
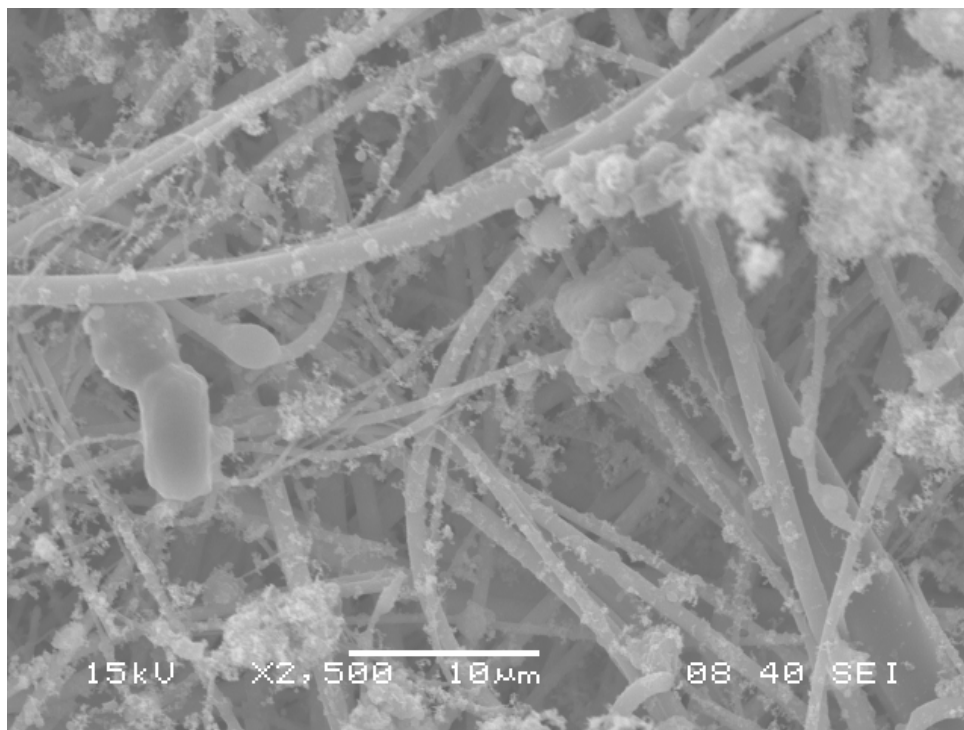
1. Bonorino, F. Introducción a la Geoquímica. *serie de química, No.8*. Argentina: OEA. 2da ed. 1972. (p 41-42).
2. Braga, C.F. et.al. Elemental composition of PM10 and PM2.5 in urban environment in South Brazil. Elsevier: Atmospheric Environment. 2005; 39 (p 1801-1815).
3. Castellanos, M.A. Salazar, S. Gómez, B. Influencia de la composición del suelo en el aerosol atmosférico de cuatro zonas de México. *Atmósfera*. 1991; 4: (p 165-176).
4. CENICA. Aniones Inorgánicos por Cromatografía de Líquidos en Matrices Variadas. Procedimiento CENICA/PT/CL-09. México: Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental – Instituto Nacional de Ecología. Doc. Tec. 2005 (p 1-20).
5. CENICA. Metales Pesados por Absorción Atómica en Flama en Matrices de Cuarzo. Procedimiento CENICA/PT/AA-03. México: Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental – Instituto Nacional de Ecología. Doc. Tec. 2005 (p 1-35).
6. Chow, J. et.al. Spatial Differences in Outdoor PM10 Mass and Aerosol Composition in Mexico City. *Journal of the Air & Waste Management Association*. 2002; 52: (p 423-434).
7. Chow, J. Measurement Methods to Determine Compliance with Ambient Air Quality Standards for Suspended Particles. *J. Air & Waste Manage Assoc.* 1995; 45: (p 320-328).
8. Desert Research Institute, Division Of Atmospheric Sciences. Thermal/Optical Reflectance Carbon Analysis of Aerosol Filter Samples. Disponible en: <http://www.epa.gov/ttn/antic/files/ambient/pm25/spec/driocec.pdf>.
9. EPA. Selection, Preparation And Extraction Of Filter Material. Compendium of methods for the determination of inorganic compounds in ambient air. USA: centro de información e investigación ambiental de la agencia de protección ambiental. 1999. (p 3.1-1 – 3.1-26).
10. EPA. Green Book; Criteria Pollutants. Disponible en: <http://www.epa.gov/oar/oaqps/grennbk.ht>
11. EPA. SW-846, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Método 9056. Inorganics anions by ion chromatography. Disponible en <http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/pdfs/9056.pdf>.
12. EPA. SW-846, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods. Método 7000A. Atomic Absorption Methods. Disponible en <http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/pdfs/7000a.pdf>.
13. EPA. Technology transfer network. Air toxics website. disponible en: <http://www.epa.gov/ttn/atw.html>.
14. Heal, M.R. et.al. Total and water-soluble trace metal content of urban background PM10, Pm2.5 and black smoke in Edinburgh, UK. Elsevier: Atmospheric Environment. 2005; 39: (p 1417-1430).

15. Instituto Nacional de Ecología (INE). CENICA. Disponible en: <http://www.ine.gob.mx/cenica.ht>
16. Kulshrestha, U. C. et. al. Chemical Composition and Association of Size-Differentiated Aerosols at a Suburban Site in Semi-Arid Tract of India. Kluwer Academic Publishers: Journal of Atmospheric Chemistry. 1998; 29: (p 109-118).
17. Lonati, G. et. al. Major chemical components of PM2.5 in Milan (Italy). Elsevier: Atmospheric Environment. 2005; 39: (p 1925-1934).
18. Macias, E & Hopke, P. Atmospheric Aerosol Source/air Quality relationship. Based on a symposium jointly sponsored by the division of nuclear chemistry and technology and environmental chemistry. USA: American Chemistry Society. 1981. (p223-233).
19. McKenzie, C.H. Lim, G. Morawska, L. Characterization of elemental and polycyclic aromatic hydrocarbon composition of urban air in Brisbane. Elsevier: Atmospheric Environment. 2005; 39: (p 463-476).
20. Miranda, J. et.al. A receptor model for atmospheric aerosols from a southwestern site in Mexico city. Elsevier: Atmospheric Environment. 1996; vol 30. No.20. (p 3471-3479).
21. Nevers, N. Ingeniería de Control de la Contaminación del Aire. Trad. Pérez, J. México: Mc Graw-Hill. 1998. (p 11-29).
22. Oliva, P. et al. Manual de Laboratorio; Programa Aire Puro Monitoreo del Aire. Guatemala: Swisscontact. Doc. Tec. 2001. (p 1-4).
23. Roberts, E. & Associates, Inc. Manual de Control de la Calidad del Aire. Trad. Hidalgo, M. México: Mc Graww-Hill. 2001. (p 1.1-1.7, 4.1-4.18, 11.3-11.13, 13.1-13.5).
24. WHO. Air Quality Guidelines. Chapter 3 Summary of the Guidelines. Dinamarca: World Health Organization. 2da. ed. 2000. Disponible en: http://www.euro.who.int/air/activities/20050223_4.html.
25. Willard, H. et al. Métodos de Análisis Instrumental. México: Grupo editorial Iberoamérica, S. A. de C. V. 1998.

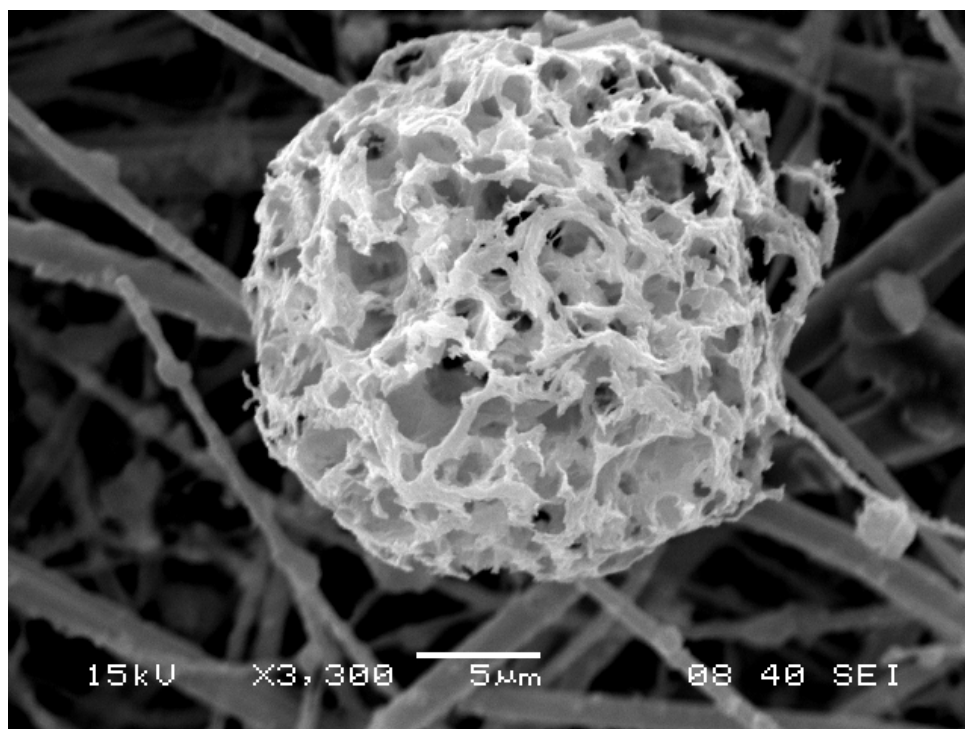
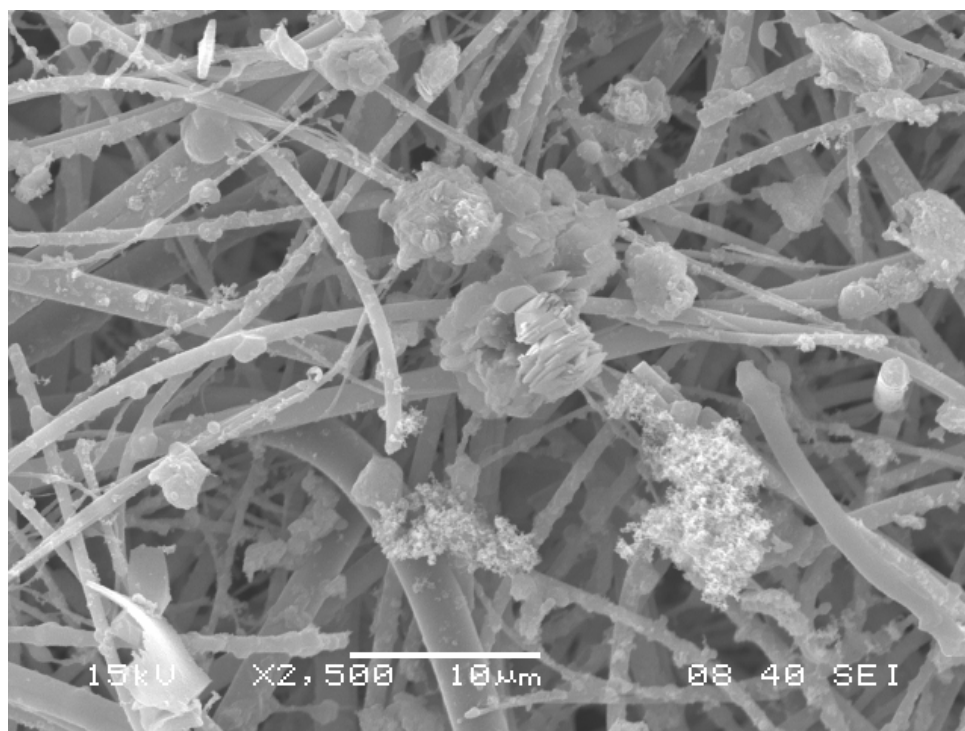
13 Anexos

13.1 Análisis morfológico por microscopía electrónica de barrido

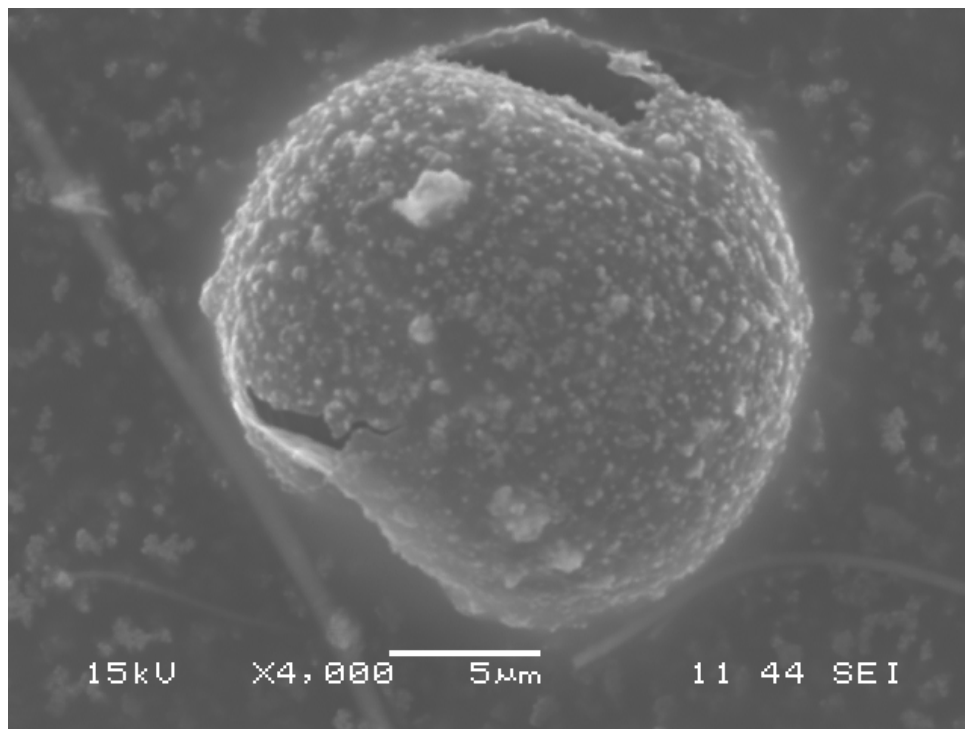
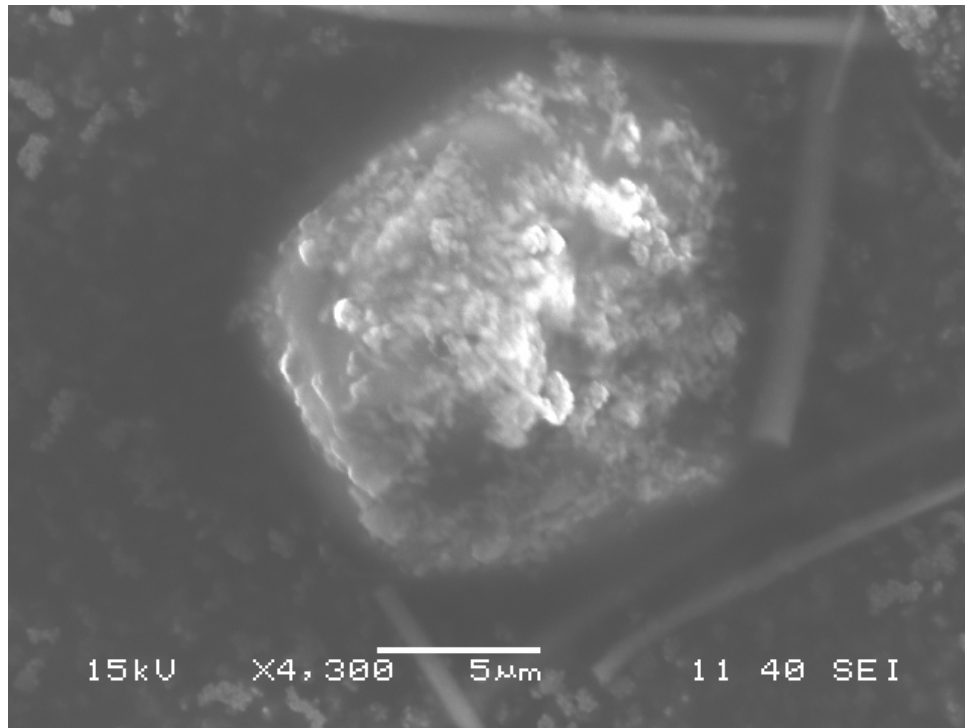
Partículas provenientes de la USAC



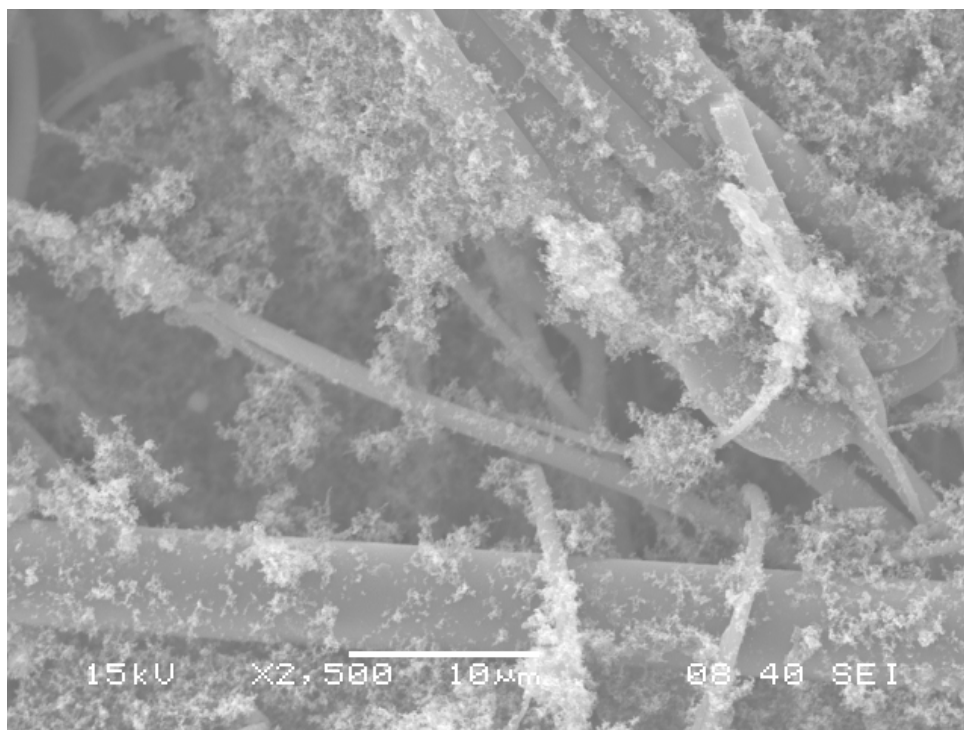
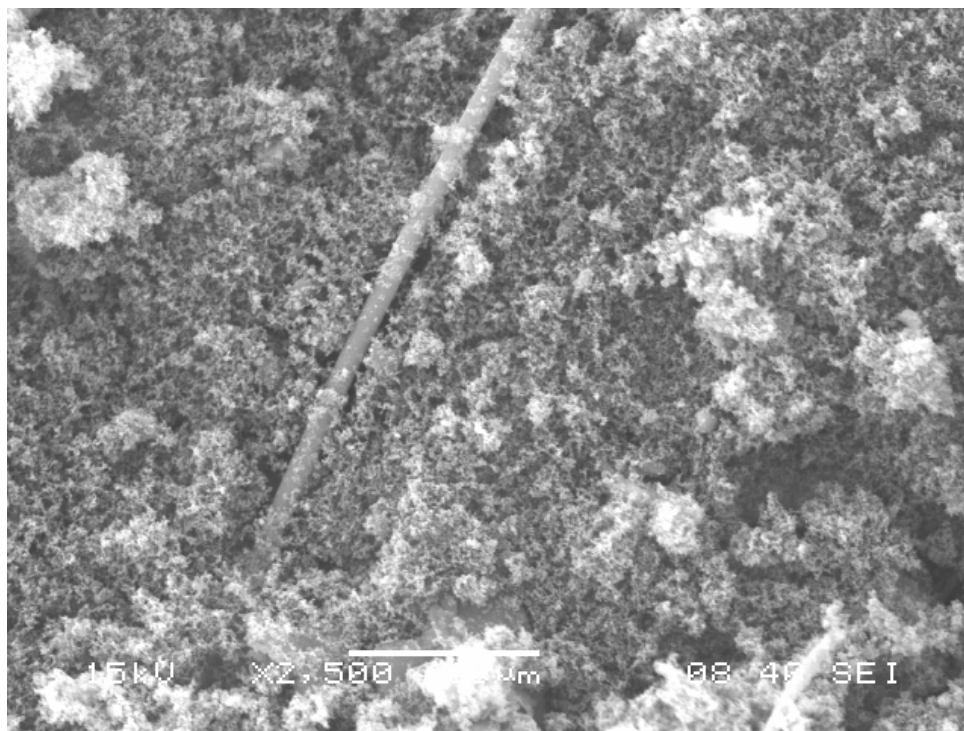
Partículas provenientes de la USAC



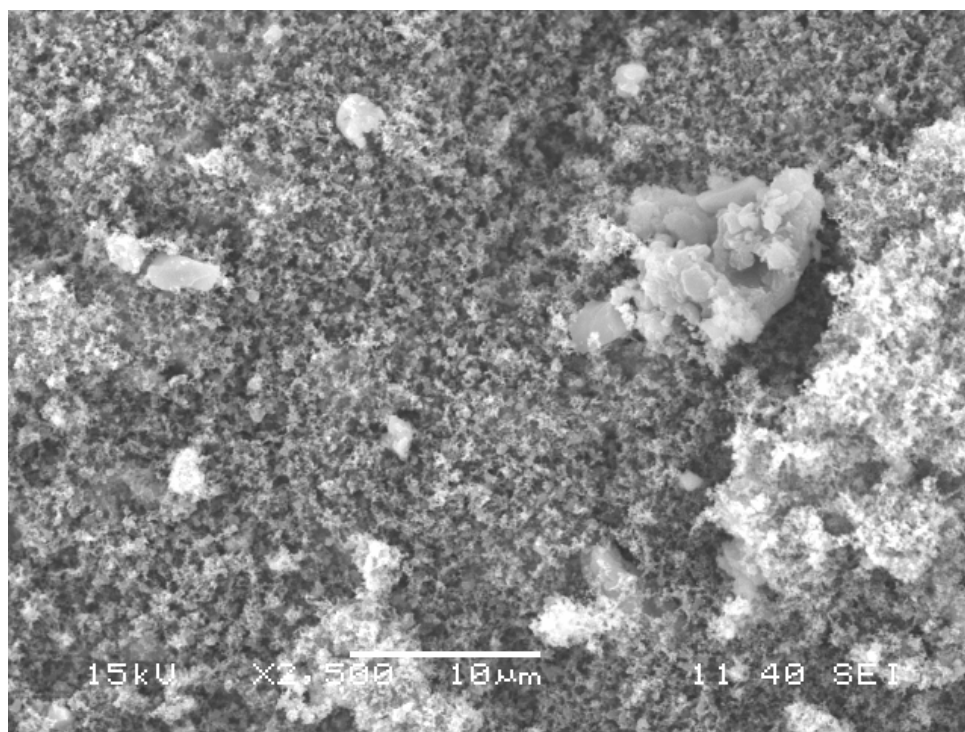
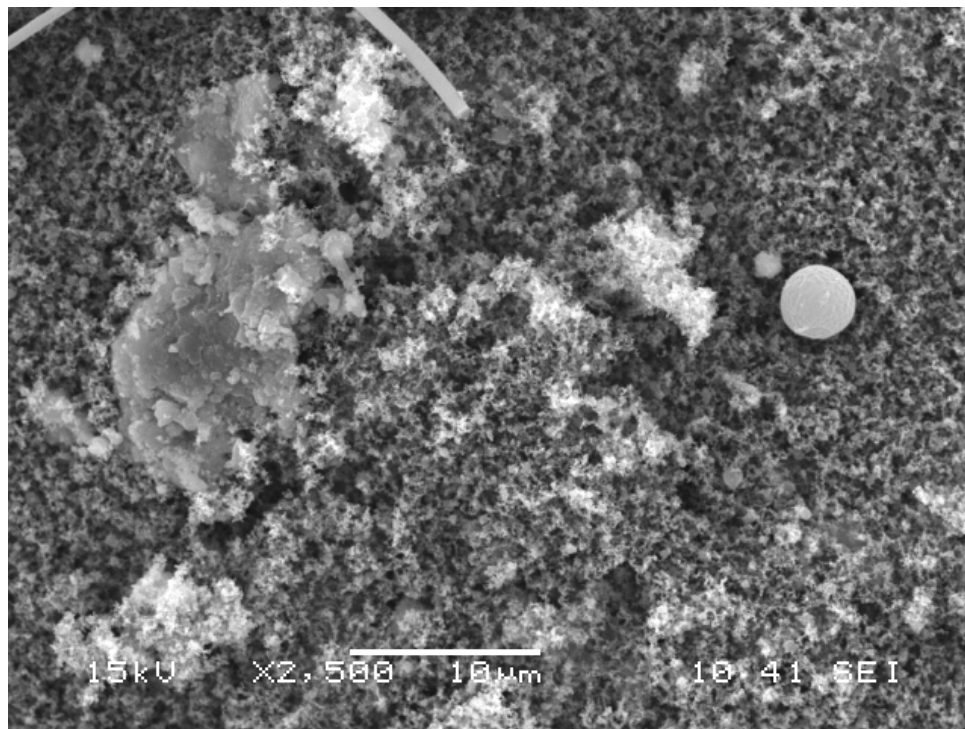
Partículas provenientes de la USAC



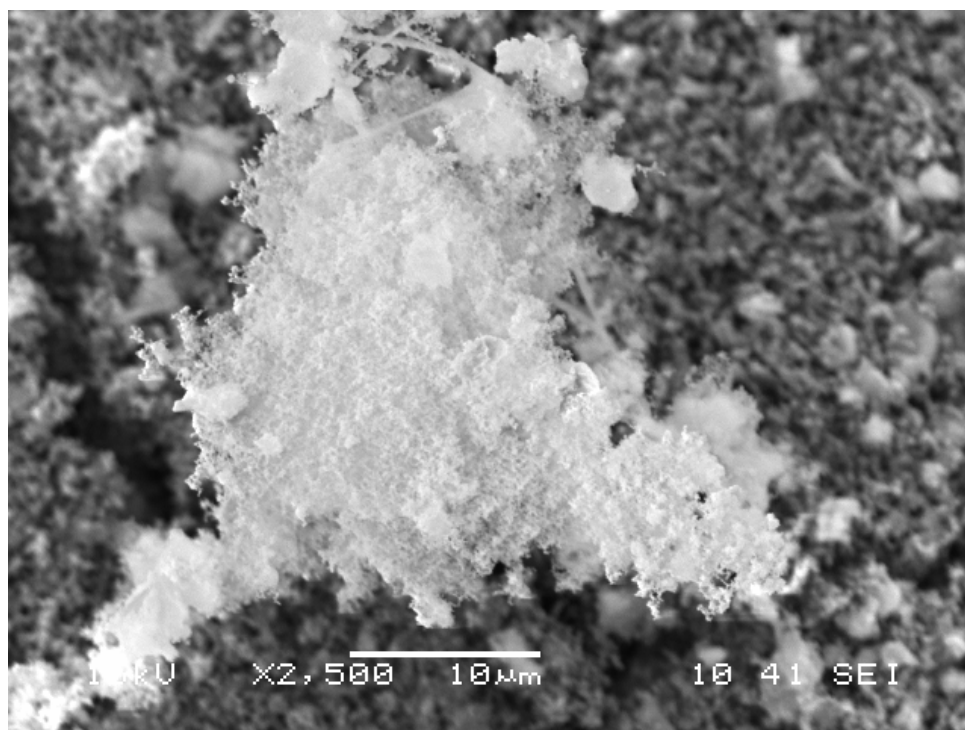
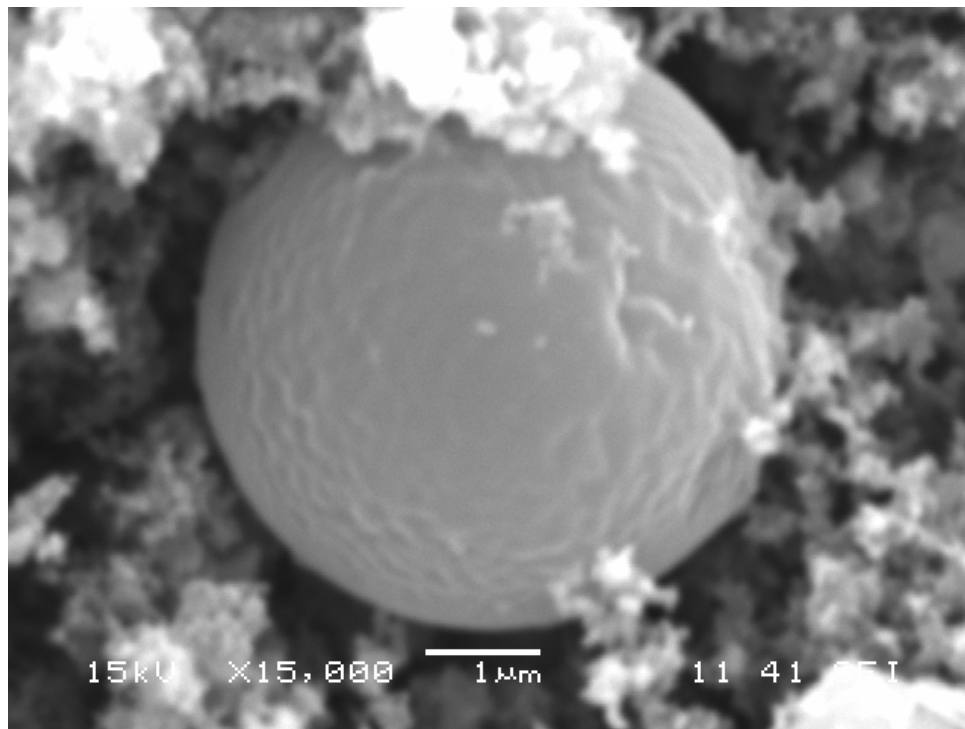
Partículas provenientes de el INCAP



Partículas provenientes de el INCAP



Partículas provenientes de el INCAP



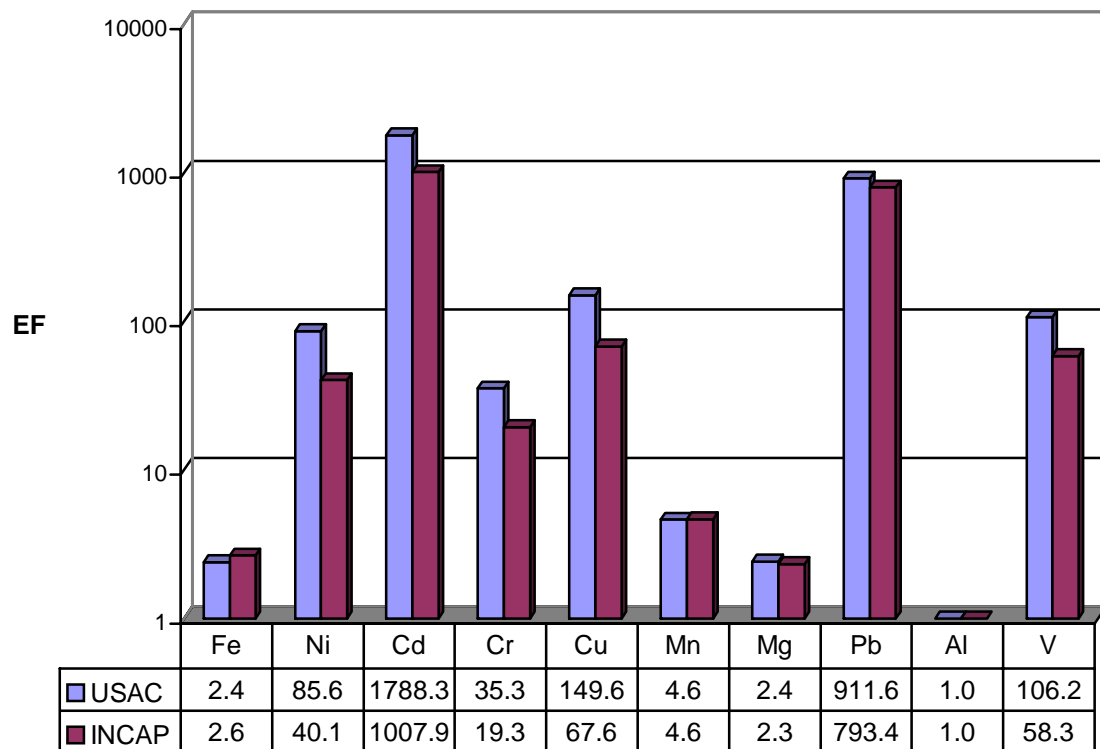
13.2 Análisis de metales

Factor de Enriquecimiento:

Queda definido por la siguiente expresión:

$$\frac{[X]_{PM} / [Al]_{PM}}{[X]_{ct} / [Al]_{ct}}$$

Donde $[X]_{PM}$ y $[Al]_{PM}$ son las concentraciones promedio de el elemento X y el aluminio encontrados en las muestras de material particulado; $[X]_{ct}$ y $[Al]_{ct}$ son las concentraciones promedio de el metal X y el aluminio sobre la corteza terrestre.



Selvin Adan Axpuc Corado
Autor

Lic. Pablo Ernesto Oliva Soto
Asesor

Lic. Pablo Ernesto Oliva Soto
Director de Escuela de Química

M. Sc. Gerardo Arroyo Catalán
Decano