

1. OBJETIVO

Describir las metodologías de muestreo de aceites dieléctricos y superficies sólidas para el análisis de Bifenilos Policlorados (PCB).

2. ALCANCE DE LA APLICACIÓN

Las metodologías descritas aplican para el muestreo de aceites dieléctricos (minerales o siliconados) en transformadores energizados, desenergizados, contenedores reglamentarios (tanques, canecas, etc) y superficies sólidas. El método es adecuado para hacer un análisis cualitativo rápido en superficies sólidas y determinar si están contaminadas por encima de los límites permisibles.

3. FUNDAMENTO TEÓRICO

3.1 Bifenilos Policlorados (PCB)

Los PCB son un grupo de 209 compuestos relacionados, conocidos como congéneres, los cuales difieren en el número de átomos de cloro unidos a la molécula del bifenilo.

En general, estas sustancias son apolares y no inflamables. La solubilidad en agua está en el rango de 0.08 a 6 mg/L para congéneres mono y dicloro sustituidos, y de 0,007 a 0,175 mg/L para todos los demás. Son solubles en solventes orgánicos, aceites y grasas. Además, los PCB son químicamente inertes bajo condiciones ácidas y básicas, tienen altos puntos de ebullición y baja conductividad eléctrica. Sus propiedades, como la temperatura de ebullición y la presión de vapor, varían con el número de cloros y su posición en la estructura del bifenilo. Los congéneres con uno o cuatro átomos de cloro son líquidos aceitosos y los PCB altamente clorados son grasas y ceras. Son muy resistentes a diversos oxidantes, al oxígeno, metales activos y otros productos químicos.

La unión específica de varios de estos congéneres se utilizó como aceite dieléctrico en transformadores. A estas mezclas, cuya concentración de PCB está sobre el 60% se les conoce como Askareles. Actualmente los Askareles no se utilizan en transformadores nuevos, pero aún hay transformadores activos con estas sustancias como dieléctrico. Al día de hoy se utiliza aceite mineral o siliconado, libre de PCB antes de su uso como aceite dieléctrico. Una vez utilizado, el aceite puede contener PCB, pero estos no deben exceder los 50 mg/kg (o partes por millón).

Diferentes isómeros de PCB con el mismo número de cloros pueden dar una respuesta diferente en el detector. Las mezclas que contienen una misma cantidad de PCB pero diferentes fracciones de isómeros, puede dar diferentes cromatogramas, por lo que esta técnica es efectiva sólo cuando los estándares y los especímenes de prueba están estrechamente relacionados. Los Arocloros son estándares adecuados, ya que estos son las mezclas que se encuentran con mayor frecuencia en líquidos aislantes, entre las que cabe destacar la 1242, 1254 y 1260.

3.2 Transformadores

Los transformadores son equipos eléctricos que permiten la transferencia de energía eléctrica entre circuitos diferentes regulando el voltaje en el proceso. Aunque sus tamaños y diseños son muy variables, funcionan con base en los mismos principios. Algunos de estos transformadores requieren el uso de líquidos dieléctricos para su funcionamiento.

Los transformadores que usan aceite mineral representan la mayoría de los transformadores utilizados en los sistemas de distribución de energía en las ciudades. Puesto que los transformadores de aceite mineral no fueron fabricados a propósito como contenedores de PCB, no hay una fecha que pueda ayudar a identificar un transformador de aceite mineral contaminado. Cualquier equipo que contenga fluidos cuyo contenido supere las 50 mg/kg de PCB se considera contaminado y debe dársele un manejo adecuado. Los transformadores que usan aceite mineral por lo general tienen la designación de uso comenzando con la "O" (por ejemplo: ONS, ONAN, ONWF).

También existen transformadores que usan Askarel como fluido dieléctrico. Estos equipos fueron diseñados y fabricados para operar utilizando fluidos dieléctricos de alta concentración de PCB (usualmente 40% - 80% PCB para transformadores y hasta 100% para condensadores). Debido a la alta concentración de PCB en este tipo de equipos, se considera que presentan el mayor riesgo. La designación de los transformadores que usan Askarel suele comenzar con la letra "L" (por ejemplo: LNAN, LNAF, LNWF).

Ya que la fabricación de equipos que usaban Askarel se suspendió en 1979 en Norteamérica y en 1983 en Europa occidental; los equipos fabricados antes de estas fechas en sus respectivos países se consideran de antemano contaminados con PCB. Los transformadores que usan aceite mineral no están intencionalmente contaminados con PCB; sin embargo, se estima que entre el 7% y el 15% de todos los transformadores de aceite mineral se han contaminado inadvertidamente con PCB (a menos de 1000 mg/kg) durante su fabricación, uso o posteriores actividades de mantenimiento. La contaminación por mantenimiento es el mayor factor de contaminación de transformadores limpios, debido al uso de equipo (mangueras, bombas, etc.) destinado también al mantenimiento de transformadores que usan Askarel.

La caracterización del transformador puede realizarse verificando su placa de identificación (con la respectiva designación) o el manual de operaciones que indique el país, la fecha de fabricación y el tipo de fluido dieléctrico. Otra forma sencilla para determinar el tipo de líquido aislante consiste en tomar una gota del fluido y disponerla en un recipiente con agua. Los aceites, mineral y siliconado, son menos densos que el agua y por ende flotarán; en cambio, el Askarel o líquidos con alto contenido de PCB se hundirán debido a su mayor densidad.

3.3 Muestreo

El muestreo consiste en la acción confiable de tomar una muestra representativa para su posterior análisis. La confianza que se puede tener de la muestra está directamente relacionada con la precisión del muestreo. A mayor precisión en el muestreo menor será el error del mismo. Para ello se han considerado las siguientes fuentes de error:



MUESTREO DE ACEITES DIELECTRICOS y SUPERFICIES SÓLIDAS - BIFENILOS POLICLORADOS (PCB)

- 3.3.1 Cantidad de muestra: a mayor cantidad de muestra menor será el error asociado con la medida de la misma.
- 3.3.2 Cantidad de muestras: ya que en algunos casos se recomienda tomar muestras compuestas para disminuir el sesgo relacionado con muestras puntuales.
- 3.3.3 Clase de muestra: algunos tipos de muestra, como las muestras superficiales, de fondo, o de salida, pueden tomarse de una forma más fácil, reproducible e inequívoca que, por ejemplo, una muestra de corrido.

3.4 Interferencias del método

Para que el muestreo sea válido debe estar sin sesgos. Esto implica tener en cuenta lo siguiente:

- 3.4.1 Especificar claramente las características de la muestra.
- 3.4.2 Incluir en la muestra elementos que sólo corresponden a la misma (aceite dieléctrico, PCB, aceite mineral, aceite siliconado, etc).
- 3.4.3 Excluir aquellos elementos que no le pertenecen a la muestra (humedad, gases, material Particulado, etc.).

Las generalizaciones son aplicables si la muestra cumple con las condiciones anteriores, es totalmente representativa y fue tomada al azar. Eventualmente, y en concordancia con la literatura, se consideran importantes los siguientes criterios para considerar una muestra como representativa, y por ende carente de interferencias:

- 3.4.4 Antes de la medición la muestra debe permanecer en un proceso de reposo, idealmente durante 8 horas. Este proceso permitiría la separación de distintas fases que podrían estar presentes en el contenedor de la muestra.
- 3.4.5 De acuerdo a lo anterior, se ha definido un orden de recolección para muestras, en caso de que se quisieran tomar varias de ellas. El orden es el siguiente: superficial, de techo, superior, media, inferior, de salida, de despeje, multinivel, de fondo, tubular, de corrido, de salida (si se toma usando la válvula de salida), de drenaje.
- 3.4.6 La presencia de material particulado o residuos no se considera parte de la muestra de aceite dieléctrico para el análisis de PCB. Todo el material particulado debe eliminarse antes de tomar la muestra, por lo tanto, la muestra final no puede contener, a la inspección ocular, sólidos o materiales foráneos flotantes, suspendidos ni sedimentados.
- 3.4.7 El agua no se considera parte de la muestra, por ende debe eliminarse en conjunto con el material foráneo. Una muestra contaminada con agua no se considera representativa.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	MUESTREO DE ACEITES DIELECTRICOS Y SUPERFICIES SÓLIDAS - BIFENILOS POLICLORADOS (PCB)	Código: M2-SAPc-05
		Versión: 1.0
		Fecha: 2012-12-14
		Página: 4 de 14

3.4.8 Aire o gases disueltos en el aceite no se consideran parte de la muestra. La muestra, dependiendo del tipo de método para su recolección, puede o no estar en contacto con el aire o tener gases disueltos. Para el análisis de PCB el aire o los gases no forman parte de la muestra, sin embargo su presencia no se considera contaminación y por ende no invalida la muestra final.

4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

4.1 Seguridad durante el muestreo

Los PCB son compuestos de reconocida toxicidad y persistencia. Como consecuencia de los procesos de síntesis que se emplean para su producción, contienen como impurezas furanos y dioxinas (si bien su contenido puede ser de trazas, su toxicidad es alta). Por ende, se deben cumplir todas las normas de seguridad para el manejo de estas sustancias químicas, siendo necesario conocer toda la información relacionada, que se encuentra en la ficha técnica (hoja de seguridad), así como los lineamientos en riesgos profesionales y salud ocupacional, para lo cual se recomienda seguir las directrices del Ministerio de la Protección social según la Resolución No. 003673 de 2008 (26 de Septiembre de 2008), “*por la cual se establece el Reglamento Técnico de Trabajo Seguro en Alturas*” y del Ministerio de Minas y Energía, según Resolución No. 180398 de 2004, “*Por el cual se expide el Reglamento Técnico de Instalaciones Eléctricas – RETIE, que fija las condiciones técnicas que garanticen la seguridad en los procesos de Generación, Transmisión, Transformación, Distribución y Utilización de la energía eléctrica en la República de Colombia y se dictan otras disposiciones*”.

A continuación se describen algunas recomendaciones básicas:

- 4.1.1 Utilizar los elementos de protección personal: gafas de seguridad, casco de seguridad, guantes de nitrilo, respirador con cartuchos para vapores orgánicos, ropa de protección impermeable o resistente a la acción de los aceites.
- 4.1.2 Verificar si el equipo se encuentra energizado. En ese caso la alimentación de energía debe suspenderse, tomando las respectivas medidas de precaución de riesgo eléctrico además de las necesarias para el procedimiento de toma de muestra.
- 4.1.3 Evitar cualquier contacto o interacción con líquido aislante que es objeto de muestra.
- 4.1.4 La integridad de la muestra debe preservarse al máximo. Luz directa, aumentos de temperatura, generar chispa o llama u otro tipo de alteraciones son condiciones que deben evitarse al máximo.
- 4.1.5 Contar con instalaciones, equipo de seguridad fácilmente accesible en el laboratorio para casos de derrames y elementos de señalización de los riesgos presentes (etiquetas para muestras y residuos, cintas, conos).

4.1.6 Las condiciones del lugar de muestreo deben ser apropiadas. Esto implica baja humedad, iluminación adecuada pero indirecta y ventilación.

4.1.7 Los recipientes de almacenamiento, el almacenamiento de las muestras y la disposición de desechos debe llevarse a cabo según las normas referenciadas en el presente protocolo.

4.2 Seguridad posterior al muestreo

El muestreo y posterior análisis de laboratorio debe proporcionar como resultado una identificación para cada equipo muestreado. La siguiente información debe aparecer:

- Designación del equipo.
- Espécimen de líquido dieléctrico (mineral, siliconado, Askarel, etc.).
- Valor de la concentración de PCB en el líquido dieléctrico según se use un kit semi-cuantitativo (sección **6.4**) o análisis cromatográfico (sección **8**).
- Si el transformador cumple o no con la legislación (CUMPLE ó NO CUMPLE).
- Los cuidados que deben tenerse con el equipo.
- Las autoridades ambientales competentes en caso de emergencia.

Información adicional, como país de origen, código interno dado por la institución u otros, puede aparecer en la identificación. El diseño, elaboración e instalación de estas identificaciones debe cumplir con la normatividad vigente a la fecha actual.

5. EQUIPOS Y MATERIALES

La siguiente es una lista general de los implementos requeridos en el momento del muestreo:

- 5.1 Manguera. La manguera debe ser preferiblemente metálica flexible, normalmente de latón. Otra opción es utilizar una manguera de plástico de polietileno, politetrafluoroetileno (PTFE o teflón) o fluoro-elastómeros para evitar la contaminación de la muestra con ftalatos.
- 5.2 Jeringa para muestreo de líquidos aislantes con tubería resistente y llave de paso que conecta la válvula con la jeringa, preferiblemente de vidrio.
- 5.3 Recipientes de vidrio ámbar 500 mL con tapa (aceites dieléctricos).
- 5.4 Recipientes de vidrio limpios de 250 mL (superficies sólidas), cada uno con relleno de algodón y/o gasa estéril.
- 5.5 Plantillas desechables utilizadas para delimitar el área a muestrear.
- 5.6 Guantes desechables adecuados.
- 5.7 Tenazas o pinzas metálica
- 5.8 Algodón y/o gasa estéril 5 x 5 cm
- 5.9 Hexano
- 5.10 Toalla de papel absorbente
- 5.11 Cinta pegante y de enmascarar
- 5.12 Bolsa pequeña para basura
- 5.13 Esfero (bolígrafo) y marcador de tinta indeleble
- 5.14 Tabla portapapeles
- 5.15 Papel aluminio (cuando se requiera).

- 5.16 Formato de captura de datos en campo.
- 5.17 Bolsa plástica para guardar los formatos.
- 5.18 Overol o ropa de trabajo cómoda y que brinde protección adecuada.
- 5.19 Gafas de seguridad
- 5.20 Máscara respiradora con filtros
- 5.21 Impermeable
- 5.22 Botas de caucho

6. CONSIDERACIONES PARA LA TOMA DE MUESTRA DE ACEITES DIELECTRICOS

6.1 Tipos de muestreo

El muestreo consiste en la acción de obtener una muestra representativa en las cantidades necesarias para el análisis que se requiere. En el caso del muestreo de aceites de transformador para el análisis de PCB, la muestra puede ser de las siguientes clases:

Cuadro 1. Clases de muestreo de aceites de transformador para el análisis de PCB.

CLASE	DESCRIPCIÓN
<i>Puntual</i>	Una porción de muestra tomada en un punto específico.
<i>Superficial</i>	Una porción de muestra tomada a nivel de la superficie.
<i>De techo</i>	Tomada a 15 cm de profundidad medidos desde la superficie.
<i>Superior</i>	Tomada a 1/6 de la profundidad medida desde la superficie.
<i>Media</i>	Tomada a 3/6 de la profundidad medida desde la superficie.
<i>Inferior</i>	Tomada a 5/6 de la profundidad medida desde la superficie.
<i>De salida</i>	Tomada al nivel de la válvula de salida.
<i>De despeje</i>	Una porción de muestra tomada 15 cm bajo el nivel de salida.
<i>De fondo</i>	Una porción de muestra tomada en el punto más bajo del contenedor.
<i>Drenada</i>	Una porción de muestra obtenida por el drenaje del contenedor.
<i>Compuesta</i>	Mezcla de varias muestras puntuales de la misma clase.
<i>Promedio</i>	Mezcla de varias muestras puntuales de diferente clase.
<i>Tubular</i>	Obtenida al sumergir un tubo en el contenedor.
<i>Multinivel</i>	Obtenida al llenar un recipiente desde el fondo hasta la superficie a un ritmo constante.
<i>De corrido</i>	Obtenida al llenar un recipiente desde la superficie hasta el fondo, y de regreso, a un ritmo constante.

La clase a la que corresponda la muestra dependerá en gran medida del dispositivo utilizado y del contenedor donde se aloja la muestra que incluye transformadores y tanques o canecas. Es importante destacar que la escogencia correcta de la clase para la validación del muestreo es muy importante. Las normas no sobreponen una respecto a la otra en importancia.

Un muestreo consta de dos aspectos fundamentales. El primero es la confiabilidad del muestreo, que supone que la muestra está libre de errores aleatorios y que determina cuán grande es el error del muestreo que se lleva a cabo. En segundo lugar se encuentra la certeza del muestreo, cuyo objetivo es demostrar que las muestras no sean solo confiables sino que además sean las correctas, ya que de nada vale tomar con precisión una muestra incierta, o no representativa. A diferencia de la confiabilidad, la certeza del muestreo no puede determinarse con un criterio matemático simple, en cambio es un conjunto de condiciones que deben cumplirse.

6.2 Tipos de recipientes contenedores

En general los transformadores o contenedores de fluido dieléctrico con PCB pueden tener diferentes diseños. El aspecto más relevante del mismo para el muestreo es la vía de acceso al fluido del equipo. De este modo se pueden distinguir dos clases principales de contenedores:

- Con válvula de salida.
- Sin válvula de salida.

Los equipos sin válvula de salida pueden, tener o no, otro tipo de vía de acceso, como podría serlo una válvula de sobrepresión o una claraboya por ejemplo. Es evidente que algunas clases de muestreo sólo aplican para cierto tipo de diseño de contenedores y que algunas metodologías serán más apropiadas que otras, según lo defina cada ente con sus criterios.

6.3 Métodos de muestreo

Los métodos mencionados a continuación, incluye transformadores y tanques o canecas. Debido a las diferentes clases de muestreo y modelos de transformadores, se ponen a consideración los siguientes métodos:

6.3.1 Con Botella:

- a) La toma de muestra con botella consiste en usar la válvula de salida para recoger una muestra representativa del líquido aislante. Para ese efecto, la salida debe purgarse de modo que no aparezcan en la muestra sustancias ajenas al líquido (gases, agua o sólidos suspendidos o sedimentados).
- b) Una vez se ha asegurado que el líquido que sale de la válvula de salida es homogéneo y representativo, entonces puede procederse con la toma de muestra. Las condiciones que debe cumplir la botella se encuentran consignadas en la sección **6.5**. Este es un muestreo de salida.
- c) Cuando no hay válvula de salida pero se tiene acceso al equipo por la parte superior, pueden llevarse a cabo muestreos superficiales, multinivel o de corrido.

6.3.2 Con Jeringa:

- a) La jeringa para muestreo de líquidos aislantes consta de una tubería resistente con una llave de paso que conecta la válvula con una jeringa, preferiblemente de vidrio.
- b) Inicialmente debe purgarse la conexión resistente de modo que la llave de paso permita la salida del líquido pero impida su entrada en la jeringa.
- c) Una vez el líquido es homogéneo y carece de sustancias externas a la muestra (agua, gases o residuos) debe permitirse la entrada del líquido a la jeringa para purgarla. La jeringa debe llenarse sola por la presión propia del líquido, y máximo hasta el 80% de su capacidad total.
- d) Cuando la jeringa esté llena, se ajusta la llave de paso para permitir la eliminación del líquido aislante de purga sin que entre al equipo que se está muestreando.
- e) Terminado este procedimiento de nuevo se llena la jeringa como en el literal c). Su contenido debe almacenarse según la sección **6.5**. Esta es una muestra de salida.

6.3.3 Con cilindro de acero inoxidable.

- a) Se conecta una tubería transparente, resistente a los PCB, a la salida del equipo. Esta a su vez se conecta a la entrada inferior de un cilindro de acero inoxidable (puesto en posición vertical) cuya salida superior se encuentra conectada a un recipiente de desechos.
- b) En total hay tres llaves de paso que deben abrirse en el siguiente orden: válvula de salida, entrada del cilindro, salida del cilindro. Deben pasar por lo menos dos litros (2 L) del líquido para purgar el montaje.
- c) Una vez el montaje ha sido purgado debe asegurarse que no hay presencia de aire. Para ello se agita el cilindro de modo que cualquier burbuja salga del recipiente.
- d) Las llaves de paso deben cerrarse en el orden inverso en que se abrieron: primero la salida del cilindro, luego su entrada y finalmente la válvula de salida.
- e) Corroborar que en el cilindro no hayan quedado burbujas o algún material foráneo a la muestra. La agitación del cilindro no debería producir ningún sonido.
- f) Desechar la tubería resistente y reasegurar el equipo.
- g) La muestra dentro del cilindro está debidamente almacenada y no necesita reenvasarse. Seguir las recomendaciones pertinentes en la sección **6.5**. Esta es una muestra de salida.

6.3.4 Con sonda.

- a) Para este procedimiento debe tenerse acceso al equipo por la parte superior. La sonda debe ser preferiblemente de vidrio. En caso contrario, debe demostrarse que las sondas no interfieren en el análisis y desecharse inmediatamente después de su uso.
- b) La sonda debe ser rígida de modo que pueda definirse con certeza la profundidad a la que se está realizando el muestreo. Esta debe marcarse en la sonda y reportarse.
- c) Tapar con un dedo el orificio superior de la sonda. Sumergir la sonda hasta una profundidad previamente definida.

- d) Retirar el dedo para que el líquido llene la sonda. Una vez se llene al nivel del líquido, tapar de nuevo el orificio superior y sacar la sonda.
- e) Mover la sonda para enjuagar sus paredes internas, evitando entrar en contacto con el líquido interno o externo de la sonda. Desechar el líquido de purga.
- f) Repetir los literales b y c. Una vez llena la sonda disponer el líquido en un recipiente apropiado para su almacenamiento (ver sección 6.5). Este tipo de muestreo permite tomar muestras tubulares multinivel.
- g) A la sonda también puede adaptarse un dispositivo de presión negativa, como una jeringa, que por succión retire una cantidad definida del líquido a muestrear. Este tipo de muestra puede ser puntual de techo, superior, media, inferior, de despeje o de fondo. El líquido obtenido debe disponerse según la sección 6.5.

La acción de muestrear siguiendo estos métodos debe llevarse a cabo por personal previamente capacitado para ello, con conocimiento técnico certificado y competencias respectivas en seguridad respecto a riesgos ocupacionales, químicos, eléctricos u otro tipo posible.

6.4 Determinación semi-cuantitativa de PCB

Una herramienta muy útil para tener un conocimiento general sobre la posible presencia de PCB en una muestra consiste en la determinación rápida semi cuantitativa de PCB. Esta determinación, disponible en kits ofrecidos por diversas casas comerciales, permite clasificar la muestra en un rango de concentración que depende de la prueba utilizada. Los niveles más comunes son: 20, 50, 100 y 500 mg/kg.

La prueba consiste en una reacción entre la muestra, sodio metálico, naftaleno y diglicol metil eter. La reacción produce un cambio en la coloración de la solución que indica si la muestra se encuentra por encima o por debajo del nivel de la prueba.

Este método está calibrado para el Aroclor 1242, de modo que es un enfoque conservador de la cantidad de PCB en la muestra. Para su correcto funcionamiento la muestra debe estar libre de agua, ácido sulfúrico o sustancias halogenadas, ya que estas sustancias causan interferencias.

El objetivo final es aportar un conocimiento aproximado del contenido de PCB, preferiblemente *in situ*, para proceder pertinentemente según la concentración obtenida y disminuir la cantidad de análisis que deben llevarse a cabo por cromatografía. Por ende, la determinación semi cuantitativa no puede considerarse un dictamen final en el contenido exacto de PCB en una muestra.

La metodología anterior no es apta para la cuantificación de muestras compuestas, ni tampoco para realizar réplicas, ya que no se puede definir una desviación estándar. Se ha demostrado que al nivel de 50 mg/kg hay una alta probabilidad de falsos positivos si la muestra tiene una concentración mayor a 25 mg/kg, por ende, no debe evadirse el análisis cromatográfico, ni sobreponer estos resultados frente a un análisis cuantitativo confirmatorio.

El reporte del resultado de la concentración de PCB en el líquido, obtenido a través de esta prueba debe ser un rango, por ejemplo:

- Concentración de PCB mayor a 50 mg/kg.
- PCB < 50 mg/kg.
- Contenido de PCB: menor a 50 mg/kg

6.5 Almacenamiento de las muestras

Para preservar la identidad de las muestras obtenidas sin poner en riesgo instalaciones o personal, estas deben almacenarse teniendo en cuenta algunas pautas de seguridad.

La muestra recolectada debe almacenarse en un lugar ventilado, seco y oscuro. El recipiente que contiene cada muestra debe estar perfectamente sellado, sin fisuras de ningún tipo y con una tapa ajustada con interfase de aluminio que impida el contacto de la tapa con la muestra, y la filtración de ésta a través de las fisuras de la rosca.

Preservar la muestra de la acción del ambiente es muy importante. Debido a que algunos componentes de la matriz podrían ser fotosensibles la muestra debe preservarse de la luz usando contenedores que impidan la entrada de la luz pero permitan ver el contenido del envase (por ejemplo, el vidrio ámbar). No se recomiendan contenedores que no permitan ver el contenido interno del mismo. Ocurre un efecto similar con el aire, que podría modificar la muestra por oxidación. Para evitarlo el ajuste de la tapa debe ser tan hermético como sea posible.

La muestra es estable a temperatura ambiente y su enfriamiento podría favorecer, en ambientes húmedos, la contaminación de la muestra con agua debido a condensación de la misma sobre el aceite. Un ambiente seco, ventilado y a temperatura ambiente es el apropiado para almacenar las muestras obtenidas. Lo anterior no invalida la posibilidad de llevar la muestra a temperaturas inferiores a los 0°C para separar el agua por congelación, sin embargo este procedimiento se considera preparación de la muestra y no almacenamiento de la misma.

7. CONSIDERACIONES PARA LA TOMA DE MUESTRA DE ACEITES DIELECTRICOS EN SUPERFICIES SÓLIDAS

A menudo es necesario tomar muestras de superficies sólidas en equipos, maquinaria o en el ambiente en donde se han producido derrames de PCB, o se sospecha que hay presencia de ellos. Cuando se descontaminan de PCB las superficies internas de los transformadores u otros equipos, es necesario analizar estas superficies con el fin de verificar que la tarea de descontaminación ha sido exitosa.

Las superficies sólidas se clasifican dentro de dos categorías: permeables e impermeables. Ejemplo de superficies permeables son aquellas en que los PCB líquidos migran hacia el interior de la superficie e incluyen pavimento asfáltico, madera sin pintura, concreto sin pintura, entre otros.

Las superficies impermeables, tales como el metal, la cerámica, la madera o el concreto pintados, etc., son superficies donde los PCB no pueden penetrar fácilmente la superficie

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	MUESTREO DE ACEITES DIELECTRICOS y SUPERFICIES SÓLIDAS - BIFENILOS POLICLORADOS (PCB)	Código: M2-SAPc-05
		Versión: 1.0
		Fecha: 2012-12-14
		Página: 11 de 14

exterior. Para realizar la toma de muestra en este tipo de superficies, se recomienda seguir el siguiente procedimiento:

- 7.1 Ubicar en cada uno de los recipientes de vidrio de 250 mL limpios, almohadillas de algodón y/o gasa estéril de 5 x 5 cm, equivalentes a aproximadamente 0,5 g. Los recipientes se sellan, con revestimiento de teflón o papel aluminio limpiado con hexano.
- 7.2 Preparar plantillas desechables de tal manera que los bordes interiores representen una superficie mínima de 100 cm² (10x10 cm). La plantilla puede ser de cualquier forma, apropiada para la superficie a ser probada (cuadrada o rectangular, usualmente). Se pueden sacar muestras de superficies por debajo de los 100 cm², si las circunstancias así lo requieren; sin embargo, con dicho procedimiento se puede correr el riesgo de no detectar los PCB, debido a las limitaciones del equipo analítico del laboratorio. Generalmente, las plantillas se hacen de papel pesado o cartón y no se deben reutilizar entre muestras.
- 7.3 Tomar una almohadilla de algodón y/o gasa estéril del recipiente usando una pinza metálica, e impregnarla de manera uniforme con hexano por una de las caras usando una pipeta Pasteur. El algodón y/o gasa no debe quedar goteando hexano.
- 7.4 Ubicar la superficie sólida a determinar contaminación con PCB sobre una base de papel aluminio y sobre ella la plantilla, colocar la almohadilla de algodón y/o gasa estéril sobre la superficie, dejando la superficie del algodón y/o gasa estéril impregnada de hexano en contacto con la superficie.
- 7.5 Frotar la superficie sólida con la almohadilla de algodón y/o gasa estéril empezando por una de las esquinas, de manera horizontal y vertical asegurándose que la superficie sólida quede completamente limpia.
- 7.6 Ubicar la almohadilla de algodón y/o gasa dentro de un recipiente limpio.
- 7.7 Tomar la segunda almohadilla de algodón y/o gasa nueva del recipiente, impregnarla de manera uniforme con hexano por una de las caras usando una pipeta Pasteur y realizar una segunda limpieza tal como se indica en 10.6. Si después de realizar las dos limpiezas, aún se observa trazas de aceite en la superficie, se recomienda realizar limpiezas adicionales reemplazando el algodón y/o gasa hasta que no permanezcan trazas de aceite en el área muestreo. En este caso se realizarán las extracciones independientes en un recipiente por cada dos almohadillas de algodón y/o gasa y al final se unirán los extractos, según el procedimiento que se describe a continuación:
- 7.8 Ubicar la segunda almohadilla de algodón y/o gasa en conjunto con la primera dentro del recipiente limpio. Adicionar un volumen aproximado de 20 mL de Hexano. Tapar el recipiente y sonicar durante 20 min.
- 7.9 Llevar los 20 mL del extracto a un recipiente limpio de 40-50 mL.

- 7.10 Realizar una segunda extracción de las almohadillas de algodón y/o gasa con 15 mL de solvente durante 20 minutos.
- 7.11 Colectar el segundo extracto con el primero, al final, presionar las almohadillas de algodón y/o gasa evitando cualquier pérdida del solvente. Secar con rotoevaporador o con corriente de nitrógeno hasta un volumen exacto de 5 mL.
- 7.12 Si la muestra requiere limpieza continuar con la sección 7.13; de lo contrario, proseguir en 7.15.
- 7.13 Disponer los 5 mL de la muestra preparada en 7.11, en un vial de 20 mL. Agregar aproximadamente 5 mL de H₂SO₄ concentrado y tapar el vial, recubriendo la tapa con papel aluminio. Agitar mínimo a 1000 rpm durante 1 minuto. Dejar reposar hasta que la interfase, si se produce, se disipe (10 minutos aproximadamente).
- 7.14 Si la coloración de la fase orgánica es más intensa que la de la fase acuosa, retirar completamente la fase orgánica con ayuda de una pipeta Pasteur y repetir el proceso de limpieza con la fase acuosa. Si se considera que el extracto ha quedado limpio continuar con la sección 7.15. Si por el contrario, se considera que extracto aún no está lo suficientemente limpio, realizar una limpieza final con Florisil.
- 7.15 Para realizar la limpieza con florisil, pesar aproximadamente 0.25 g de Florisil en un vial de vidrio, adicionar 5 mL de la solución preparada en 7.13 y tapar cubriendo con aluminio. Agitar mínimo a 1000 rpm durante 1 minuto, luego permitir que el adsorbente se deposite en el fondo del vial. Inyectar una alícuota de la fase orgánica en el GC-ECD.
- 7.16 Tomar una alícuota de la muestra previamente preparada (7.12, 7.13 y 7.14, según sea el caso) y llevarla a un vial ámbar de 2mL para cromatografía. Inyectar y analizar las muestras con las mismas condiciones cromatográficas utilizadas para el estándar. Diluciones adicionales pueden ser necesarias para que las muestras entren en el rango lineal del método.
- 7.17 Si la muestra no puede inyectarse inmediatamente debe almacenarse a 4°C en la oscuridad, debidamente rotulada y tapada.

Nota: Si se presume que la muestra está altamente contaminada con PCB, se recomienda diluir sucesivamente la muestra (1:100) para evitar saturación de la columna o el detector debido a la alta concentración de PCB presentes en la muestra. Si no son suficientes dos almohadillas de algodón y/o gasa para realizar la limpieza de la superficie, usar otras dos almohadillas en cuyo caso la determinación de PCB en la muestra deberá realizarse por separado, es decir la extracción se realizará para cada dos almohadillas de algodón y/o gasa.

Si el extracto contiene partículas suspendidas, se recomienda filtrar a través de acrodiscos de filtros de nylon de 0,45 µm, utilizando jeringas de vidrio, politetrafluoroetileno (PTFE, teflón) o polipropileno.



8. LIMPIEZA DE MATERIAL

Toda la vidriería reutilizable debe limpiarse escrupulosamente inmediatamente después de su uso con al menos tres enjuagues usando acetona (grado técnico o superior). Una vez terminados los análisis el material debe lavarse con una solución de jabón neutro, posteriormente se enjuaga con abundante agua destilada; finalmente, con agua desionizada. Terminados los enjuagues se purga usando solventes por medio de gradiente de polaridad de mayor a menor, tratando el material con acetona y hexano. Cualquier otro método de lavado que demuestre capacidad para eliminar satisfactoriamente los rastros de PCB en la vidriería (lo que debe vigilarse constantemente con blancos de vidriería) se considerará apto para el normal desarrollo del análisis.

Las partes del material que vayan a estar en contacto con el ingreso o salida de la muestra, como boquillas, roscas y tapas, se cubren con papel de aluminio limpio.

A continuación se propone una secuencia para el lavado de material del muestreo (especialmente vidriería). Material desechable, como jeringas plásticas, sondas plásticas, papel aluminio y absorbente; u otro tipo de material, que haya estado en contacto con el aceite debe descartarse según la normatividad vigente.

- a) Lavar el recipiente y la tapa con solución diluida de detergente y de agua.
- b) Enjuagar la tapa completamente con agua.
- c) Enjuagar sucesivamente, dos veces, con agua (destilada o superior).
- d) Drenar completamente y volver a poner la tapa.
(Se pueden usar las máquinas automáticas de lavado para este procedimiento).
- e) Enjuagar con acetona (grado reactivo o superior) y drenar.
- f) Enjuagar con hexano (grado reactivo o superior), secar e inmediatamente poner la tapa.
- g) El secado y almacenamiento de la vidriería es de crítica importancia para prevenir que los efectos de la limpieza escrupulosa sean anulados. Se recomienda secar de todo el material de vidrio no volumétrico a 100 °C.
- h) Bajo ninguna circunstancia los materiales se deben dejar abiertos sin protección. El polvo puede re-contaminar la vidriería.

9. PROCEDIMIENTO ANALÍTICO

El análisis consiste en la determinación exacta y precisa de la concentración de PCB en la muestra de aceite por un método cromatográfico que incluye la comparación con los perfiles de los estándares de los PCB y su posterior cuantificación.

Para la eliminación de interferencias se puede realizar la limpieza de la muestra con ácido sulfúrico o florisil, una vez esta ha sido diluida. Una vez analizada por cromatografía, la concentración de PCB en la muestra real se determina por medio de cuantificación

usando las señales más representativas de cada estándar, por medio de calibración interna o externa, por congéneres o por promedio aritmético o ponderado.

Para más información, remitirse al protocolo: DETERMINACIÓN DE BIFENILOS POLICLORADOS (PCB) EN ACEITES DIELECTRICOS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES Y DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRONES.

DETERMINACIÓN DE BIFENILOS POLICLORADOS (PCB) EN SUPERFICIES SÓLIDAS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES Y DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRONES.

10. BIBLIOGRAFÍA

ESTADOS UNIDOS. ASTM. Estándar D923-07 (2010). (7, octubre, 2010). Standard Practices for Sampling Electrical Insulating Liquids. Pensilvania, 2010. p. 1 – 13.

ESTADOS UNIDOS. ASTM. Estándar D4057-06 (2011). (1, junio, 2011). Standard Practices for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products. Pensilvania, 2011. p. 1 – 18.

ESTADOS UNIDOS. EPA. Método 9079 (1996). Scening Test Method for Polychlorinated Biphenyls in Transformer Oil. 1996. p. 1 – 13.

ESTADOS UNIDOS. EPA. 40 CFR Part 761. Polychlorinated Biphenyls (PCB) manufacturing, processing, distribution in commerce, and use prohibitions.

Proyecto CERI-ACDI-Colombia. Manual de manejo de PCB para Colombia. 1999. p. 1 – 137.

Resolucion número 003673 de 2008 (26 de Septiembre de 2008). Reglamento Técnico de Trabajo Seguro en Alturas. Ministerio de la proteccion social. República de Colombia.

Resolucion número 18 0398 de 2004 (abril 7de 2004). Reglamento Técnico de Instalaciones Eléctricas – RETIE, que fija las condiciones técnicas que garanticen la seguridad en los procesos de generación, transmisión, transformación, distribución y utilización de la energía eléctrica en la república de Colombia. Ministerio de Minas y Energía. República de Colombia.