

DETERMINACION DE SILICE, POR ESPECTROFOTOMETRIA  
INFRARROJA \*

Rómulo Ochoa Luna\*\*

*Pontificia Universidad Católica del Perú*

RESUMEN

Se ha desarrollado y aplicado un método espectrofotométrico modificado de análisis cuantitativo de sílice libre en mezclas con silicatos, por espectroscopía infrarroja. Las muestras fueron sumamente pequeñas, inferiores a 5 micrones. Este es un método eficaz en contaminación del aire con polvo mineral, especialmente en tareas de perforación minera, por cuanto a partir del mismo espectro obtenido de la muestra, se determina el tamaño promedio de las partículas de sílice libre, factor al que se debe, entre otros, la toxicidad de este compuesto, dando origen a la enfermedad conocida como "silicosis".

I. INTRODUCCION

La determinación de sílice o cuarzo en materiales minerales silicatados ha representado un desafío tanto académico como aplicativo desde hace mucho tiempo (1, 2, 3, 4, 5, 6), debido a que no es fácil la separación de sílice de silicatos, puesto que en un tratamiento de la muestra por fusión todos los compuestos pasan en medio alcalino a  $\text{SiO}_3^{2-}$ , y si se acidula, precipita como gel de sílice  $\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , conocido como ácido silícico. El químico Talvitic (7) tra-

---

\* Este trabajo es en parte un extracto del "Informe de una asesoría en el Proyecto de Cooperación de la Oficina Panamericana de la Salud al Gobierno de Bolivia en Abril de 1982".

\*\* PUCP, Departamento de Ciencias, Sección Química.

bajó desde 1950 en el mejoramiento de un método gravimétrico, con el uso de ácido fosfórico para separar los silicatos del cuarzo, método que fue recomendado por el ministerio de salud de los EUA, por unos 15 á 20 años. Fue el mismo Talvitie (8) quien en 1964 propuso un método espectrofotométrico en la región visible, para la determinación de sílice por formación de un dipoli-Si-O-P coloreado.

Los intentos de aplicar la espectroscopía I.R. al análisis de minerales se iniciaron en 1959 con los trabajos de Tuddenham (9, 10) a fin de obtener espectros I. R. identificatorios de algunas vibraciones de Si-O y la posibilidad de cuantificar el cuarzo. La aparición constante de bandas muy pequeñas no diferenciadas claramente en la frecuencia de  $800\text{ cm}^{-1}$  constituyó el inicio del método. Se observó que tal banda aparecía no sólo más nítida é intensa, sino un doblete a  $780$  y  $800\text{ cm}^{-1}$ , a medida que la molienda de la muestra era más fina. Cuando las partículas se reducían a menos de 10 micrones el doblete era más agudo, por lo que se obtuvo una relación entre contenido de sílice y tamaño de partícula. En estos estudios destaca el trabajo de Zeller (11) al proponer el método espectroscópico por infra-rojo. En 1982, el autor de este trabajo fué llamado por la Oficina Panamericana de la Salud (OPS) para realizar un trabajo en las minas de Oruro, Bolivia, para cuyo fin ya se había montado un laboratorio de Polvimetría con un moderno espectrofotómetro infrarojo.

## NORMALIZACION DEL METODO

En todo método analítico, sea instrumental ó convencional, es indispensable contar con compuestos de alta pureza, no menor de 99.9%. Estos se conocen con el nombre de "estándares primarios". Si bien, en análisis de cuarzo,  $\text{SiO}_2$ , se puede contar con cristales de alta pureza, el inconveniente para el método espectroscópico I.R., estaba en el tamaño de las partículas de  $\text{SiO}_2$ , que fueron molidas en un mortero de mullita, sin conseguir la resolución del "doblete". Afortunadamente en una búsqueda de cuarzo estándar en el Laboratorio del Instituto Nacional de Salud Ocupacional de Bolivia (INSO) se encontró muestras de cuarzo de alta pureza clasificadas por tamaños  $2\text{-}5\text{ }\mu$ ;  $1\text{-}2\text{ }\mu$  y menores de  $0.5\text{ }\mu$ , obtenidas por el Sr. A.S. Landry, asesor del Instituto Boliviano, quien había trabajado de 1965 a 1975.

Durante la aplicación del procedimiento de análisis en muestras tomadas en los centros mineros se obtenían espectros de resolución similares a los del estándar de partículas menores de  $0.5\text{ }\mu$ . Por ello es que éste estándar se usó para establecer una curva de calibración.

En resumen, el método espectroscópico I.R. consiste en efectuar pastillas de KBr en una proporción de unos 2 a 3 mg de muestra de polvo fino, por 100 mg de KBr. Las muestras se tomaron con equipos consistentes en microciclones accionados con pilas eléctricas, que poseen la característica de separar las partículas suspendidas en la atmósfera de trabajo en una operación de perforación. El dispositivo es colocado en la parte exterior del bolsillo del trabajador (12). Las partículas finas menores de  $5 \mu$  pasan a través de un filtro millipore donde son retenidas aquellas entre  $5$  y  $0.01 \mu$ , prácticamente en un 100%.

Pasan aquéllas partículas menores de  $0.01 \mu$  que significa, menores de  $10 \text{ nm}$  que ya son de nivel molecular. El microciclón retiene también partículas mayores de  $5 \mu$  en un depósito adjunto, cuyo material podría usarse para la determinación de cuarzo por métodos químicos, cuyo contenido será similar al obtenido por I.R., dando así un modo eficaz de comprobación analítica.

La membrana se lleva a una mufla y se quema a unos  $350^\circ\text{C}$ , temperatura a la cual la membrana millipore, que es un compuesto orgánico con porosidad fija, llega a volatizarse completamente. El polvo residual se pesa y luego se mezcla con KBr para hacer la pastilla. Y así se obtiene el espectro de la muestra cuya región que interesa está entre  $700$  y  $900 \text{ cm}^{-1}$ . El tamaño de partícula promedio y el contenido de  $\text{SiO}_2$  se obtiene siguiendo el procedimiento que se da en la Parte Experimental.

## II. PARTE EXPERIMENTAL

### *Aparatos, Material y Reactivos*

1. Balanza Analítica Oerling, sensibilidad  $0.01 \text{ mg}$ .
2. Espectrofotómetro I.R., Perkin Elmer Mod. 297
3. Prensa Perkin Elmer, presión  $15 \text{ ton. max.}$
4. Vibrador
5. Bomba de vacío, Edward High Vacuum
6. Mufla Gallen/2 amp. hasta  $1100^\circ\text{C}$
7. Desecador grande
8. Cápsulas de porcelana
9. Una caja de filtros de  $5, 0 \mu$  de porosidad

### *Reactivos.*

- 1) KBr espectroscópico I.R.  $1 \text{ Kg}$ .
- 2) Sílice 3 grados incluye cuarzo- $\beta$ , sólo uno de ellos.
- 3) Etanol anhidro

*Procedimiento.*

- 1.- Obtener el peso de la muestra de polvo por diferencia entre el peso del filtro antes y después de la toma de muestra, con aproximación al 0.01 mg.
- 2.- Colocar el filtro en un crisol de porcelana previamente limpio y calcinado.
- 3.- Colocar el crisol con el filtro, la mufla y calentar a una temperatura máxima de 500°C durante 3 horas.
- 4.- Sacar el crisol de la mufla con una pinza larga y trasladarlo al desecador y dejarlo por una media hora para enfriar.
- 5.- Añadir bromuro de potasio (KBr) espectroscópico en las siguientes cantidades:

-	Hasta 1 mg de muestra, añadir	250 mg KBr.
-	De 1 - 2 mg	" " 500 mg
-	De 2 - 3 mg	" " 750 mg
-	De 3 - 5 mg	" " 1000 mg
-	De 5 - 10 mg	" " 1500 y 2000 mg.

Nota: La cantidad de KBr a añadir depende también del contenido de SiO<sub>2</sub>. En consecuencia es conveniente tener experiencia y conocimiento aproximado de los ambientes donde se realiza el muestreo. Es muy probable que con las dos o tres primeras muestras analizadas se pueda juzgar mejor la cantidad de KBr a añadir. Hacerlo siempre en múltiplos de 250 mg con el fin de facilitar el cálculo final.

- 6.- Hacer una mezcla primaria entre el residuo y el KBr utilizando una varilla metálica y con movimientos suaves para evitar pérdidas por suspensión del polvo fino.
- 7.- Trasladar la mezcla a una luna de reloj limpia y con el uso de un pincel de pelo de camello, o pelo de marta, y muy suavemente, limpiar el crisol de porcelana.
- 8.- Con el uso de un embudo pequeño de vidrio trasladar la mezcla en la luna de reloj al recipiente del vibrador, utilizando también el pincel.

- 9.- Agregar un par de esferillas de vidrio o plástico, luego sujetarlo al vibrador fuertemente. Conectar el vibrador y dejarlo durante 6 minutos.
- 10.- Trasladar la mezcla a una luna de reloj con cuidado y evitando que las esferillas salten de la luna de reloj. Con ayuda del pincel limpiar completamente el recipiente del vibrador, agregar la pequeña cantidad de mezcla que haya quedado en el recipiente y agregarla a la luna de reloj. Con una pinza coja las esferillas y límpielas de la mezcla adherida antes de removerlas.
- 11.- Con la ayuda del pequeño embudo traslade la mezcla al pastillero limpiando finalmente con el pincel.
- 12.- Coloque el pastillero en la prensa hidráulica y conecte la bomba de vacío antes de efectuar alguna presión. Asegúrese que el vacío en el pastillero sea alto, esto es, unos dos o tres minutos de funcionamiento, y sin interrumpir el vacío aplique 2 toneladas de presión por 2 minutos.
- 13.- Aumente la presión a 10 toneladas, y mantenga esta presión por 10 minutos más. Luego abriendo la válvula de la prensa con cuidado, coloque el cilindro de plástico de modo que los cilindros del pastillero y la pastilla de 250 mg caigan sobre una lámina de espuma de plástico.
- 14.- Coloque la pastilla cogiendo por la circunferencia con los dedos de la mano, evitando tocar ambas superficies de la pastilla, en el porta-pastillas y este en el haz de muestra del espectrofotómetro. Obtenga el espectro de la muestra.
- 15.- Obtenido el espectro concentre su atención al doblete de la banda de  $800\text{ cm}^{-1}$ . Calcule la absorbancia neta que produce la sílice de la muestra, de la siguiente manera:
  - a. Una con un lápiz fino los puntos mínimos (valles) que aparecen a los costados del doblete de absorción de la sílice.
  - b. Determine la absorbancia, esto es, el punto de intersección entre la recta trazada y la línea de  $800\text{ cm}^{-1}$ .
  - c. Determine la absorción del pico máximo de la banda de  $800\text{ cm}^{-1}$ . Esta es la absorbancia que corresponde a la muestra. Tal como muestra la Fig. (2).
  - d. Calcular la  $A_n$  (Absorbancia neta de la muestra) por sustracción de la absorbancia del punto bajo de la banda de  $800\text{ cm}^{-1}$  y el pico máximo de la banda alta  $800\text{ cm}^{-1}$ , esto es, en la Fig. (2), resulta la absorbancia neta de una muestra hipotética = 0.36.

- 16.- Con este valor de la absorbancia, "plotec" en la curva adecuada al tamaño de partículas y obtenga la cantidad de  $\text{SiO}_2$  en la abscisa.
- 17.- Transforme el valor en  $\mu\text{g}$  de  $\text{SiO}_2$  de la muestra a  $\text{mg SiO}_2$  y dividida por el peso de la muestra, que multiplicado  $\times 100$  le dará el % de  $\text{SiO}_2$  en la muestra.

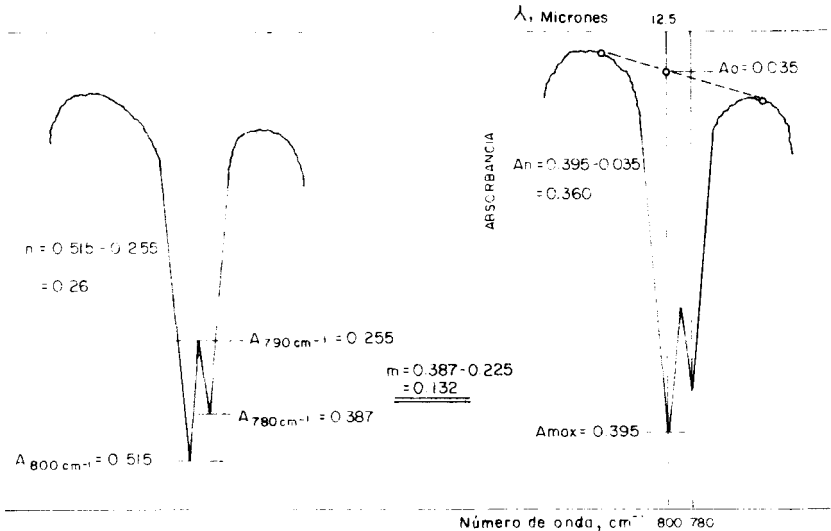


Fig. 1: Medición del tamaño de partícula

Fig. 2: Medición de la Absorbancia neta,  $A_n$  para una muestra de  $\text{SiO}_2$

### DETERMINACION DE LA CURVA ADECUADA DE CALIBRACION: PARA EL CALCULO DE SILICE, Y TAMAÑO DE PARTICULAS

Nota: El análisis de  $\text{SiO}_2$  por infra-rojo, es muy sensible al tamaño de partículas. Mientras más pequeña, mayor absorción, para una misma cantidad de  $\text{SiO}_2$ . Por esta razón se expone el siguiente procedimiento a fin de seleccionar la curva adecuada, determinando primero el tamaño de partícula.

- 18.- Tratándose de una serie de muestras tomadas en una determinada zona minera, será conveniente determinar el tamaño de partículas de  $\text{SiO}_2$  de tres muestras tomadas al azar, y establecer el promedio, y con este valor escoger una de las tres curvas de Calibración Obtenidas. Fig. (3) de 2-5u  $\text{SiO}_2$ ; (4) de 1-2u  $\text{SiO}_2$  y (5) menores de 0.5 u.

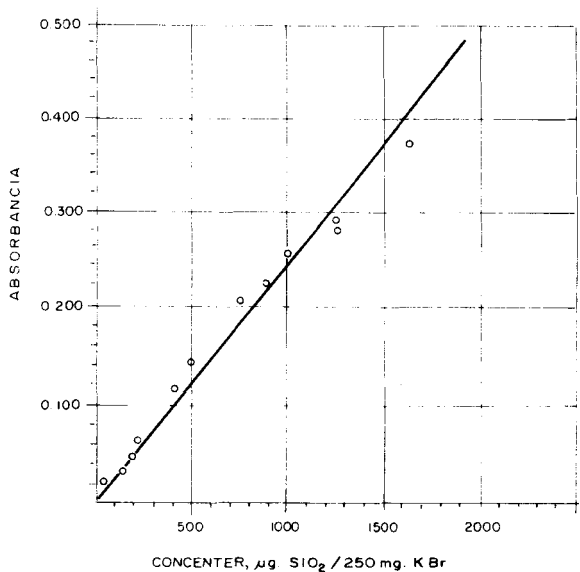


Fig. 3: Curva de Calibración preparada con SiO<sub>2</sub> 2-5μ (QUARTZ x c 403 CATAVI)  
Espectro I.R. - Banda de 800 cm<sup>-1</sup> 29-III-82

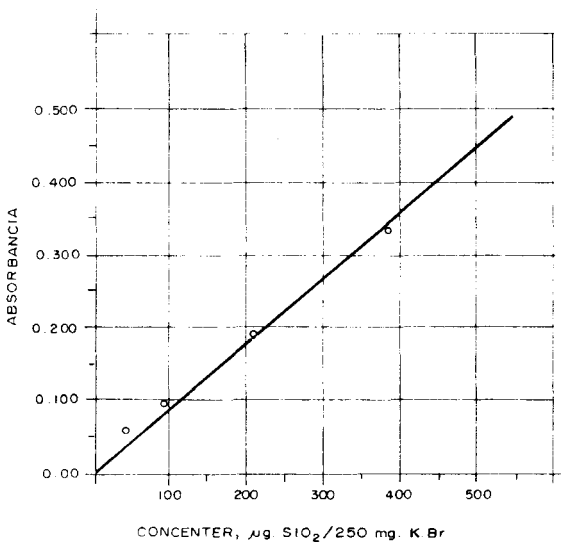


Fig. 4: Curva de Calibración preparada con SiO<sub>2</sub> 1-2μ tamaño  
Espectro I.R - Banda de 800 cm<sup>-1</sup>

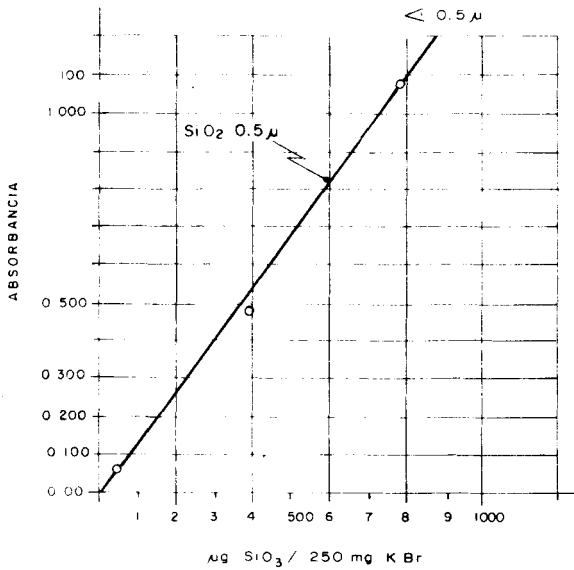


Fig. 5: Curva Calibración de SiO<sub>2</sub> preparada con SiO<sub>2</sub> 0.5 tamaño  
Espectro I.R - Banda a 800 cm<sup>-1</sup>  
30-III-82

19.- La determinación del tamaño de partícula de SiO<sub>2</sub>, se efectúa de la siguiente manera. Fig (1).

- a). Una vez que tenga el espectro de una muestra, concentre su atención en el doblete de SiO<sub>2</sub> y determine las absorbancias del pico máximo a 800 cm<sup>-1</sup>, el valle intermedio del doblete a 790 cm<sup>-1</sup> y el pico máximo a 780 cm<sup>-1</sup>. Calcule el valor de  $\underline{n} = A_{806} - A_{790}$ , y el valor de  $\underline{m} = A_{780} - A_{790}$ ; con este valor "ploteamos" la curva de la Fig. (6) y hallamos el tamaño de la partícula igual a 0.4 u.

En la Fig. (6) se muestra las mediciones del doblete de SiO<sub>2</sub> para la determinación del tamaño de partículas.



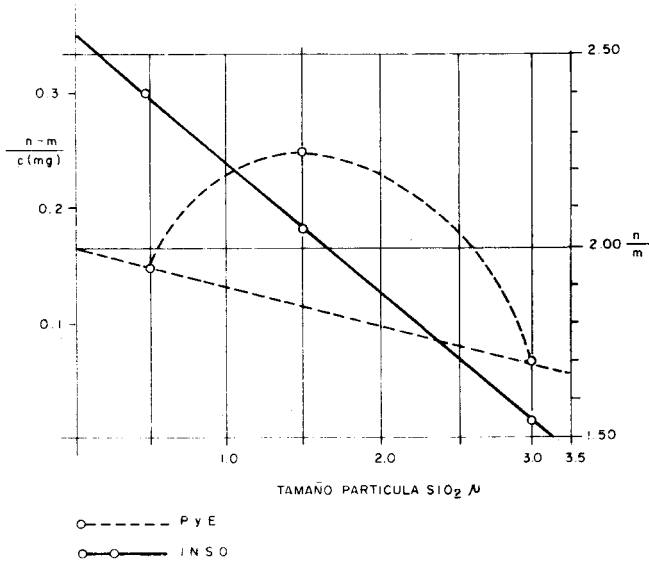


Fig. 6: Determinación del tamaño de partícula SiO<sub>2</sub>

- 20.- Determine la concentración de SiO<sub>2</sub> en las 3 curvas de calibración dadas en 18 y ahora calcule las relaciones  $(n - m)/C$  (mg). Sólo uno, de los valores coincidirá con la recta de la figura (6). La relación  $n/m$  se origina en la recomendación dada por Perkin Elmer (1), y no guarda relación con el tamaño de partícula de SiO<sub>2</sub> en la muestra, y por consiguiente no es recomendable su uso.
- 21.- Determinado el tamaño de las partículas de SiO<sub>2</sub>, obtenga el promedio de las relaciones individuales  $(n-m)/C$ (mg)

Finalmente, para la determinación de cantidad de SiO<sub>2</sub> en la muestra, haga uso de la Curva de Calibración que más se acerque al tamaño de partículas y obtenga la cantidad de SiO<sub>2</sub>.

## METODO DE LA ADICION ESTANDAR, PARA LA COMPROBACION DE LA CONCENTRACION DE SiO<sub>2</sub>

Durante la obtención de las Curvas de Calibración de Análisis de SiO<sub>2</sub>, y con el fin de asegurar la exactitud y precisión de estos análisis, se recurrió al método de adición estándar, cuyo procedimiento es el que sigue:

- 22.- Obtenido el espectro I.R. de una muestra de polvo, medido su tamaño de partícula y determinada la concentración de SiO<sub>2</sub> en la curva adecuada de calibración, la pastilla de 250 mg. se traslada a un mortero de mullita, se le agrega una cantidad conocida de solución sólida de SiO<sub>2</sub> en KBr, del tamaño aproximado de partículas de SiO<sub>2</sub>, luego se completa a 500 mg. con KBr.
- 23.- Se muele en el mortero teniendo cuidado de hacer al mismo tiempo una mezcla primaria.  
Como el KBr es algo higroscópico, se traslada toda la mezcla a una luna de reloj y ésta a la estufa a 105°C durante una media hora.
- 24.- La mezcla se pasa al molino vibrador para su homogenización, y de ésta se toma 250 mg. para hacer una pastilla en la forma recomendada.
- 25.- Se mide la absorbancia neta y junto con la absorbancia de la muestra obtenida de 2.21, se calcula la concentración de SiO<sub>2</sub> en la muestra original, sin recurrir a ninguna curva, con la siguiente expresión que se deriva de la Ley de Beer y Lambert:

$$A_x / A_{x+std} = C_x / C_{x+std}$$

- 26.- Como ejemplo de cálculo, damos a continuación la realización de una muestra de Huanuni, directamente y por adición estándar. En la fig. (7) se puede apreciar los espectros de la muestra antes y después de la adición estándar.
- 27.- De la comparación de ambos resultados bastante próximos, dividiendo el valor obtenido por adición estándar entre el valor obtenido directamente de la curva obtenemos el factor de corrección.

$$f_c = 137 / 130 = 1.05$$

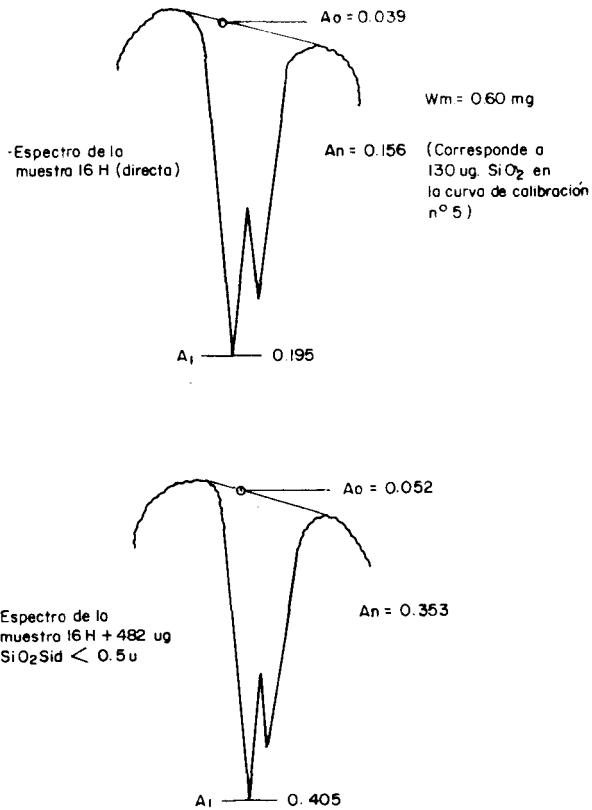


Fig. 7: Método de Adición Estandar

Esto significa que si utilizamos la lectura directa de la curva de calibración, la concentración de  $\text{SiO}_2$ , deberá multiplicarse por el factor  $f_c$ . Este factor garantiza un mejor resultado, puesto que toma en cuenta la pequeña variación que haya por tamaño real de partícula, como por las posibles interferencias, para un determinado lugar de la mina.

## PREPARACION DE LAS CURVAS DE CALIBRACION

Para un correcto trabajo en la determinación de  $\text{SiO}_2$  por espectroscopía I.R. damos a continuación el procedimiento para la obtención de Curvas de Calibración. Estas serán tantas como estándares de cuarzo se puede disponer. Sólo una fue utilizada, y que correspondió a tamaño de partículas entre 2-5  $\mu$ . Del Laboratorio de Química del INSO seleccionamos dos estándares, uno de 1-2 u y el otro de menor de 0.5 u.

En estas tres muestras de sílice estándar, operamos de la siguiente manera:

- 28.- Pese 100 mg. de  $\text{SiO}_2$  estándar y agréguele 900 mg. de KBr (es preferible hacer las pesadas separadamente, con la balanza sensible al 0.01 mg. para evitar contaminación).
- 29.- Reúna en la luna de reloj que contiene la  $\text{SiO}_2$ , todo el KBr de la otra luna de reloj. Con la espátula pequeña haga una mezcla primaria.
- 30.- Con el uso de un embudo pequeño de vidrio, traslade la mezcla al molino vibrador. Después de 6 minutos de mezcla, traslade a un pequeño frasco (vial) y así habrá obtenido Stock A, 100 mg  $\text{SiO}_2$  / 1000 mg de mezcla KBr.
- 31.- Del Stock A pese 100 mg en una luna de reloj y agréguele 900 mg de KBr y prosiga como anteriormente. Obtendrá un frasquito con membrete Stock B, de 10 mg  $\text{SiO}_2$  /1000 mg de mezcla KBr. Para obtener el Stock C, pese 100 mg de B y añádale 900 mg de KBr. El Stock C tendrá un membrete 1.0 mg de  $\text{SiO}_2$  /1000 mg de mezcla KBr.
- 32.- Tenga presente que las concentraciones de los Stocks pueden expresarse también como sigue:

Stock A 100 ug de  $\text{SiO}_2$  / 1.0 mg de mezcla KBr.  
Stock B 10.0 ug de  $\text{SiO}_2$  /1.0 mg de mezclas KBr.  
Stock C 1.0 ug de  $\text{SiO}_2$  /1.0 mg de mezcla KBr.

- 33.- Con una combinación racional de los Stocks puede Ud. preparar pastillas de KBr que contengan desde 10 ug hasta unos 500 ug ó 1000 ug según su necesidad. Recuerde que la absorción de  $\text{SiO}_2$  en la banda de 800  $\text{cm}^{-1}$  sigue muy bien la ley de Beer y Lambert entre 0 y 2000 ug de  $\text{SiO}_2$ .

34.- Para una buena curva de calibración, será conveniente hacerlas con un número de 3 puntos, que unidos deberán pasar por la intersección de las ordenadas del dibujo. De otro modo repita los puntos dos o tres veces, de modo que el promedio de absorción para una concentración determinada le produzca una curva aceptable, tales como las que se muestran en la Fig. 3, 4 y 5.

### III.- RESULTADOS DE LA APLICACION DE METODO.

Después de haber preparado y estandarizado el método se procesó un grupo de muestras tomadas en dos centros mineros de Bolivia, con resultados concordantes con estudios previos en cuanto a contenido de  $\text{SiO}_2$ . En cuanto al tamaño promedio de partículas, en todas las muestras fluctuaban entre 0.25 y 0.45  $\mu$ . A continuación se dan los resultados:

#### Resultados de los análisis de sílice libre (En dos centros mineros)

Nº M.	Vol. aire $\text{m}^3$	Peso/muestra mg	Conc. mg de polvo $\text{m}^3$	% $\text{SiO}_2$	Ocupación
(En Huanuni)					
1H	0.820	5.76	7.02	8.15	Perforador
3H	0.912	2.13	2.33	21.12	Extracción
4H	0.595	3.92	6.50	11.86	Perforador
5H	0.600	1.80	3.00	14.43	Extracción
7H	0.720	0.92	1.28	33.69	Limpieza
8H	0.671	4.20	6.76	3.33	Perforación
9H	0.832	2.23	2.68	11.88	Perforación
10H	0.714	1.63	2.28	18.40	Perforación
11H	0.773	0.68	0.88	24.26	Limpieza
12H	0.798	1.94	2.43	17.78	Limpieza
16H	0.870	0.60	0.69	21.66	Galería
17H	0.661	0.92	1.39	9.78	Limpieza
En Catavi					
1C	0.342	0.38	1.11	17.37	molinos
2C	0.342	3.00	8.77	24.00	correa
3C	0.342	2.66	7.78	21.62	buzón
4C	0.342	1.64	4.79	21.34	buzón

**Nota:** El tamaño de partículas en todas las muestras es menor de 0.5 $\mu$ .

#### IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

- 1.- Se ha establecido un método espectroscópico I.R. y se ha aplicado en centros mineros, con resultados satisfactorios, por su rapidez y precisión suficientes en estos trabajos.
- 2.- El método, además de proveer la concentración de sílice libre en muestras minerales y en cantidades pequeñas de 0.38 y 5.76 mg., proporciona el tamaño promedio de las partículas de sílice.
- 3.- Es recomendable proseguir con trabajos espectroscópicos I.R. en otros minerales con contenido de óxidos de aluminio y de hierro, en razón de existir las posibilidades de encontrar bandas de estiramiento O-Fe-O y O-Al-O, en la misma forma del doblete a  $800\text{ cm}^{-1}$  para el O-Si-O.

#### V. REFERENCIAS

1. R. Ochoa, Informe Final sobre la Consultoría en Espectroscopía Infra-Roja y su aplicación a análisis de Sílice Libre en Muestras Ambientales de Polvo, Organización Mundial de la Salud - Organización Panamericana de la Salud, La Paz, Bolivia, 1982.
2. R. Ochoa "Determinación de Sílice" 1958. *Boletín de Salud Ocupacional del Perú*, Vol. I, 2.
3. A.S. Landry, (1959). "Determinación de Cuarzo", *Boletín de Salud Ocupacional del Perú*, Vol. IV, 1.
4. T. Hatch and G. Moke, (1936). "The Mineralogical Composition of Sirborne Foundry Dust", *J. Ind Hyg and Tox*, 18, 91.
5. J.K. Brash, (1956). "Free Silica in Industrial Dust, Physical Methods for its Determination", *Am. Ind Hyg Assoc., Quart*, 17, 65.
6. I.M. Kolthoff and E.B. Sandell, (1953). **Determination of Silica by Quantitative Inorganic Analysis**, p. 384, TheMac Millam Co.
7. N.A. Talvitie, (1951). "Determinación de Quartz in Presence of Silicates using Phosphoric Acid", *Anal. Chem*, 23, 623.

8. N.A. Talvite, (1964). "Determination of Free Silica: Gravimetric and Spectrophotometric Procedures Applicable to Air-borne and Settled Dust", *J. Ind Hyg.* 169-178, March-April.
9. W.M. Tuddenham and J.P. Lyon, (1959). "Relation of Infrared Spectra and Chemical Analysis for some Chlorites and Related Minerals", *J. Anal. Chem.* 31 March.
10. W.M. Tuddenham and J.P. Lyon, (1960). "Infrared Techniques in the Identification and Measurement of Minerals", *J. Anal. Chem.* 32.
11. M.V. Zeller, (1973). "Quantitative Determination of Quartz Dust in the Atmosphere" Perkin-Elmer Bulletin 30, Sept.
12. Main Safety Co. Pittsburgh, Pen., U.S.A. (Normas NIOSH).