



**Plan de Monitoreo Global de Contaminantes Orgánicos Persistentes**

# **PROCEDIMIENTO PARA EL MUESTREO DE AIRE USANDO CAPTADORES ACTIVOS (CAV)**

June 2018



VRIJE  
UNIVERSITEIT  
AMSTERDAM



Basel Convention Coordinating Centre  
Stockholm Convention Regional Centre  
URUGUAY



Research Centre  
for Toxic Compounds  
in the Environment

# PROCEDIMIENTO PARA EL MUESTREO DE AIRE USANDO CAPTADORES ACTIVOS (CAV)

## 1 INTRODUCCIÓN

Este procedimiento ha sido elaborado para dar apoyo a la implementación del Plan de Vigilancia Mundial (PVM) de Contaminantes Orgánicos Persistentes (COPs) bajo el Convenio de Estocolmo. El programa incluye a los países participantes en África, Asia, Latinoamérica y el Caribe, en los proyectos financiados por el Fondo para el Medio Ambiente Mundial (FMAM).

El objetivo del presente procedimiento es describir la gestión de captadores activos de aire (CAV) para el muestreo de contaminantes orgánicos persistentes, incluyendo la sistemática de montaje y desmontaje de los mismos y su mantenimiento. Este procedimiento será aplicable a la instalación de CAV en localizaciones urbanas, suburbanas, rurales y remotas.

Los contaminantes orgánicos persistentes que se contemplan para el muestreo con CAV son:

COP básicos (aldrín, dieldrín, endrín, *cis*-clordano, *trans*-clordano, *cis*-nonaclor, *trans*-nonaclor, oxiclordano, heptacloro, *cis*-heptacloro epóxido, *trans*-heptacloro epóxido, *p,p'*-DDT, *o,p'*-DDT, *p,p'*-DDE, *o,p'*-DDE, *p,p'*-DDD, *o,p'*-DDD, mirex, hexaclorobenceno, toxafeno, lindano ( $\gamma$ -HCH),  $\alpha$ -HCH,  $\beta$ -HCH, clordecona, pentaclorobenceno, endosulfan, endosulfan sulfato).

Dibenzo-*p*-dioxinas policloradas (PCDD), dibenzofuranos policlorados (PCDF) y bifenilos policlorados (PCB).

Eteres de difenilos polibromados (PBDE), hexabromobifenilo (PBB) y hexabromociclodecano (HBCD).

Ácido perfluorooctano sulfónico (PFOS), sus sales y fluoruro de perfluorooctano sulfonilo.

## 2 MATERIALES, MONTAJE Y DESMONTAJE DE LOS CAPTADORES

### 2.1 MATERIALES

Las partes que componen un captador activo de aire, también conocidos como captadores de aire de alto o medio volumen son:

- Captador Activo de Aire o captador de Alto/Medio Volumen (CAV)
- Módulo porta-adsorbentes
- Módulo porta-filtro



*Esta configuración hace referencia al muestreador 'tipo MCV', que es el utilizado por el CSIC, pudiéndose observar ligeras variaciones en otros diseños de captadores, si bien todos ellos se basan en el mismo principio, tales como los usados, por ejemplo, en el "POPs Monitoring Project in East Asian Countries, MONET, GAPS, GAPS-GRULAC, GMP-UNEP" y el Programa EMEP.*

### 2.2 PREPARACIÓN DE LOS MÓDULOS DE MUESTREO PREVIO AL INICIO DE LA RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA

#### 2.2.1 Preparación del módulo porta-adsorbentes

El módulo porta-adsorbentes consta de dos piezas roscadas en el interior de las cuales se ubican los adsorbentes utilizados para la recolección de la muestra. Además, en el interior puede existir algún dispositivo (ej: camisa de vidrio) para un mejor acomodo de los adsorbentes. No obstante, este aspecto puede variar en función de la configuración del equipo y del fabricante.



Los adsorbentes pueden variar en función de los analitos a recolectar: espumas de poliuretano (PUF), resinas poliméricas (como por ejemplo, amberlitas) o carbón activo. Los adsorbentes ubicados en el módulo porta-adsorbentes atrapan la fracción gaseosa de la muestra de aire. En este procedimiento se emplea la combinación de 2 PUF (de diferente tamaño) y resina polimérica XAD-2, colocados en el interior de una camisa de vidrio.



La preparación del módulo porta-adsorbentes se inicia tomando la camisa de vidrio y, preferentemente por la parte inferior se coloca el PUF de menor tamaño. Seguidamente se añaden 10 g de la resina polimérica (XAD-2) y finalmente se coloca encima el PUF de mayor tamaño.



La etapa final consiste en la colocación de la camisa de vidrio que contiene los adsorbentes dentro del módulo porta-adsorbentes. Nos aseguraremos que en la parte superior siempre se encuentre el PUF de mayor tamaño. Finalmente, enroscaremos la tapa, engancharemos una etiqueta de identificación en el exterior del módulo y ya estará listo para su uso.



*NOTA: Es importante evitar posibles episodios de contaminación, por ello los analistas han de utilizar guantes durante la colocación de los adsorbentes en el módulo. Además se deben evitar zonas de trabajo polvorientas y/o sucias.*

### 2.2.2 Preparación del módulo porta-filtro

El filtro ubicado en el módulo porta-filtro atrapa la fracción sólida (partículas) de la muestra de aire. Para la preparación del módulo porta-filtro, tomaremos el módulo y, preferiblemente, lo colocaremos sobre una superficie plana y firme. En segundo lugar, abriremos el compartimento donde se ubicará el filtro. Se toma un filtro y se coloca adecuadamente y se cierra el módulo de la misma manera que se ha abierto.



*NOTA: Es importante evitar posibles episodios de contaminación, por ello los analistas han de utilizar guantes durante la colocación del filtro en el módulo. También se pueden utilizar un par de pinzas para colocar bien el filtro en el soporte. Además se deben evitar zonas de trabajo polvorientas y/o sucias.*

## 2.3 MATERIALES AUXILIARES

Además de las piezas que componen el captador, se necesitará:

- Espuma de poliuretano (PUF) y adsorbente (XAD-2, carbón activo o equivalente) convenientemente acondicionados (Ver 2.5)
- Papel de aluminio
- Pinzas: Dos
- Cutter o tijeras
- Guantes de látex o equivalente
- Acetona y/o etanol para limpiar las piezas del captador y las pinzas
- Bolsa de basura
- Rotulador marcador permanente
- Etiquetas adhesivas
- Libreta para anotar datos e incidencias de la captación

## 2.4 INSTALACIÓN DEL CAPTADOR DE ALTO VOLUMEN

Antes de iniciar la recolección de la muestra, procederemos a su identificación:

- a) Localización
- b) Código de identificación del captador (Ver 2.6)
- c) Fecha y hora de inicio del muestreo
- d) Fecha y hora prevista de finalización del muestreo
- e) Compuestos a analizar

Para la realización de la toma de muestra se procederá siguiendo estos pasos:

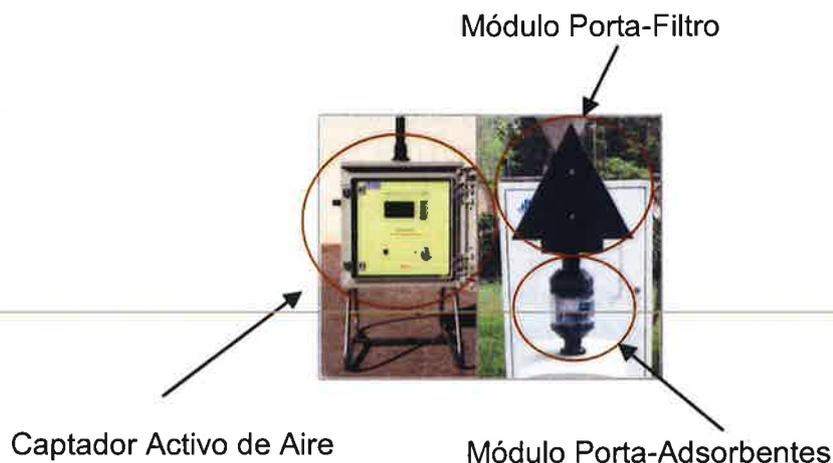
1. Emplazar el captador de alto/medio volumen en el lugar seleccionado para realizar la recolección de la muestra de aire.
2. Enroscar el módulo porta-adsorbente en la parte superior del captador.
3. Seguidamente, enroscar el módulo porta-filtro en la parte superior del módulo porta-adsorbente.
4. Una vez finalizada la instalación se procederá a abrir la puerta que da acceso a los controles para programar el muestreo. Dos son los parámetros importantes a definir:
  - a. Flujo o caudal de aspiración. Tras fijar el flujo, el instrumento siempre realiza de forma automática una autocalibración interna antes de iniciar el muestreo, no es necesario llevar a cabo calibración manual.
  - b. Período de muestreo. El período de muestreo ha de ser consistente con el flujo fijado y el volumen de muestra que se espera aspirar.

Un vez que se hayan definido estos 2 parámetros, se puede iniciar el muestreo.

Tomar fotografías de cada muestreo.

Finalmente, se anotarán en la planilla (archivo MsExcel adjunto, Ver 6) todos los datos de la captación, así como cualquier incidencia que pudiera haberse producido.

*NOTA: Con frecuencia las conexiones de los módulos son de plástico. Se recomienda que la conexión se ajuste herméticamente, pero sin un sobreesfuerzo, pues con frecuencia se produce rotura de las conexiones con relativa facilidad.*



## 2.5 ACONDICIONAMIENTO DE LOS ADSORBENTES Y EL FILTRO

El acondicionamiento de los adsorbentes y el filtro tiene por objeto eliminar cualquier tipo de impureza o compuesto no deseado que puedan contener, y que se pueden haber producido durante la fabricación del mismo, o haberse incorporado durante su almacenamiento.

*NOTA: Este proceso de acondicionamiento se realizará en el Laboratorio de Referencia previamente al envío de los adsorbentes y el filtro a los distintos países para su utilización en las captaciones. Por tanto, estarán listos para su uso a la recepción.*

*Proceso de acondicionamiento de las espumas:*

1. Introducir la espuma en un vaso de precipitados de 2000 ml y añadir agua ultra pura de forma que quede cubierta. Apretar la espuma para asegurarse que queda totalmente mojada. Añadir más agua ultra pura en el caso de no quedar sumergida. Este proceso puede incluir la limpieza simultánea de varias espumas.
2. Poner el vaso en un baño de ultrasonidos y sonicar durante 15 minutos.
3. Decantar este primer lavado con agua ultra pura, eliminar el agua de la espuma y volver a lavar repitiendo los pasos 1 y 2.
4. Una vez realizado los dos lavados, se eliminan los restos de agua que pudieran haber quedado retenidos en la espuma de poliuretano. En un cuerpo Soxhlet del diámetro adecuado (para que la espuma no quede muy comprimida), se introduce ésta y se procede a realizar una extracción con acetona, de calidad para análisis de residuos, durante 24h.
5. Una vez terminado el periodo de extracción, se elimina el exceso de acetona de la espuma de poliuretano, y se procede a realizar una segunda extracción, con un disolvente distinto, pero durante el mismo tiempo y en las mismas condiciones aplicadas para la extracción con acetona. El disolvente empleado en la segunda extracción depende del tipo de compuestos que se pretenden captar y analizar posteriormente en la espuma:
  - a. Diclorometano (calidad para análisis de residuos), si se va a realizar la captación y análisis de los COPs básicos (plaguicidas) o los 6 PCBs indicadores.
  - b. Tolueno (calidad para análisis de residuos), si se va a realizar la captación y análisis de dioxinas y compuestos tipo dioxina, así como para el caso de los compuestos bromados (PBDEs, HBCD y PBB)
  - c. Metanol (calidad para análisis de residuos), si se va a realizar la captación y análisis de compuestos fluorados (PFOS y otros compuestos relacionados)

6. Una vez finaliza la segunda extracción se elimina el exceso de disolvente de la espuma de poliuretano y, en un desecador mediante vacío, se terminan de eliminar los restos de disolvente, finalizando el proceso cuando la espuma esté totalmente seca.
7. La espuma de poliuretano, una vez seca, se protege de la luz envolviéndola en papel de aluminio.
8. Se etiqueta con la fecha de limpieza y de caducidad y se guarda en un lugar oscuro y seco hasta su utilización o envío.

*Proceso de acondicionamiento de la resina polimérica (amberlita XAD-2):*

1. Introducir la amberlita en un cuerpo Soxhlet adecuado a la cantidad de resina que se desea acondicionar y proceder a realizar una extracción con metanol, de calidad para análisis de residuos, durante 24h.
2. Una vez terminado el periodo de extracción se elimina el exceso de metanol de la resina y se procede a realizar una segunda extracción, en este caso con un disolvente distinto, acetonitrilo, de calidad equivalente, durante el mismo tiempo y en las mismas condiciones aplicadas para la extracción con el metanol.
3. Una vez terminado el segundo periodo de extracción, se elimina el exceso de acetonitrilo de la resina, y se procede a realizar una tercera extracción, en este caso con tolueno, de calidad equivalente, durante el mismo tiempo y en las mismas condiciones aplicadas para la extracción con el metanol y el acetonitrilo.
4. Una vez finaliza la tercera extracción se elimina el exceso de disolvente de la resina y, en un desecador mediante vacío, se terminan de eliminar los restos de disolvente, finalizando el proceso cuando la resina esté totalmente seca.
5. La resina, una vez seca, se protege de la luz colocándola en un recipiente ámbar o incoloro, pero protegido de la luz envolviéndolo en papel de aluminio.
6. Se etiqueta con la fecha de limpieza y de caducidad y se guarda en un lugar oscuro y seco hasta su utilización o envío.

*Proceso de acondicionamiento y manipulación de los filtros:*

1. Para la recolección del material particulado de las muestras atmosféricas es preciso utilizar un filtro. Estos filtros pueden ser de fibra de vidrio o de cuarzo.
2. En principio, estos filtros no precisan un acondicionamiento específico previo a la captación, si bien se han de proteger de eventuales episodios de contaminación envolviéndolos individualmente en papel de aluminio.
3. El papel de aluminio se ha de etiquetar conveniente, identificando los datos relativos al uso del filtro.

*NOTA: Las espumas, las resinas y los filtros son de un ÚNICO uso. Una vez utilizadas en un muestreo no se pueden reutilizar, recuperar o reciclar.*

## **2.6 IDENTIFICACIÓN DE LOS CAPTADORES**

Para evitar cualquier tipo de error con los captadores y los materiales empleados durante el muestreo, se utiliza un código de ONU Medio Ambiente que consta de un conjunto de letras y números que definen inequívocamente: el país donde se instala cada captador, los compuestos a determinar y la fecha de muestreo. Los captadores serán identificados con su correspondiente código.

De este modo, un código ONU Medio Ambiente estará compuesto siempre de: un primer conjunto de tres letras que hará referencia al país, seguido de un guión y las letras CAV



5. Retirar el módulo porta-adsorbentes y tapar con papel de aluminio las bocas de acceso a los adsorbentes para enviarlo al laboratorio. En el laboratorio, los componentes del módulo porta-adsorbentes (i.e.: PUFs and/or XAD-2 or active carbon) se transfieren a un bote de vidrio o plástico con tapón de rosca (evitar Teflon) adecuadamente etiquetado.

Los adsorbentes y el filtro se han de almacenar en el congelador, a aproximadamente -18 °C, hasta su análisis o envío al Laboratorio de Referencia correspondiente.

Tomar fotografías de cada muestreo.

*NOTA: Es importante evitar posibles episodios de contaminación, por ello los analistas han de utilizar guantes durante la recolección del filtro y la transferencia de los adsorbentes en el laboratorio. También se pueden utilizar un par de pinzas para recoger el filtro del soporte. Además se deben evitar zonas de trabajo polvorientas y/o sucias.*

## **2.8 MANTENIMIENTO**

Los captadores de alto y medio volumen precisan un mantenimiento preventivo en función del uso, que debe ser realizado por el propio fabricante o personal técnico preparado para ello.

## **3 CONSIDERACIONES GENERALES SOBRE EL MUESTREO DE AIRE AMBIENTE**

### **3.1 CONSIDERACIONES SOBRE LOS PUNTOS DE MUESTREO**

La recolección de muestras atmosféricas mediante captadores de alto o medio volumen se realiza de forma 'forzada'. Esto significa que un flujo de aire es aspirado con ayuda de una bomba, a través de un filtro seguido de uno o varios adsorbentes. Es por ello que, para la recolección de la muestra, es preciso tener en consideración unos requisitos mínimos, tales como por ejemplo la disponibilidad de una fuente de energía eléctrica, particularmente en zonas remotas. Este punto es crítico puesto que en ocasiones habilita o deshabilita potenciales localizaciones de muestreo. Alternativamente, esta fuente de electricidad se consigue a través de generadores de electricidad basados en motores de combustión. En estos casos, es sumamente importante asegurarse que los gases derivados de la combustión no sean recolectados por el captador.

Además, entre otros requisitos que deben cumplir las zonas o puntos de muestreo cabe señalar la disponibilidad de observaciones meteorológicas, de forma de disponer de mediciones auxiliares como pueden ser: composición atmosférica, velocidad del viento, temperatura y humedad.

### **3.2 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO**

Los captadores se colocan en la zona seleccionada para hacer el muestreo. Una vez se ha colocado el módulo porta-adsorbentes y el módulo porta-filtro, se procede a programar el muestreo. Normalmente, se realiza la recolección de aproximadamente 1000 m<sup>3</sup>. Este volumen permite recolectar una cantidad de muestra por encima de los límites de detección y determinación de las técnicas instrumentales actuales.



El período de muestreo puede variar en función del sistema de captación utilizado. Para captadores de alto volumen, el período de muestreo puede ser de aproximadamente 24 h a un caudal de aspiración de  $45 \text{ m}^3/\text{h}$ . Si se observa que el aparato no es capaz de adquirir este régimen, pueden programarse flujos más pequeños y aumentar el período de muestreo. Una situación equivalente sería aplicable a los captadores de medio volumen, para los cuales, la recolección de  $1000 \text{ m}^3$  supone un mayor período de aspiración.

#### 4 CONSIDERACIONES PRÁCTICAS SOBRE EL MUESTREO

Para los objetivos concretos de este proyecto, el período de muestreo será de 3 días (aprox. 72 h) a un caudal aproximado de  $30 \text{ m}^3/\text{h}$  ( $500 \text{ l}/\text{min}$ ), aunque el flujo puede ser más bajo si no es posible alcanzar este valor. En este caso, el período de muestreo puede ser más largo hasta que se hayan conseguido recolectar aproximadamente  $2000 \text{ m}^3$ .

#### 5 ALMACENAMIENTO, EMPAQUE Y ENVÍO TRAS EL MUESTREO

El Laboratorio de Referencia enviará a cada país los filtros y los adsorbentes, incluyendo las espumas y la resina polimérica limpias/acondicionadas, según lo descrito en este documento (Ver 2.5).

Una vez recibidos, todos estos materiales se guardaran en un lugar oscuro y seco hasta su utilización.

Tras las captaciones, los adsorbentes y los filtros serán almacenados en los laboratorios en el congelador, a aprox.  $-18 \text{ }^\circ\text{C}$ , hasta su análisis o su envío al Laboratorio de Referencia correspondiente.

##### **Para América Latina y el Caribe:**

La muestra, compuesta por 2 PUFs, la XAD-2 y el filtro serán enviados al CSIC para el análisis de todos los COPs, a excepción de los PFAS:

Dr. Esteban ABAD HOLGADO  
Científico Titular

Laboratorio de Dioxinas  
IDAEA/CSIC  
C/ Jordi Girona 18-26  
E08034 Barcelona  
España

La muestra, compuesta por 2 PUFs, la XAD-2 y el filtro serán enviados a la Universidad de Örebro, MTM, para el análisis de PFAS:

Dr. Heidelore FIEDLER  
Professor  
Örebro University  
MTM Research Center  
School of Science and Technology  
SE-701 82 Örebro  
Sweden

**Para las demás regiones:**

La muestra, compuesta por 2 PUFs, la XAD-2 y el filtro serán enviados al IVM para el análisis de todos los COPs, a excepción de los PFAS:

Prof. Dr. Jacob de Boer  
Vrije Universiteit Amsterdam  
Head Dep. Environment and Health  
De Boelelaan 1108  
1081HZ Amsterdam  
The Netherlands

La muestra, compuesta por 2 PUFs, la XAD-2 y el filtro serán enviados a la Universidad de Örebro, MTM para el análisis de PFAS:

Dr. Heidelore FIEDLER  
Professor  
Örebro University  
MTM Research Center  
School of Science and Technology  
SE-701 82 Örebro  
Sweden

La modalidad de envío será acordada con el Laboratorio de Referencia, el cual estará debidamente informado de dicho envío y de los datos del mismo para poder seguirlo.

## 6 DOCUMENTACIÓN

Se adjunta un archivo MsExcel para documentar cada muestreo. El archivo MsExcel proporciona un resumen de la información relativa a la localización y condiciones en que se lleva a cabo el muestreo:

Nombre del país:	Nombre completo y código ISO_3
Sitio/Lugar:	Nombre abreviado asignado

Dirección:	Dirección Física
Clasificación del sitio:	Remoto, urbano, rural
Coordenadas GPS:	grados: Latitud y longitud decimales: Latitud y longitud
Descripción:	Breve descripción de las características del lugar
Altura del captador:	en metros (m)
Institución respons.:	Nombre de la institución que realiza el muestreo
Fotografías:	Insertar una fotografía del sitio de muestreo
Volumen de muestra: (unidades)	Volumen final
Cond. meteorológicas:	Temperatura (media, rango,...) durante el muestreo y/o otros datos meteorológicos disponibles

## 7 ABREVIATURAS

COPs Contaminantes Orgánicos Persistentes

FMAM Fondo para el Medio Ambiente Mundial

ISO Organización Internacional de Normalización (por su sigla en inglés)

PUF Espuma de poliuretano (por su sigla en inglés)

PVM Plan de Vigilancia Mundial

## 8 REFERENCIAS

Active Sampling of Ambient Air. Operation Procedure and Methodology. Research Centre for Toxic Compounds in the Environment (RECETOX). November 2016.

Monitoring Manual for Persistent Organic Pollutants in Ambient Air. Expert Working Group POPs Monitoring Project in East Asian Countries. November, 2013.

UNEP/POPS/COP.7/INF/39 Guidance on the global monitoring plan for persistent organic pollutants