



## RESOLUCION No. 0062

“Por la cual se adoptan los protocolos de muestreo y análisis de laboratorio para la caracterización fisicoquímica de los residuos o desechos peligrosos en el país”

### EL DIRECTOR GENERAL DEL INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES - IDEAM-

En uso de sus facultades legales y en especial de las conferidas por la Ley 99 de 1993, Decreto 1277 de 1994, Decreto 1600 de 1994, Decreto 291 de 2004 y Decreto 4741 de 2005,

#### CONSIDERANDO:

Que de conformidad con lo establecido en la Ley 99 de 1993, artículo 17, el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, IDEAM, es el establecimiento público encargado del levantamiento y manejo de la información científica y técnica sobre los ecosistemas que forman parte del patrimonio ambiental del país, así como de establecer las bases técnicas para clasificar y zonificar el uso del territorio nacional para los fines de planificación y ordenamiento del territorio.

Que corresponde al Instituto efectuar el seguimiento de los recursos biofísicos de la nación, especialmente en lo referente a su contaminación y degradación, necesarios para la toma de decisiones de las autoridades ambientales;

Que el artículo 5° del Decreto 1277 de 1994, establece que el IDEAM es un organismo de apoyo técnico y científico del Ministerio, para lo cual dentro del ámbito de su competencia definirá los estudios, investigaciones, inventarios y actividades de seguimiento y manejo de información que sirvan al Ministerio para fundamentar la toma de decisiones en materia de política ambiental y suministrar las bases para el establecimiento de las normas, disposiciones y regulaciones para el ordenamiento ambiental del territorio, el manejo, uso y aprovechamiento de los recursos naturales renovables.

Que de acuerdo con el Decreto 1600 de 1994, artículo 5°, el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales - IDEAM, es la entidad competente para establecer los sistemas de referencia para el sistema de acreditación e intercalibración analítica de los laboratorios cuya actividad esté relacionada con la producción de datos fisicoquímicos y bióticos del medio ambiente en toda la República de Colombia;

Que de conformidad con el parágrafo 2° del artículo 5°, del Decreto 1600 de 1994, los laboratorios que produzcan información cuantitativa, física y biótica para los estudios o análisis ambientales requeridos por las autoridades ambientales competentes, y los demás que produzcan información de carácter oficial relacionada con la calidad del medio ambiente y de los recursos naturales renovables, deberán poseer certificado de acreditación correspondiente otorgado por el IDEAM;

Que de acuerdo con el artículo 5° del Decreto 291 de 2004, son facultades del Director General, entre otras coordinar con el Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, las acciones relacionadas con los asuntos institucionales y promover la coordinación de las actividades del Instituto con las demás entidades u organismos públicos que tengan relación con el sector ambiental.

Que conforme al artículo 15 del Decreto 291 de 2004, entre otras funciones le corresponde al IDEAM recolectar y generar información sobre uso de recursos naturales renovables, contaminación y degradación por vertimientos, emisiones y residuos sólidos producidos por las diferentes actividades socioeconómicas. Así como desarrollar protocolos, estándares, procedimientos e instrumentos para la captura, almacenamiento,



procesamiento y difusión de información sobre el uso de recursos y sobre la generación de vertimientos, emisiones y residuos sólidos producidos por las diferentes actividades socioeconómicas.

Que de acuerdo con el artículo 8° del Decreto 4741 del 30 de diciembre de 2005, por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral:

*“Dentro de los doce (12) meses siguientes a partir de la entrada en vigencia del presente decreto, el IDEAM definirá los protocolos de muestreo y análisis de laboratorio para la caracterización físico-química de los residuos o desechos peligrosos en el país.”*

Que la misma disposición en el párrafo 2° estipula, que: *“Se dará un período de transición de dos (2) años, a partir de la definición de los protocolos de muestreo y análisis por parte del IDEAM, para que los laboratorios implementen los métodos de ensayo y obtengan la respectiva acreditación. A partir de ese momento, no se aceptaran resultados de laboratorios que no cuenten con la debida acreditación”;*

Que mediante memorando 2007IE3114 del 2 de marzo de 2007, el doctor Carlos Eduardo Gómez, Sánchez, Subdirector ( e ) de Estudios Ambientales, informa que con fundamento en el artículo 8° del Decreto 4741 de 2005, el Instituto realizó la selección de métodos y ensayos apropiados para el país, que permiten la caracterización físico química de los residuos o desechos peligrosos, que se encuentran recopilados en el documento denominado: **“PROTOSCOLOS PARA EL MUESTREO Y ANÁLISIS DE LAS CARACTERÍSTICAS DE PELIGROSIDAD DE LOS RESIDUOS O DESECHOS PELIGROSOS”** y que forma parte integral de la presente resolución.

Que por lo expuesto en la parte considerativa, el Director General del Instituto,

### **RESUELVE:**

**ARTICULO PRIMERO.-** Adoptar los **“PROTOSCOLOS PARA EL MUESTREO Y ANÁLISIS DE LAS CARACTERÍSTICAS DE PELIGROSIDAD DE LOS RESIDUOS O DESECHOS PELIGROSOS”**, en los siguientes términos:

#### **INDICE TEMATICO**

##### **1. MUESTREO DE RESIDUOS PELIGROSOS**

###### **1.1. DISEÑO PARA EL PROCESO DE MUESTREO**

- 1.1.1. Tipo de diseño de muestreo
- 1.1.2. ¿Muestrar sobre tiempo o espacio?

###### **1.2. TIPOS DE MUESTRAS**

- 1.2.1. Muestro parcial vs Muestreo imparcial
- 1.2.2. Muestras simples vs Muestras compuestas
- 1.2.3. Muestras de medio vs Muestras de desecho
- 1.2.4. Muestras homogéneas vs Muestras heterogéneas

###### **1.3. APROXIMACION ESTADISTICA PARA OBTENCION DE MUESTRAS REPRESENTATIVAS**

- 1.3.1. Determinación del espaciamento de la cuadrícula
- 1.3.2. Determinación del número de muestras a recolectar
- 1.3.3. Determinación de los puntos de muestreo (método de números al azar)

###### **1.4 EQUIPOS REQUERIDOS PARA DIRIGIRSE AL SITIO DE MUESTREO**

###### **1.5. METODOLOGIA DEL MUESTREO**

- 1.5.1. Selección de las herramientas de muestreo y dispositivos
- 1.5.1.1. Barriles y costales o bolsas



- 1.5.1.2 Superficies deprimidas
- 1.5.1.3. Tanques
- 1.5.1.4. Tubos, puntos de descarga o puertos de muestreo
- 1.5.1.5. Depósitos de almacenamiento y cajas rodadoras
- 1.5.1.6. Pilas de basura
- 1.5.1.7 Transportadores
- 1.5.1.8 Estructuras y escombros
- 1.5.1.9 Suelos superficiales o subterráneos
- 1.5.2. Selección del dispositivo

## 1.6 TIPOS DE MUESTREO

- 1.6.1. Muestreo en suelos, sedimentos y otros materiales geológicos
  - 1.6.1.1. Muestras de suelos superficiales recolectados con espátula, pala o cuchara
  - 1.6.1.2. Sólidos o sedimentos recolectados con un taladro manual
  - 1.6.1.3. Sólidos o sedimentos recolectados con un martillo resbalador
  - 1.6.1.4. Sólidos y sedimentos recolectados con un muestreador continuo o una cuchara muestreadora dividida
  - 1.6.1.5. Obtención de muestras sólidas por métodos de presión directa
  - 1.6.1.6. Perforaciones para obtener muestras de roca
  - 1.6.1.7. Recolección de sedimentos por medio de un sistema de dragado
- 1.6.2. Muestreo en barriles
  - 1.6.2.1. Procedimiento para el muestreo en barriles
  - 1.6.2.2. Preparación de los barriles para el muestreo
  - 1.6.2.3. Apertura del barril para el muestreo
  - 1.6.2.4. Muestreo del barril
- 1.6.3. Muestreo en tanques
  - 1.6.3.1. Procedimiento para el muestreo en tanques
  - 1.6.3.2. Preparación de los tanques para el muestreo
  - 1.6.3.3. Muestreo del tanque
  - 1.6.3.4. Equipos de muestreo para tanques
- 1.6.4. Muestreo en pilas de desecho
  - 1.6.4.1. Procedimiento para el muestreo de pilas de desecho
  - 1.6.4.2. Trier
  - 1.6.4.3. Muestreador de arena

## 1.7 ASEGURAMIENTO DE CALIDAD Y CONTROL DE CALIDAD

## 1.8 CADENA DE CUSTO DIA

## 2. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA CORROSIVIDAD

- 2.1. METODO DE PRUEBA MEDICIÓN ELECTROMÉTRICA DE pH
- 2.2. DETERMINACIÓN RESERVA ÁCIDO/ÁLCALI
- 2.3. METODO DE PRUEBA CORROSIÓN AL ACERO
- 2.4. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE CORROSIVIDAD

## 3. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA EXPLOSIVIDAD

- 3.1. PRUEBA PARA DETERMINAR LA PROPAGACION DE LA DETONACION - PRUEBA DE EXCITACIÓN CON BARRERA INTERPUESTA
- 3.2. PRUEBA DE SENSIBILIDAD ANTE CONDICIONES DE CALOR INTENSO - PRUEBA KOENEN
- 3.3. PRUEBA PARA DETERMINAR EL EFECTO DE LA INFLAMACION EN ESPACIO LIMITADO - PRUEBA DE TIEMPO/PRESION
- 3.4. PRUEBA PARA DETERMINAR EL EFECTO DE LA INFLAMACION EN ESPACIO LIMITADO - PRUEBA DE INFLAMACION INTERIOR
- 3.5. SENSIBILIDAD A ESTIMULOS MECANICOS - CHOQUE Y FRICCION
- 3.6. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE EXPLOSIVIDAD

#### 4. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA INFLAMABILIDAD

- 4.1. INFLAMABILIDAD DE LIQUIDOS
- 4.2. INFLAMABILIDAD DE SOLIDOS
- 4.3. INFLAMABILIDAD DE GASES
- 4.4. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE INFLAMABILIDAD

#### 5. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA REACTIVIDAD

- 5.1. PRUEBA PARA SÓLIDOS QUE PUEDEN EXPERIMENTAR COMBUSTIÓN ESPONTÁNEA
- 5.2. PRUEBA PARA LÍQUIDOS QUE PUEDEN EXPERIMENTAR COMBUSTIÓN ESPONTÁNEA
- 5.3. PRUEBA PARA SÓLIDOS QUE PUEDEN EXPERIMENTAR CALENTAMIENTO ESPONTÁNEO
- 5.4. PRUEBA PARA SUSTANCIAS QUE EN CONTACTO CON AGUA DESPRENDEN GASES INFLAMABLES
- 5.5. PRUEBA PARA SUSTANCIAS SÓLIDAS COMBURENTES
- 5.6. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE REACTIVIDAD

#### 6. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA TOXICIDAD

- 6.1. PROCEDIMIENTO DE LIXIVIACIÓN PARA LA CARACTERÍSTICA DE TOXICIDAD - TCLP
- 6.2. PROCEDIMIENTO DE LIXIVIACIÓN DE PRECIPITACIÓN SINTÉTICA - SPLP
- 6.3. TOXICIDAD AGUDA PARA DAPHNIA
- 6.4. ENSAYO DE INHIBICIÓN DE ALGAS
- 6.5. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE TOXICIDAD

#### ANEXOS

- ANEXO I. DETERMINACIÓN DE MUESTRAS SW- 846
- ANEXO II. TABLA 1. GUIA PARA LA SELECCION DE LOS DISEÑOS DE MUESTREO
- ANEXO III. TABLA 2. VALORES TABULADOS DE "t" PARA LA EVALUACION DE DESECHOS SOLIDOS
- ANEXO IV. TABLA 3. CONCENTRACIONES STANDARES - TCLP
- ANEXO V. TABLA 4. GUIA DE SELECCIÓN DEL DISPOSITIVO, MEDIO Y SITIO DE RECOLECCION DE LA MUESTRA
- ANEXO VI. TABLA 5. DESCRIPCION DEL MEDIO ENUMERADO EN LA TABLA 4
- ANEXO VII. TABLA 6. GUIA DE SELECCIÓN DEL DISPOSITIVO - FACTORES ESPECIFICOS DEL DISPOSITIVO
- ANEXO VIII. PROCEDIMIENTO PARA LA APLICACIÓN DE CADA DISEÑO DE MUESTREO
- ANEXO IX. ESTRATEGIAS PARA EL MUESTREO DE DESECHOS HETEROGENEOS
- ANEXO X. DISPOSITIVOS DE MUESTREO
- ANEXO XI. PROCESO DE LIXIVIACIÓN PARA MATERIALES DE DESECHO MONOLÍTICOS "ENSAYO DE TANQUE" (ENSAYO DE DIFUSIÓN)
- ANEXO XII. FIGURA EQUIPO EXTRACCIÓN - TCLP/SPLP
- ANEXO XIII. FIGURA ZHE - TCLP/SPLP
- ANEXO XIV. EQUIPOS CONOCIDOS POR LA EPA, PARA FILTRACIÓN, ZHE - TCLP/SPLP
- ANEXO XV. MÉTODOS APROPIADOS PARA ANÁLISIS DE ANALITOS EN EXTRACTOS
- ANEXO XVI. AGUA RECONSTITUIDA

ANEXO XVII. SUSTANCIAS DE REFERENCIA

ANEXO XVIII. RESULTADO DE ENSAYOS INTER-LABORATORIOS CON SUSTANCIA DE REFERENCIA

## 1. MUESTREO DE RESIDUOS PELIGROSOS

### 1.1. DISEÑO PARA EL PROCESO DE MUESTREO

El muestreo es una de las etapas más críticas de un programa de caracterización física y química de las propiedades de los residuos o desechos peligrosos, por lo tanto requiere de la preparación cuidadosa de plan para la toma y conservación de las muestras.

En esta sección del manual se presenta el desarrollo y la implementación de un plan de muestreo confiable estadísticamente para residuos o desechos peligrosos así como la necesidad de documentar la cadena de custodia para dicho plan. La información presentada en esta sección es importante para el muestreo de residuos o desechos peligrosos que han sido definidos en el Decreto 4741 de 2005, ya sea que se presenten en estado sólido, semisólido, líquido o gaseoso. Sin embargo la gran variedad de estos materiales, así como la gran variedad de facilidades para su disposición (lagunas, pilas, tanques,) y equipos para la toma de muestras exige que cada plan de muestreo sea diferente y muy detallado.

Un plan apropiado de muestreo de residuos peligrosos debe responder a objetivos científicos y objetivos regulatorios. Una vez estos objetivos han sido claramente definidos se debe diseñar un plan apropiado basado en conceptos fundamentales de estadística.

#### 1.1.1. Tipos de diseño de muestreo

En el desarrollo de un proceso de muestreo se consideran varias estrategias para la selección de los sitios, tiempos, y los componentes que se van a muestrear, y se definen apropiadas muestras soporte. Ejemplos de diseños de muestreo incluyen muestreo aleatorio simple, aleatorio estratificado y sistemático.

El diseño de muestreo es el *dónde, cuándo y cómo* en el proceso de planeación. En el contexto de muestreo de desechos existen dos categorías de diseño de muestreo: 1) Muestreo Probabilístico y 2) Muestreo Autoritativo (no probabilístico).

El muestreo probabilístico se refiere a diseños de muestreo en los cuales todas las partes del desecho o del medio bajo un estudio tienen una probabilidad de estar incluidas en la muestra final. Los muestreos probabilísticos pueden ser de varios tipos, pero de cualquier manera, todos ellos hacen uso de aleatoriedad, la cual permite hacer estimaciones estadísticas sobre la calidad de estimativos derivados de datos resultantes.

Existen cinco (5) tipos de diseño del muestreo probabilístico: Muestreo Aleatorio Simple, Muestreo Aleatorio Estratificado, Muestreo Sistemático, Muestreo de Rangos Fijos y Muestreo Secuencial. Una estrategia que puede ser usada para mejorar la precisión de los diseños de muestreo es el procedimiento de muestreo compuesto.

Este tipo de muestreo es una estrategia usada como parte de un diseño de muestreo probabilístico o un diseño de muestreo autoritativo.

#### 1.1.2. ¿Muestrear sobre tiempo o espacio?

Una importante característica de los diseños de muestreo probabilísticas es que ellos pueden ser aplicados a lo largo de una línea de tiempo o de espacio o ambas.

#### **Tiempo**

Diseños de muestreo aplicados sobre tiempo pueden ser descritos por un modelo unidimensional que sigue los siguientes pasos:

- Materiales sólidos sobre una cinta transportadora
- Un flujo de líquido, pulpa o lodo moviéndose en un tubo o en un punto de descarga
- Pilas alargadas continuas

**Espacio**

Por razones prácticas, el muestreo de materiales sobre un espacio de tres dimensiones es mejor dirigido a través de materiales que consisten en series de planos de dos dimensiones o grosores más o menos uniformes. Este es el caso para la obtención de muestras de unidades como:

- Barriles, tanques, superficies comprimidas de desechos con contenidos líquidos de una capa o varias capas
- Pilas relativamente planas, u otras unidades de almacenamiento
- Rellenos de tierra, sólidos en una unidad de tratamiento de suelos

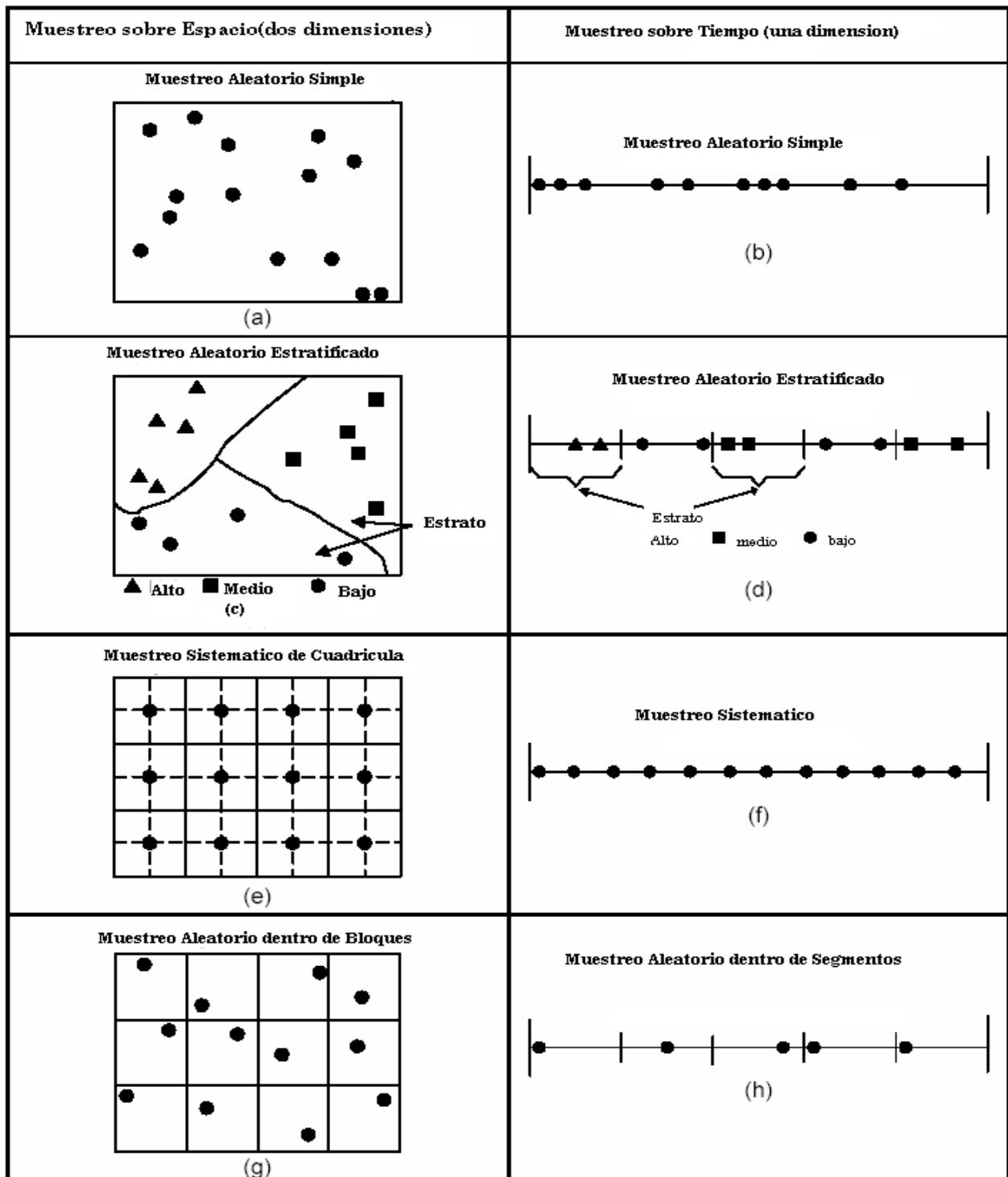


Figura 1.1. Diseños de muestreo probabilístico sobre espacio o tiempo

## 1.2. TIPOS DE MUESTRAS

Los enfoques del muestreo son necesariamente dependientes del tipo de investigación que se va a ser. Es el sitio un vertedero abandonado? Un sitio industrial abandonado? Una laguna u otro cuerpo de agua con contaminantes desconocidos? A continuación se presentan algunos posibles ejemplos de muestras recolectadas:

- Superficie y suelo subterráneo (usado para caracterizar y clasificar tipos de suelos y ser analizados para determinar la migración vertical u horizontal de contaminantes sospechosos)
- Desechos grasos
- Sedimentos (recolectados desde puntos de deposición sospechosa en ríos, lagos y corrientes)
- Emanación de gases provenientes de suelos
- Agua potable (proveniente de fuentes de suministro de agua para uso residencial y público)

### 1.2.1. Muestreo parcial vs. Muestreo imparcial

Los métodos de muestreo parcial son usados para recolectar datos sobre sitios particulares en el punto de interés, como áreas de conocida o sospechosa contaminación. Este tipo de muestreo ofrece la determinación de áreas críticas de contaminación. Los métodos de muestreo imparcial (también llamado Muestreo Aleatorio) son usados para recolectar datos que ofrecen una imagen promedio del sitio, aunque este método tiene su mejor aplicabilidad para predecir características generales del sitio. Este método es la selección estadística de los puntos de muestreo.

### 1.2.2. Muestras simples vs. Muestras compuestas

Muestras simples son muestras sencillas recolectadas desde un sitio específico. Estas muestras ofrecen la mayor información con respecto a la variabilidad espacial del contaminante. Gracias a sus resultados específicos, este método es el más usado en la recolección de muestras en la mayoría de los sitios de investigación. Sin embargo, como cada muestra necesita ser analizada separadamente, los costos de laboratorio para el muestreo simple son más altos que para el muestreo compuesto.

Una muestra compuesta, es catalogada como una mezcla de muestras recolectadas de diferentes sitios o del mismo sitio pero a diferente tiempo. Una muestra compuesta presenta ciertos defectos, los cuales incluyen la dilución de constituyentes químicos de un sitio por muestras de otros sitios. También, estas muestras presentan una dificultad en la identificación del sitio exacto en el cual un contaminante específico reside. Por lo tanto, datos de muestras compuestas ofrecen menos información sobre la variabilidad del contaminante. En el lado positivo, muestras compuestas ofrecen una evaluación cualitativa de las características del área muestreada. También, como las muestras compuestas incluyen la combinación de diferentes muestras en una sola, esto representa un procedimiento menos costoso que el procedimiento de muestreo simple debido a sus reducidos costos en análisis de laboratorio.

### 1.2.3. Muestras de medio vs. Muestras de desecho

Una muestra de medio se refiere a un espécimen tomado del ambiente: aire, agua, tierra y biota. Una muestra de desecho se refiere a un espécimen tomado de barriles, tanques, lagunas, hoyos, pilas de desecho o cualquier otra área de disposición de desechos.

Los métodos de muestreo involucran investigación del medio ambiente y áreas específicas de acumulación de desechos. Muestras de desechos son por lo tanto diferentes de las muestras de medio, porque las características generales de los materiales son diferentes, pero también porque los datos requeridos son diferentes.

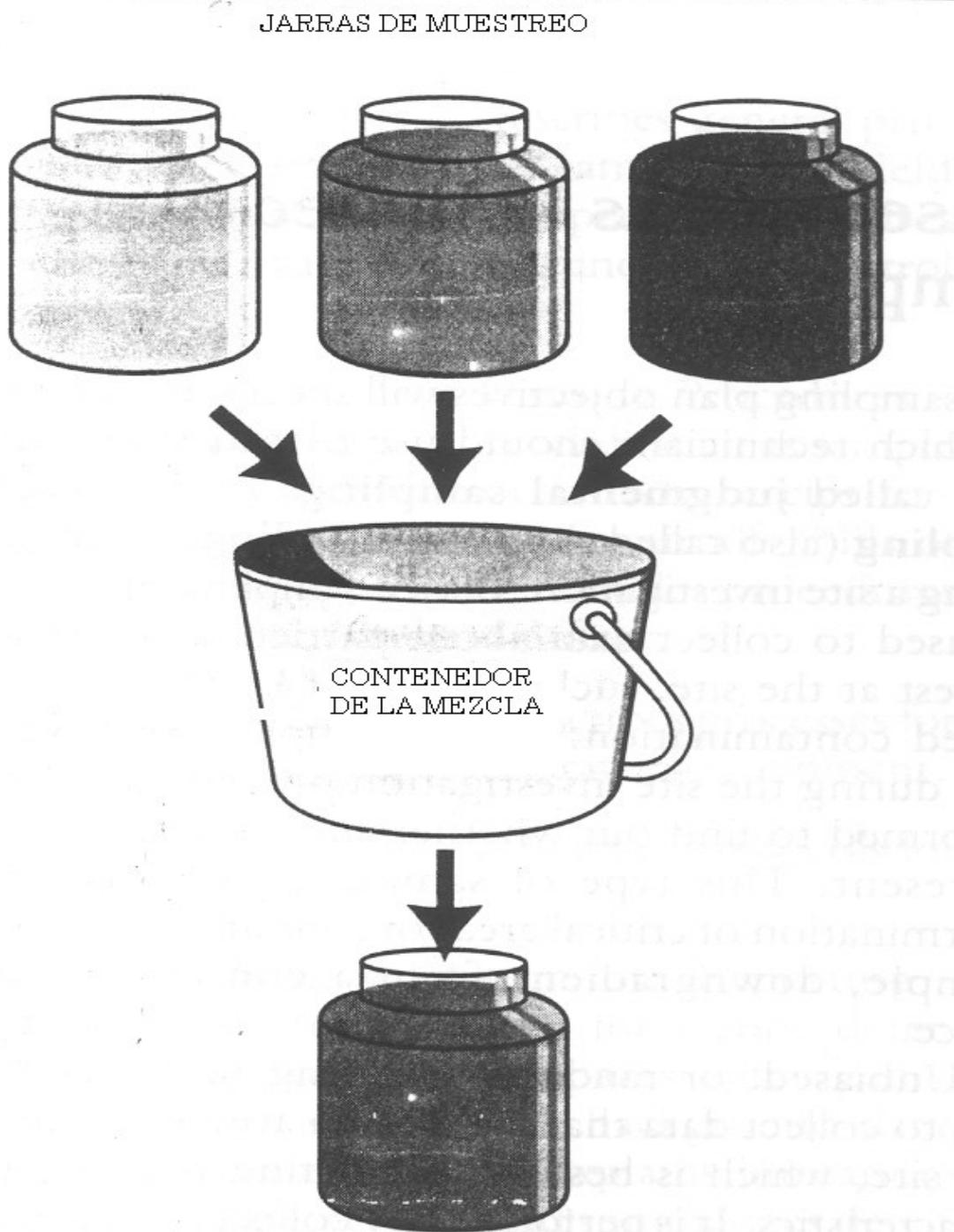
En la caracterización de los desechos se pregunta:

- Qué componentes están presentes?

- Están los contaminantes excediendo cualquier criterio o estándar?

En el caso del medio ambiente también se formulan preguntas:

- Cuál medio está contaminado?
- Cuál es el promedio de contaminación?
- Cuál es la contaminación total (masa, volumen)?
- Cuál es la contaminación máxima (concentración)?
- Cuál área del sitio está contaminada?
- Cuál es la extensión vertical y horizontal del contaminante?



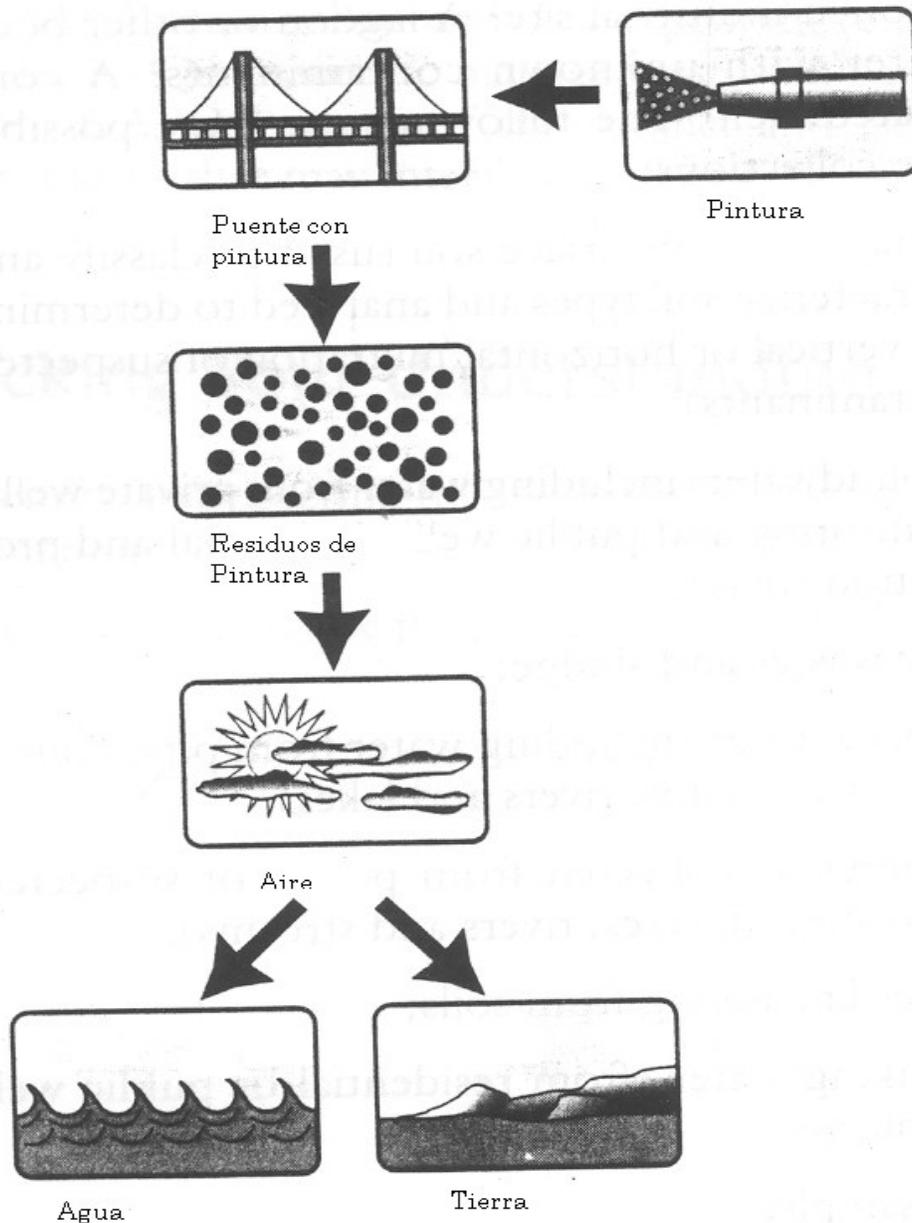
**Figura 1.2.** Muestra compuesta a partir de múltiples muestras

#### 1.2.4. Muestras homogéneas vs. Muestras heterogéneas

La composición de las muestras de medio y de las muestras de desechos pueden ser homogéneas o heterogéneas. Una muestra homogénea es aparentemente uniforme en su totalidad, por ejemplo un contenedor almacenando solo arena.

Una muestra heterogénea varía del tipo de contenedor; por ejemplo, una muestra proveniente de un tanque de material, pues esta se separa en una parte aceitosa, acuosa y

sólidos suspendidos, o un sólido que exhibe signos de arena, arcilla, roca e incluso escombros de construcción.



**Figura 1.3.** Matriz: transportador de contaminantes

### 1.3. APROXIMACIÓN ESTADÍSTICA PARA OBTENCION DE MUESTRAS REPRESENTATIVAS

La selección de los puntos de muestreo es realizada estadísticamente. Los métodos estadísticos particulares usados por un proyecto de remediación son seleccionados por la agencia reguladora de cabeza. La agencia puede basar sus decisiones en regulaciones, a menos que existan poderosas razones para escoger otros métodos de muestreo. Un ejemplo de una situación en la cual la agencia puede no escoger métodos estadísticos, puede ser el caso cuando se tiene previo conocimiento de las áreas contaminadas del sitio, en donde se puede hacer un muestreo al azar del sitio no necesariamente costoso. Otro ejemplo podría ser si el sitio presenta barreras para el muestreo al azar como carreteras o edificios, pues en este caso un método de muestreo parcial bien diseñado podría proporcionar la información requerida.

#### 1.3.1. Determinación del espaciamiento de la cuadrícula

Los sistemas de cuadrícula son usados en el desarrollo de planes de muestreo al azar, en los cuales las muestras están localizadas a distancias constantes de una a otra. Una cuadrícula puede ser rectangular, triangular, o incluso circular si esta es la mejor vía para localizar dónde van a ser recolectadas las muestras.

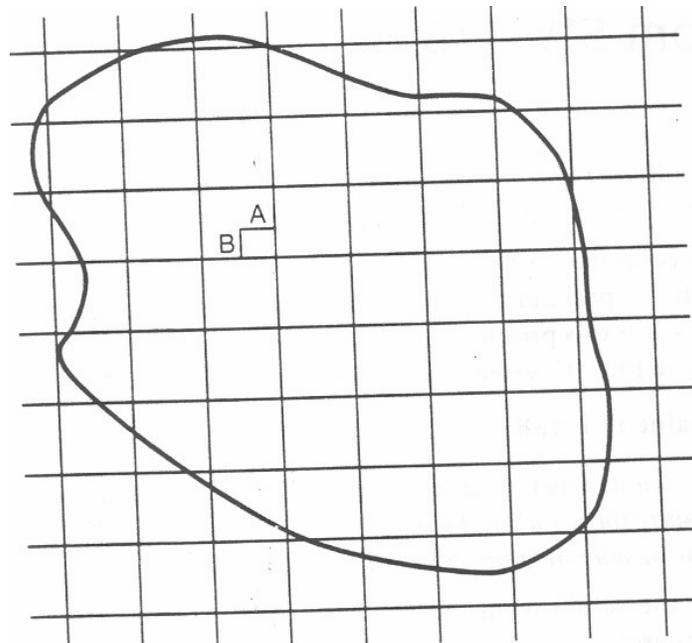


Figura 1.4a. Sistema de cuadrícula cuadrada

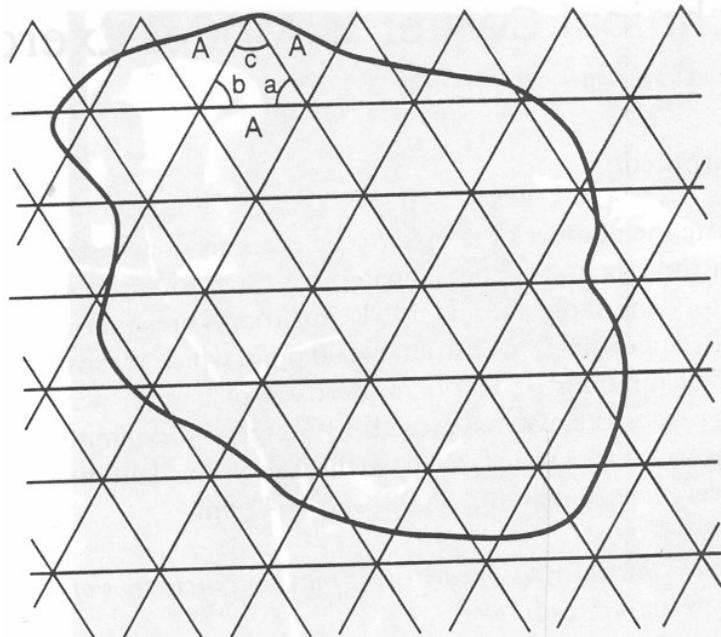


Figura 1.4b. Sistema de cuadrícula triangular

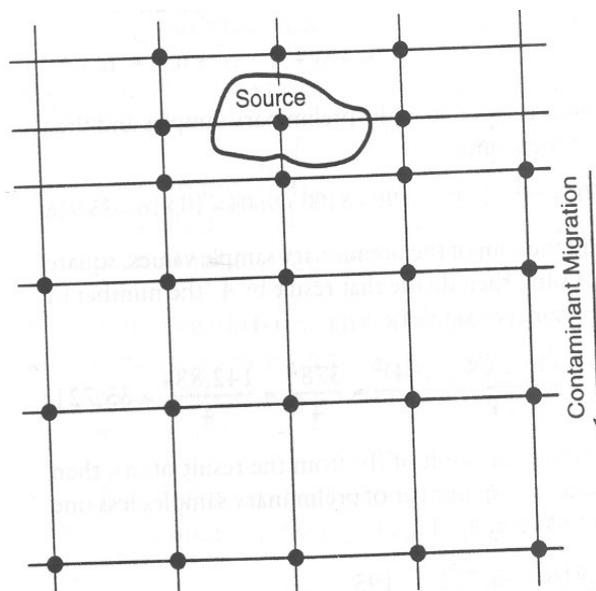


Figura 1.4c. Sistema de cuadrícula modificada para explicar la correlación direccional

El espacio de la cuadrícula o la distancia entre las líneas de la cuadrícula, es seleccionado de acuerdo a los objetivos de muestreo del sitio específico. Esto podría por lo tanto ser planeado para permitir una baja intensidad del muestreo de un sitio preliminar de investigación o para una alta intensidad del muestreo de una investigación correctiva.

Por ejemplo, si se suponen las líneas de la cuadrícula espaciadas en intervalos de 10 pies. Durante el sitio preliminar de investigación, las muestras pueden ser tomadas cada 10 líneas de intersección, resultando una muestra cada 100 pies. Si la revisión de los datos preliminares justifica un muestreo intensivo, este puede entonces ser realizado a lo establecido, es decir cuadrículas de 10 pies. La cuadrícula dibujada en papel o computador, es transferida al sitio actual por los técnicos que miden y estacan el área.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
71	72	73	74	75	76	77	78	79	80
81	82	83	84	85	86	87	88	89	90
91	92	93	94	95	96	97	98	99	100

Figura 1.5. Ejemplo de cuadrícula [cada intersección es numerada]

### 1.3.2. Determinación del número de muestras a recolectar

El número de muestras que van a ser tomadas de un contenedor de desechos o sitio puede ser calculado por la aplicación de la fórmula establecida en el documento guía de la EPA SW-846. Esta fórmula, usada en conjunto con el ejercicio modelo planteado en el Apéndice I, puede ser aplicada por las personas sin conocimiento en estadística.

Para aplicar la fórmula, es necesario tener diferentes muestras preliminares analizadas. Los resultados analíticos de esas pequeñas muestras ofrecen los datos necesarios para el uso de la fórmula.

La fórmula para calcular el número de muestras es:

$$n_1 = \frac{(t_{20}^2 s^2)}{(RT - \bar{x})^2}$$

donde:

$n_1$ : Número mínimo de muestras a tomar

$t_{20}$ : El valor de  $t$  es tomado de la Tabla 2 (ver Apéndice III)

$s^2$ : Varianza de la muestra. Puede ser calculada siguiendo el procedimiento incluido en el ejercicio modelo

$RT$ : Norma regulativa, concentración determinada por la EPA para ser peligroso, esto es tomado de la Tabla 3 (ver Apéndice IV)

$\bar{x}$ : Concentración promedio de las diferentes muestras tomadas en el sitio

### 1.3.3. Determinación de los puntos de muestreo (método de números al azar)

Una vez se ha determinado el tamaño de las cuadrículas, como también la disposición, y se ha usado la fórmula previamente sugerida para calcular el número de muestras a recolectar, el siguiente paso es la selección de los objetivos de muestreo para generar estadísticamente un conjunto de números al azar. Estos números, los cuales son dibujados

en el papel donde se dibujó anteriormente la cuadrícula que se necesita para la división del sitio, representan los sitios específicos donde los técnicos recolectarán las muestras, los cuales son llamados objetivos de muestreo o puntos de muestreo. El conjunto de números al azar puede, al menos, ser el mismo número de muestras indicadas por la fórmula.

Para generar el conjunto de números necesarios, está disponible una tabla de números al azar (Figura 1.6) o cualquier software diseñado para generar estadísticamente los números al azar necesarios para el muestreo.

Row	Column																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	9	8	9	6	9	9	0	9	6	3	2	3	3	8	6	8	4	5
2	3	5	6	1	7	4	1	3	2	6	8	6	0	4	7	5	8	4
3	4	0	6	1	6	9	6	1	5	9	5	4	5	4	8	6	8	4
4	6	5	6	3	1	6	8	6	7	2	0	7	2	3	2	1	4	0
5	2	4	9	7	9	1	0	3	9	6	7	4	1	5	4	9	9	7
6	7	6	1	2	7	5	6	9	4	8	4	2	8	5	2	4	2	4
7	8	2	1	3	4	7	4	6	3	0	7	5	0	9	2	9	0	1
8	6	9	5	6	5	6	0	9	0	7	7	1	4	1	8	3	9	7
9	7	2	1	9	9	8	0	1	6	1	6	2	3	6	9	5	9	6
10	2	9	0	7	9	0	8	9	6	3	3	8	5	5	6	5	0	4
11	9	3	5	4	5	7	4	0	3	0	1	0	4	3	3	9	4	3
12	9	7	5	7	9	4	8	6	8	7	6	1	6	8	2	5	1	5
13	4	1	7	8	6	8	1	0	5	8	8	6	1	6	8	2	5	1
14	5	0	8	3	3	4	5	4	4	2	5	3	0	4	9	6	4	3
15	3	5	0	2	9	4	1	0	0	3	9	0	5	8	6	0	4	0
16	0	3	8	2	3	5	1	0	1	0	6	8	5	2	4	8	1	4
17	1	7	2	9	1	2	7	8	4	7	0	3	3	1	5	8	2	5
18	5	0	5	7	9	5	8	7	8	9	3	5	3	4	4	6	8	1
19	7	7	3	3	5	3	6	1	3	2	8	5	4	1	4	8	6	7
20	1	0	9	1	3	8	2	5	3	0	3	8	0	9	3	3	1	3
21	1	3	8	5	1	8	5	9	4	1	9	3	9	3	6	5	0	8
22	8	5	4	7	8	7	5	9	4	1	9	3	9	3	6	5	3	1
23	0	6	9	6	5	1	0	3	2	6	7	7	4	9	6	0	0	5
24	7	6	7	4	7	0	8	3	8	7	3	2	5	1	2	4	2	2

Figura 1.6. Tabla de números al azar

Uso de la Tabla de números al azar para seleccionar los objetivos de muestreo

*Paso 1:* Sin mirar, se elige algún punto dentro de la tabla para establecer un punto de partida. El dígito elegido y cualquier dígito contiguo (un número hacia la izquierda) se convierte en el primer número al azar del conjunto.

*Paso 2:* Continuando con el procedimiento de elección de dígitos establecida en el paso 1, se toman los dos dígitos consecutivos para formar el segundo número al azar; los siguientes dos dígitos más allá serán el tercer conjunto de dígitos. Se continúa hasta que la tabla sea completada.

*Paso 3:* Si se requieren mas números, se puede cambiar la dirección de elección de los números al azar (diagonal o hacia arriba) y se continua añadiendo números de dos dígitos al conjunto de números. El conjunto de números es completado cuando el número requerido de puntos de muestreo es igual al número obtenido en la fórmula aplicada en el segundo paso (SW-846).

Los números de muestreo seleccionados se grafican en el papel donde inicialmente se dibujó la cuadrícula. En un sitio muy grande las intersecciones de la cuadrícula podrían alcanzar números de tres dígitos, como 001 a 200.

La cuadrícula es entonces transferida al mapa del sitio. Esta cuadrícula es necesaria para determinar dónde señalar las esquinas de la cuadrícula. Usando estas esquinas señaladas, ya se tiene claro la ubicación de los puntos de muestreo.

#### 1.4. EQUIPOS REQUERIDOS PARA DIRIGIRSE AL SITIO DE MUESTREO

Antes de ir al sitio de muestreo, los técnicos deben realizar una lista de equipos. La SW-846 (EPA) presenta una lista de materiales que se deben tener en cuenta durante la preparación del equipo antes de ir al sitio de muestreo. Algunos ejemplos son:

- Equipo personal: Botas, equipo de lluvia, equipos de protección, máscaras y guantes
- Equipo de seguridad: Estaciones de lavado portátiles, equipo de primeros auxilios
- Equipos de medición en campo: Tubos de muestreo de aire, medidores de pH, indicadores de gas combustible
- Equipos de almacenamiento: Recipientes, tapas, y contenedores para acomodar al menos 50% de los requerimientos de muestreo o cambiar el tipo de medio recolectado
- Equipos de muestreo: Botella de medición de peso, implementos de descontaminación
- Implementos de oficina: Cintas, reglas, formatos, sellos, cuadernos de apunte, tablas de números al azar, tijeras, lápices

#### 1.5. METODOLOGIA DE MUESTREO

##### 1.5.1. Selección de las herramientas de muestreo y dispositivos

Las herramientas, dispositivos y métodos pueden variar con la forma, consistencia y localización de los materiales de desechos que van a ser muestreados. Como parte del proceso de OCD (Objetivo de Calidad de Datos), se identifica el sitio (tipo de unidad u otro recurso de descripción) a partir de las muestras que van a ser recolectadas y la “dimensión” del problema del muestreo (una dimensión, dos dimensiones). En el proceso de OCD, también se puede especificar el tamaño, forma, orientación y otras características para cada muestra (llamada muestra soporte).

##### Paso 1: Identificación del tipo de desecho o medio a ser muestreado

La primera columna de la Tabla 4 (Ver Apéndice V) muestra los tipos de medios y muestras comúnmente muestreadas. Estos medios pueden incluir líquidos, sedimentos, lodos, varios sólidos no consolidados, sólidos consolidados y escombros, aceites, aguas subterráneas, biogás y aire. En general los tipos de medio describe el estado físico del material que va a ser muestreado. Las características físicas del desecho o el medio afectan varios aspectos del muestreo, incluyendo el volumen de material requerido, selección del dispositivo apropiado para el muestreo, como el dispositivo utilizado, y los tipos de contenedores para almacenar las muestras. La Tabla 5 (ver Apéndice VI) describe más a fondo los medios enumerados en la Tabla 4.

##### Paso 2: Identificación del sitio o el punto de recolección de la muestra

En la segunda columna de la Tabla 4 (Ver Apéndice V), se identifica el sitio o punto de recolección de la muestra, además se describe de una manera más clara donde se van a obtener las muestras. El “sitio o punto de recolección de la muestra” puede incluir (1) el punto en el cual el desecho es generado (como desechos que salen de un tubo, de un medio de transporte, o dispuestos o situados en un contenedor o tanque u otra unidad de disposición de desecho); (2) la unidad en donde el desecho es almacenado (como un barril, depósito de desechos, pilas desecho, superficies comprimidas, costal o bolsa) o transportadores (como tanques de barril, camión petrolero o cajas transportadoras); o (3) el medio ambiental que va a ser muestreado (como una superficie sólida, suelo subterráneo, agua subterránea, agua superficial, biogás, o aire)

##### 1.5.1.1. Barriles y costales o bolsas

Barriles, costales o bolsas son contenedores portátiles para almacenar, manejar o transportar materiales de desecho y algunas veces son usados para disponer desechos. Los “barriles” incluyen barriles de metal y baldes, barriles plásticos, o barriles de madera (USEPA 1994a). Barriles o baldes pueden contener casi el rango total o medio – líquidos (simple o de diferentes fases), fangos, lodos, o sólidos. El método de muestreo (incluyendo el número de muestras, sitios de muestreo, dispositivo para el muestreo, longitud de la muestra) para estos contenedores puede depender el número de contenedores que van a ser muestreados, accesibilidad al desecho, características físicas y químicas del desecho, y la distribución del componente dentro de los contenedores.

#### 1.5.1.2. Superficies deprimidas

Superficies comprimidas incluyen depresiones naturales, excavaciones sintéticas, o áreas represadas que contienen una acumulación de líquidos o desechos con contenidos libre de líquidos y sólidos. Algunos ejemplos de superficies comprimidas son estanques, lagunas y pozos de aireación (USEPA 1994a). Los dispositivos de muestreo apropiados para una superficie comprimida dependen de la accesibilidad al desecho, tipo y número de fases del desecho, la longitud, y las características físicas y químicas del desecho.

#### 1.5.1.3. Tanques

Un tanque es definido en §260.10 como un dispositivo fijo para contener una acumulación de desechos peligrosos, el cual es construido primariamente de materiales que no sean arcilla. Un contenedor es definido en §260.10 como un dispositivo portátil, en el cual un material es almacenado, transportado, tratado, dispuesto o manejado. La distinción entre un tanque y un contenedor es importante porque las regulaciones en 261,7 fijan condiciones para distinguir si el desecho peligroso en un contenedor es sujeto a la regulación. No obstante, para el propósito de escoger un dispositivo apropiado de muestreo, el término “tanque” usado en la Tabla 4 puede incluir otras unidades como camiones de tanque, buques petroleros aunque estos sean dispositivos portátiles.

Tanques usualmente contienen líquidos (de una o de diferentes fases), fangos o lodos. En adición, sólidos suspendidos o sedimentos pueden establecerse en el fondo del tanque. Cuando el muestreo proviene de un tanque, se considera típicamente como adquirir un número suficiente de muestras de diferentes sitios (incluyendo profundidades) para representar adecuadamente el contenido total del tanque.

La accesibilidad al desecho y la distribución del componente pueden afectar la estrategia del muestreo y la selección del equipo.

#### 1.5.1.4. Tubos, puntos de descarga o puertos de muestreo

Tubos o puntos de descarga incluyen movimientos de corrientes de lodos o fangos descargándose de un tubo abierto, compuerta u otro tipo de descarga (punto de generación del desecho). Puertos de muestreo incluyen puntos de descarga de líquidos controlados que fueron instalados para el propósito del muestreo, tales como aquellos encontrados en sistemas de tanques, un camión de carga, o sistemas de colección de lixiviados en las pilas de desechos o vertederos. Un cucharón también es usado para muestrear líquidos de un puerto de muestreo. Típicamente, este es pasado a través de una corriente en movimiento para que se llene en una pasada. El tamaño del cucharón puede ser relacionado a la tasa flujo de la corriente. Si el área que atraviesa la corriente es muy grande, más de una sola pasada es necesaria para obtener la muestra (USEPA 1993b).

#### 1.5.1.5. Depósitos de almacenamiento y cajas rodadoras

Descargas de sólidos no consolidados provenientes de un proceso, como filtro compactado, a menudo caen en un depósito u otro tipo de contenedor. Algunas veces los materiales de desechos son combinados dentro de un depósito de almacenamiento como una caja o depósito de colección. Un depósito de almacenamiento también puede ser usado para recolectar sólidos consolidados, como escombros de construcción. El desecho puede ser muestreado, como si este estuviera dispuesto en un contenedor o después de cierto periodo de acumulación, dependiendo en los objetivos técnicos del programa del muestreo.

#### 1.5.1.6. Pilas de basura

Pilas de basura incluyen la acumulación de sólidos no dispuestos en un contenedor y material de desecho no fluido sobre el suelo. El tamaño de las pilas de basura puede variar desde pequeñas pilas hasta grandes colecciones de desecho. Como con otros escenarios, la accesibilidad al desecho y heterogeneidad pueden ser factores en el

diseño de muestreo y selección del equipo. Además de los dispositivos de muestreo mencionados, equipos de excavación pueden ser requerido para obtener muestras en pilas muy grandes.

#### 1.5.1.7. Transportadores

Los procesos de descarga de sólidos son algunas veces muestreados desde los sitios de transporte como cintas transportadoras o hélices transportadoras. Las cintas transportadoras son plataformas en movimiento abiertas usadas para el transporte de material entre diferentes sitios. Desechos sólidos o semisólidos sobre las cintas transportadoras pueden ser muestreados con una pala plana o algún otro dispositivo similar. Hélices transportadoras son usualmente sistemas cerrados que requieren vías de acceso al puerto de muestreo, o también pueden ser muestreados en el punto de descarga.

#### 1.5.1.8. Estructuras y escombros

El muestreo de estructuras o escombros típicamente incluyen el muestreo de sólidos consolidados como concreto, madera y otros escombros. El Apéndice VIII ofrece una mejor guía para el desarrollo de estrategias de muestreo para desechos heterogéneos.

#### 1.5.1.9. Suelos superficiales o subterráneos

La selección del equipo para el muestreo de suelos está basada en la profundidad del muestreo, tamaño y distribución de las partículas, las características físicas del suelo, los parámetros químicos de interés (como la necesidad de analizar las muestras para volátiles). La estrategia de muestreo debe especificar la profundidad e intervalo (0 a 6 pulgadas bajo tierra) de interés para la muestra del suelo. Las técnicas y equipos manuales sencillos se pueden utilizar para el muestreo superficial o profundo. Para obtener muestras de suelos a grandes profundidades, equipos de gran potencia (como taladros) podrían ser requeridos, sin embargo, estos dispositivos no se utilizan para la recolección de las verdaderas muestras, ya que son usados únicamente para tener un rápido acceso a la profundidad donde se encuentra la muestra requerida (USEPA 1996b).

### Paso 3: Análisis del Dispositivo- Factores Específicos

Después de la identificación del medio y del sitio de recolección de la muestra, la tercera columna de la Tabla 4 expone los dispositivos disponibles para el muestreo. Estos dispositivos registrados son apropiados para obtener el medio. La Tabla 6 muestra información sobre cada uno de los dispositivos, con el fin de seleccionar el más apropiado de acuerdo al plan de muestreo y objetivo de estudio (volumen-tamaño, forma, profundidad y orientación de la muestra; además tipo de muestra como simple o compuesta, superficial o a una profundidad). Adicionalmente, en el Apéndice IX se describen cada uno de los dispositivos para un mejor entendimiento.

#### Tipo de Muestra

“Tipo de Muestra” en la columna de la Tabla 6 identifica si el dispositivo puede muestrear sólo superficies, pocas profundidades o grandes profundidades, además si el dispositivo puede obtener una muestra discreta o una muestra compuesta. Por ejemplo, COLIWASA o tubo con hueco puede ser usado para muestrear un contenedor que se encuentra 3 pies bajo tierra, pero un muestreador tipo Kemmerer puede ser requerido para una muestra que se encuentra a gran profundidad en una superficie deprimida. Algunos dispositivos pueden ser modificados o variados para recolectar muestras a diferentes profundidades o sitios.

#### Volumen de la muestra

Se refiere al rango del volumen de la muestra, en litros, que el dispositivo puede obtener. Es posible incrementar o disminuir el volumen de la muestra a través de la modificación del dispositivo. Durante el proceso de la realización del plan de muestreo, se debe determinar el correcto volumen de la muestra que se necesita. El volumen es uno de los componentes soporte de la muestra (esto es, la forma, tamaño y orientación de la muestra).

### 1.5.2. Selección del dispositivo

La selección del dispositivo está basada en su capacidad de (1) obtener el correcto tamaño, forma y orientación de la muestra y (2) encontrar cualquier otro criterio representativo especificado en el plan de estudio. En adición, muestras que van a ser analizadas para compuestos orgánicos volátiles pueden ser obtenidas usando una técnica de muestreo que pueda minimizar la pérdida de compuestos y obtener un volumen de muestra requerido para el método analítico.

## 1.6. TIPOS DE MUESTREO

### 1.6.1 Muestreo en suelos, sedimentos y otros materiales geológicos

#### 1.6.1.1. Muestras de suelos superficiales recolectados con espátula, pala o cuchara

Muestras de suelos que necesitan ser recolectadas dentro del primer pie de profundidad del suelo pueden ser adecuadamente obtenidas usando una espátula, una pala o una cuchara. A continuación se presentan los 10 pasos generales para la recolección de muestras de suelos, no solo usando dispositivos como espátula, pala o cuchara, sino también por el uso de cualquier otro tipo de dispositivo para muestrear suelos:

- a.) Tomar nota de todas las características de sitio como la ubicación de la muestra, descripción de suelo, procedimientos usados, datos de seguridad, conversaciones con clientes o empleados del sitio, mediciones, estado del tiempo, etc.
- b.) Cortar el césped, si aplica. Guardar el césped para la restauración del hoyo después de realizado el muestreo
- c.) Cuando las muestras son recolectadas por espátula, pala o cuchara, use un limpiador para remover residuos de suelo en la herramienta colocando los desperdicios en un recipiente plástico
- d.) Empacar las muestras en contenedores. Si un análisis orgánico volátil va a ser ejecutado, transferir una porción de la muestra directamente dentro de un contenedor apropiado con una cuchara metálica o con guantes. Tapar el contenedor hasta el tope, estando seguro que no existan espacios en la parte superior del contenedor. Inmediatamente marque la muestra. Para otros tipos de muestras simples sitúe una porción de suelo dentro de una vasija metálica limpia o balde y mezcle hasta obtener una muestra homogénea. Si después de la mezcla la muestra parece ser homogénea, transferir la muestra a un contenedor. Ubique la muestra dentro de un contenedor apropiado con los preservativos químicos apropiados. Si la muestra es compuesta, ubicar las muestras desde todos los puntos de muestreo o intervalos dentro de un contenedor y mezclar hasta homogenizar el material. Después de que la mezcla es completada, colocar la muestra en un contenedor con tapa. Marca el contenedor.
- e.) Completar los formatos con los datos de las muestras recolectadas
- f.) Colocar todas las muestras dentro de un cuarto frío o algún dispositivo similar a 4°C
- g.) Rellenar los hoyos abiertos con el material almacenado
- h.) Limpiar y restaurar el sitio de muestreo
- i.) Descontaminar los equipos y el sitio de muestreo
- j.) Antes de abandonar el sitio, anotar los puntos donde se tomaron las muestras y revisar todo lo anotado

#### 1.6.1.2 Sólidos o sedimentos recolectados con un taladro manual.

Un taladro manual es una columna de acero inoxidable con una terminación en forma de T en la parte superior conectado con sistema giratorio, con un aparato cortador situado al final de la herramienta. Diferentes tipos de taladros manuales

están disponibles dependiendo del tipo de material que va a ser muestreado y del tipo de muestra que se requiere.

Un taladro puede ser de tipo cúbico, el cual tiene un recipiente cilíndrico en la base que recoge y retiene el sólido. Algunos taladros cilíndricos como un taladro de barro o un taladro de arena, pueden ser diseñados para trabajar mejor con ciertos tipos de sólidos y sedimentos. Los taladros de aire continuo son de forma espiral y parecen como un sacacorchos. Este taladro puede cavar un hoyo hacia abajo a cierto nivel en donde un tubo de muestreo delgado puede ser introducido hacia el fondo del suelo para recolectar la muestra.

El muestreo con taladros manuales es usualmente limitado a profundidades de 20 pies o menos. La profundidad a la cual el taladro puede efectivamente ser usado depende en el tipo de material como también las capacidades de las personas que están manejando el dispositivo. El hallazgo de aguas superficiales o la presencia de agua en los suelos, pueden causar colapsos en los hoyos. Las gravas son difíciles para ser muestreadas con un taladro manual, pero no es imposible. Otros materiales como escombros, pueden también evitar que el taladro llegue a la profundidad deseada. En general, los taladros manuales son dispositivos de muestreo efectivos solo donde el suelo es fácilmente excavado y el hoyo resultante no colapsa ni se destruye.

En el procedimiento para su aplicación, la parte inicial es similar a lo explicado anteriormente, pero varía inmediatamente después de que se corta el césped, ya que seguido a este paso se introduce el taladro aplicando un presión hacia abajo y rotándolo. Así se retiene la muestra en la parte inferior del dispositivo y después es transferida a un contenedor adecuado.

#### 1.6.1.3 Sólidos o sedimentos recolectados con un martillo resbalador

Un martillo resbalador es otra herramienta manual para la recolección de muestras a poca profundidad. La herramienta es un martillo resbaladizo localizado en la parte superior del dispositivo, el cual es conectado en el centro de un tubo de acero inoxidable para recoger la muestra. El martillo resbaladizo es usado para manejar el centro del tubo de acero dentro del suelo. Extensiones pueden ser adicionadas para recolectar muestras mas profundas.

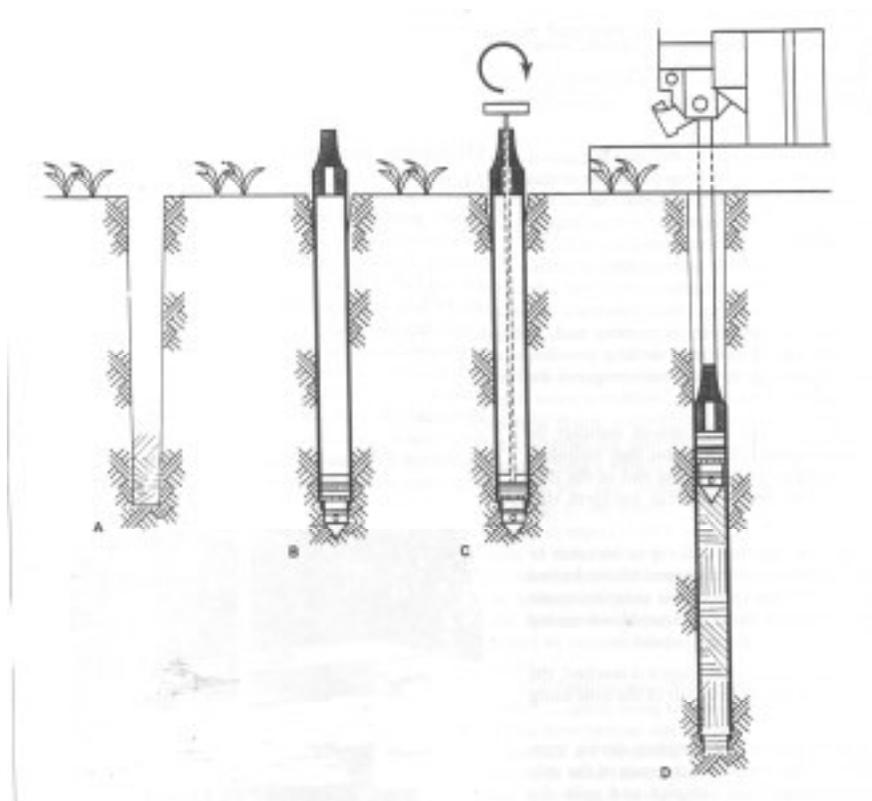


Figura 1.7. Diferentes taladros usados para diferentes tipos de suelos



Figura 1.8. Martillo resbalador

#### 1.6.1.4 Sólidos y sedimentos recolectados con un muestreador continuo o una cuchara muestreadora dividida

Cucharas divididas y muestreadores continuos son dispositivos de muestreo manejados en el suelo dentro de una perforación hecha por una torre perforadora. Estos dispositivos penetran a grandes profundidades.

La cuchara muestreadora dividida es un tubo de acero inoxidable que se abre en dos mitades a lo largo del eje del dispositivo. La cuchara está sujeta al final de una varilla la cual está en el taladro y es bajada hasta el fondo de la perforación. La perforación ha sido previamente taladrada para la profundidad deseada usando un taladro hueco dentro del cual la cuchara es introducida para ser hundida en el suelo. Una vez, en el fondo de la perforación, la cuchara es martillada dentro del suelo usando un peso (comúnmente 140 libras) dentro del taladro. Los técnicos deben anotar: 1) el número de golpes (un peso lanzado desde una altura de 30 pulgadas) necesarios para introducir la cuchara dentro del suelo, y 2) el número de golpes requeridos para mover la cuchara cada 6 pulgadas.

El muestreador continuo es otro tubo de acero inoxidable que se abre en dos mitades longitudinalmente. Este puede tener varios diámetros (diámetros de 2 y 3 pulgadas son comunes) y también varían en longitud. El muestreador continuo es situado al final de la barra en la torre de perforación y es bajado al fondo de la perforación por el taladro hueco. La torre de perforación empuja el muestreador dentro del suelo. Ambos dispositivos son recuperados desde la perforación y abiertos longitudinalmente, colocando la muestra dentro de cada dispositivo.

#### 1.6.1.5 Obtención de muestras sólidas por métodos de presión directa.

Los métodos de presión directa usan técnicas en donde ciertas herramientas se empujan dentro del suelo sin el uso de taladros. Un tipo de sistema de presión directa es conocido como Geoprobe®. Esta es una maquina hidráulicamente manejada que combina el peso del vehiculo. El Geoprobe® es sujetado a un equipo de percusión por encima de 2000 golpes por minuto para manejar los equipos de muestreo dentro del suelo. El Geoprobe® es típicamente usado para investigaciones a profundidades de 60 pies. Se han encontrado casos donde se ha utilizado en profundidades de más de 100 pies. También recolecta muestras sólidas a intervalos discretos usando una varilla muestreadora larga que tiene 2 pies de longitud y 1.375 pulgadas de diámetro.

#### 1.6.1.6 Perforaciones para obtener muestras de roca

Una perforación es requerida para obtener muestras o corazones de rocas profundas. Diferentes métodos de perforación están disponibles, fragmentos y/o corazones de rocas pueden ser obtenidas por este método. A continuación se presenta una breve descripción de algunos métodos de perforación.

Perforación rotatoria. Una broca en el final del taladro es girada en contra del material de la roca para formar el hoyo. Como la broca y el tubo son rotados, el fluido de circulación es bombeado dentro del hoyo para limpiar los cortes a la superficie y para refrescar y lubricar la broca

Perforación de percusión. La broca es martillada o golpeada en la roca para forzar la roca al rompimiento.

Perforación por cable. Es un tipo de perforación de percusión; es lenta pero tiene una ventaja de no requerir fluido para sacar el material fuera del hoyo. Con una perforación de percusión al aire, la energía del aire, presiona el martillo hacia abajo y transporta los cortes a la superficie del hoyo. Un método similar de perforación de percusión al aire, es el martillo operado por aire, el cual usa una segunda herramienta para arrastrar los cortes de roca a la superficie. Ambos métodos perforación de percusión al aire requieren una lubricación con petróleo en línea de las partes internas.

Muestras recolectadas como fragmentos son colocadas dentro de contenedores- bolsas o botellas- y marcadas de acuerdo al punto de recolección, profundidad e información relacionada con la muestra.

Muestras recolectadas como corazones o centros de rocas son registradas y localizadas dentro de cajas especiales o tubos.

#### 1.6.1.7 Recolección de sedimentos por medio de un sistema de dragado

Algunas veces una muestra es requerida desde un área sumergida. El agua puede ser poco profunda (solo unas pocas pulgadas) o muchos pies de profundidad. Esto puede ser un cuerpo de agua estática como un estanque o un lago, o una corriente de agua como un río o un riachuelo. Los sedimentos que están por debajo del agua pueden ser recolectados directamente con el uso de un dispositivo manual como una pala o taladro, o indirectamente usando un sistema de dragado. El método usado para la recolección de las muestras depende en la profundidad del agua a la que se encuentra el sitio de muestreo y las características físicas de sedimento que va a ser muestreado.

### 1.6.2 Muestreo en barriles

#### 1.6.2.1. Procedimiento para el muestreo en barriles

- A causa de que los barriles son considerados potencialmente peligrosos, es indispensable conocer los planes de salud y seguridad en el sitio
- Antes de comenzar a manejar un barril, es importante inspeccionar cualquier aviso o marcas
- Aunque los niveles indicados expresan que no es peligroso, los técnicos deben ser cautelosos, ya que una clasificación del barril algunas veces no especifica de manera correcta sus características
- La inspección puede incluir un monitoreo alrededor de los barriles con un medidor de radiación, un indicador de gas combustible y un monitor de toxicidad

#### 1.6.2.2. Preparación de los barriles para el muestreo

Los barriles pueden ser preparados para un fácil acceso, lo que significa colocarlos de una manera ordenada y de manera vertical permitiendo un espacio para que los técnicos puedan tomar las muestras. En el sitio de preparación, los barriles son separados físicamente en categorías de acuerdo a sus contenidos; barriles con contenido líquido, barriles con contenedores en su interior, como botellones (contenedores plásticos o de vidrio diseñados para mantener materiales cáusticos que

pueden reaccionar con metales) y paquetes de laboratorio (barriles usados para mantener pequeños contenedores con químicos que pueden reaccionar peligrosamente con otros); o cilindros de gas. Barriles sospechosos con materiales explosivos o inflamables deben ser constantemente monitoreados con un medidor de oxígeno/CGI durante su preparación.

### 1.6.2.3. Apertura del barril para el muestreo

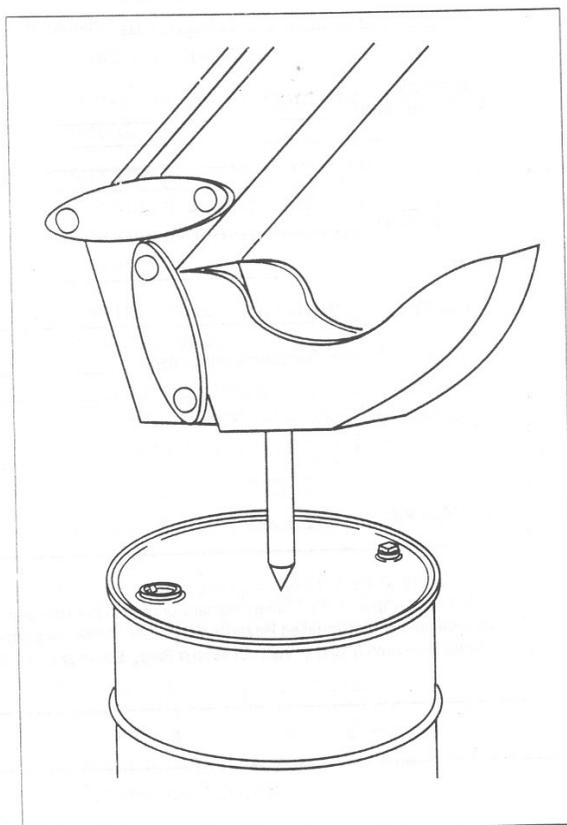
El área apertura del barril puede ser físicamente separada de las áreas de eliminación y preparación del barril. La apertura de los barriles puede ser con 1) con una llave inglesa manual o 2) con un dispositivo remoto que perfora o remueve la tapa.

#### Apertura manual de los barriles.

- Llave inglesa manual de tapón. Una llave inglesa universal tiene accesorios para remover tapones. Para manejar este, los técnicos colocan el barril verticalmente con el tapón hacia arriba o, para barriles con tapones a los lados, acostar el barril con el tapón hacia arriba. Una barra larga puede ser adherida para mejorar el manejo de la llave.
- Descabezado manual. Este dispositivo funciona abriendo la tapa como si se estuviera cortando. Es ubicado con sus cuchillas justo en la parte superior o en el borde del barril, luego se hace una presión en contra del lado del barril. Moviendo la manivela de arriba hacia abajo se puede cortar totalmente la tapa y así el barril queda abierto.

#### Apertura Remota de los barriles.

Destapadores remotos, los cuales son más costosos pero también más seguros para los técnicos, incluyen una punta en forma de garabato, el destapador hidráulico y el destapador neumático.



**Figura 1.9.** Dispositivo de apertura remota

- Punta en forma de garabato.

- 

Una punta de metal atada a un elemento móvil es bajada para perforar la parte superior del barril. La punta debe ser descontaminada antes de abrir cada barril.



▪ Destapador hidráulico de barril.

El destapador hidráulico tiene una bomba la cual presuriza aceite a través de una línea hidráulica de longitud. Un dispositivo metálico penetrante es atado al final de la bomba hidráulica penetrando el barril. El dispositivo de penetración puede ser ubicado, ya sea en la parte superior del barril o a un lado de este.

▪ Destapador de tapón neumático.

Un tapón neumático elimina aire comprimido repartiéndolo a través de una línea de aire a un taladro neumático adaptado a un tapón apropiado. El tapón es mantenido por un sistema de agarre adecuado. Una vez el tapón ha sido aflojado, el sistema de agarre es removido antes de realizar el muestreo del barril.

#### 1.6.2.4. Muestreo del barril

Cada barril seleccionado para el muestreo debe ser monitoreado antes y durante de la actividad. A continuación se presentan 2 de los dispositivos más usados para el muestreo de barriles.

#### Vaso o tubo hueco.

Es un tubo desechable de 6 a 16 mm de diámetro y 1.2 metros de longitud. El procedimiento para su uso es el siguiente:

- Remover el material de protección del contenedor que va a ser muestreado
- Insertar el tubo hasta el fondo del barril o hasta que una capa de sólidos sea encontrada
- Permitir que el desecho dentro del barril alcance su nivel natural dentro del tubo
- Tapar la parte superior del tubo con un tapón o el dedo pulgar, estando seguro que el líquido no entre en contacto con el tapón
- Cuidadosamente remover el tapón del tubo desde el tanque, insertar el extremo destapado en un envase de muestra
- Soltar el tapón y permitir que el tubo se descargue. Descargue cualquier material remanente dentro del barril
- Remover el tubo del contenedor muestreado, partirlo en dos piezas, y colocar las piezas en el barril de disposición
- Resellar el barril y descontaminar el equipo

#### Muestreador de desechos líquidos compuestos – COLIWASA

Este dispositivo es un vaso o tubo de polipropileno con un tapón en su punto más bajo, el cual permite tomar muestras representativas de desechos heterogéneos en tanques y barriles. El tapón es atado a una barra que se desliza hacia arriba a través del tubo. Algunos COLIWASA son destinados para ser desechables. Su fabricación los hace adecuados para muestrear líquidos. El procedimiento para el uso del COLIWASA es el siguiente:

- Con el tapón en posición abierta, lentamente bajar el COLIWASA dentro del barril o tanque permitiendo que el nivel del agua sea el mismo adentro y afuera del tubo. Si el nivel del líquido dentro del COLIWASA es más bajo que el nivel de afuera, la toma de muestra va a ser muy rápida y resultará una muestra no representativa
- Cuando el tapón choca con el fondo del contenedor del desecho, presionar el COLIWASA hacia abajo contra el tapón para cerrarlo. Cierre el tapón
- Lentamente retirar el COLIWASA del contenedor del desecho con una mano mientras que con la otra mano limpiar el tubo con un trapo desechable
- Cuidadosamente descargar la muestra dentro de un contenedor de desechos presionando el tapón
- Resellar el tanque y descontaminar el equipo

### 1.6.3 Muestreo en tanques

#### 1.6.3.1 Procedimiento para el muestreo en tanques

Un tanque puede ser un buque carguero (o un camión o tren), una pila conteniendo químicos provenientes de procesos de manufacturación o estructuras para el almacenamiento de químicos o desechos. Los tanques pueden contener materiales peligrosos o no peligrosos o materiales de desecho en forma de líquidos, lodos o sólidos de varias estructuras.

#### 1.6.3.2 Preparación de los tanques para el muestreo

La EPA enumera los siguientes pasos para preparar los tanques para el muestreo:

- Inspeccionar las características exteriores del tanque y anotar las observaciones. Los puntos de muestreo potenciales deben ser evaluados para seguridad, accesibilidad y calidad de la muestra.
- Antes de la inspección interna del tanque, el equipo que realiza el muestreo debería: 1) revisar procedimientos de seguridad y planes de contingencia de emergencia, 2) asegurar que el tanque esta debidamente situado en el suelo, 3) remover todas las fuentes de ignición del área inmediata
- Utilizar herramientas para remover cualquier cobertura
- Recolectar medidas de la calidad del aire en cada sitio de muestreo. Tomar lecturas desde la parte superior del tanque, desde encima del puerto de muestreo y en la zona de respiración
- Antes de iniciar el proceso de muestreo, usar un ventilador para limpiar cualquier concentración de tóxico o explosivo presente en la parte superior del barril. No iniciar el proceso del muestreo hasta que las lecturas de los límites de explosión son más bajos que 10%

#### 1.6.3.3 Muestreo del tanque

Una vez se ha determinado que el tanque es seguro para el muestreo, los técnicos deben seguir los siguientes pasos:

- Determinar la profundidad del líquido, lodo o sólido
- Desde la parte superior del tanque, usar un muestreador para muestras subterráneas o una bomba muestreadora para recolectar muestras líquidas. Para muestras representativas líquidas de más de 5 pies de profundidad, recolectar desde 1 pie debajo de la superficie, desde la profundidad media del líquido, y desde 1 pie encima del lodo. Para líquidos a menos de 5 pies, recolectar una muestra representativa con el COLIWASA o tubo hueco. Si el tanque tiene mas de un componente, recolectar muestras directamente de cada capa
- Visualmente comparar las tres muestras líquidas (o la muestra del COLIWASA) para determinar si estas indican diferentes estratos o fases. Si diferentes fases aparecen en las tres muestras separadas, muestras adicionales deben ser tomadas entre cada punto de muestreo para determinar donde ocurren los cambios entre cada estrato
- Si otro punto de muestreo está disponible, repetir el procedimiento de muestreo para verificar las fases
- Volver a colocar la cobertura al tanque
- Medir el diámetro exterior del tanque y calcular el volumen de desecho usando las medidas de profundidad
- Anotar toda la información. Marcar el contenedor
- Descontaminar el equipo de muestreo

#### 1.6.3.4 Equipos de muestreo para tanques

Otros equipos usados para el muestreo de tanques son:

- Cinta métrica
- Peso



- Cámara filmadora
- Baldes
- Linterna
- Indicador del nivel de agua y aceite
- Indicador de gas combustible

### Bomba muestreadora

Este dispositivo puede recolectar una muestra desde niveles específicos en un tanque de almacenamiento. Este es un cilindro de acero inoxidable hueco con un peso hundido que actúa como una válvula que permite el muestreo. Una cuerda atada en la parte superior del peso abre y cierra la válvula, una segunda cuerda es atada para remover la cobertura la cual ha sido cerrada mecánicamente para mantener la válvula cerrada después del muestreo. El procedimiento para el uso de la bomba muestreadora es el siguiente:

- Atar la cuerda para la toma de la muestra y la cuerda para cerrar la válvula a la bomba muestreadora
- Medir y marcar la cuerda para la toma de la muestra a la altura deseada
- Gradualmente bajar la bomba muestreadora con la cuerda hasta alcanzar la altura deseada
- Cuando el nivel deseado es alcanzado, halar la cuerda de la válvula para permitir que el muestreador se llene, y luego soltar la cuerda para resellar el muestreador
- Retirar la bomba muestreadora con la cuerda
- Limpiar la bomba
- Ubicar el muestreador sobre el contenedor de la muestra y resellar su contenido

### Muestreador de Lodo

Este dispositivo puede recolectar muestras de un tanque grande (15 pies de profundidad). Está fabricado con tubo plástico de  $\frac{3}{4}$  de pulgada dividido en secciones de 5 pies marcadas cada pie. Las secciones tienen roscas que permiten que el lodo sea extendido. La parte superior tiene un nylon para alcanzar el muestreador. La parte inferior tiene una válvula de control con un balón que flota hacia arriba mientras que el sedimento es hundido y hacia abajo mientras que el sedimento es alcanzado. El procedimiento para su adecuado uso es:

- Bajar el muestreador de lodo hasta el fondo del tanque
- Cuando la profundidad ha sido alcanzada y el tubo ha sido llenado hasta el nivel de la superficie, arrastrar ligeramente la cuerda como si se estuviera recuperando el dispositivo
- Cuando la unidad ha sido colocada en el líquido del tanque, la cantidad de lodo en la muestra puede ser leída usando las divisiones marcadas en el tubo

### Muestreador de materiales simples subterráneos

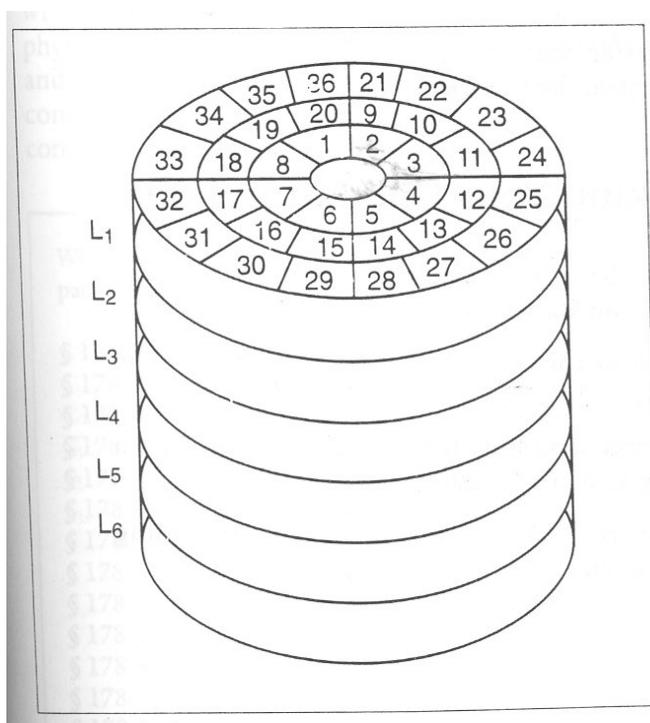
Este dispositivo es un tubo construido de acero inoxidable o aluminio con una longitud de 6 pies con un montaje de polipropileno o Teflon® en su parte inferior. Un cable que va desde la parte superior del dispositivo hasta la inferior permite abrir y cerrar el contenedor a profundidades específicas. Algunos modelos ofrecen tubos de 6 pies de extensión que permiten tomar muestras de hasta 30 pies o más de longitud. El procedimiento para el uso de este dispositivo es el siguiente:

- Atornillar la botella muestreadora en la parte superior del dispositivo
- Bajar el muestreador a la altura deseada
- Colocar el aro en la parte superior del tubo, el cual abre el tapón cargado en la cabeza del montaje
- Cuando la botella esta llena, liberar el anillo, levantar el muestreador y remover la botella muestreadora

#### 1.6.4. Muestreo en pilas de desecho

##### 1.6.4.1. Procedimiento para el muestreo de pilas de desecho

Las Pilas de desecho con contenidos desconocidos o heterogéneos son comunes en sitios de desechos peligrosos incontrolados. Para obtener una muestra representativa de una pila de desecho heterogéneo, el plan de muestreo debería especificar el muestreo aleatorio estratificado aproximado. El muestreo aleatorio estratificado, el cual está basado en una cuadrícula tridimensional y métodos de números al azar, requiere que los técnicos tengan acceso dentro de la pila de desecho. Una representación adecuada de una pila puede ser reunida desde diferentes muestras al azar. Si el muestreo es limitado en ciertos puntos de la pila, un muestreo basado estadísticamente puede ser representativo solo en la porción muestreada, a menos que el desecho sea homogéneo. El muestreo de pilas de desecho es similar al muestreo de sólidos, por ejemplo, palas, cucharas, taladros manuales, tubos muestreadores. Triers y muestreadores de arena pueden ser usados para sustancias granulares.



**Figura 1.10.** Cuadrícula de una pila de desecho o un contenedor

##### 1.6.4.2 Trier

Este dispositivo está formado de un tubo de acero inoxidable que se corta a lo largo de un lado. Este tubo tiene una terminación en forma de T en un lado y es puntiagudo en el otro lado. Es introducido dentro de la pila de desecho y es girado como un martillo para extraer una muestra representativa. El procedimiento para el uso del Trier es el siguiente:

- Insertar el Trier dentro del material que va a ser muestreado con un ángulo de 0° a 45°
- Rotar uno o dos veces el Trier para cortar una buena porción de muestra
- Lentamente retirar el Trier
- Para análisis de orgánicos volátiles, transferir la muestra a un contenedor apropiado con una cuchara y asegurar con una tapa. Colocar el remanente de muestra en un contenedor homogenizador para mezclar completamente la muestra. Situar la mezcla en un contenedor y taponarlo, o si se tiene muestras compuestas, situar otra muestra de otro sitio de muestreo en el contenedor homogenizador y mezclar ambas muestras. Cuando la mezcla es terminada, situar las mezclas en un contenedor

#### 1.6.4.3 Muestreador de arena

Consiste de dos latas con ranuras o tubos de acero inoxidable. El exterior del tubo tiene una punta puntiaguda para penetrar el material que está siendo muestreado. El procedimiento para el uso adecuado de este dispositivo es el siguiente:

- El muestreador en posición cerrada se debe insertar dentro del material granular o polvo o el desecho que está siendo muestreado desde un punto cerca del borde o de la esquina, a través del centro, y a un punto diagonalmente opuesto al punto de entrada
- Rotar el tubo en posición abierta
- Menear el tubo para que el material entre por las ranuras abiertas
- Cerrar el muestreador y retirarlo del material
- Colocar el muestreador en posición horizontal con las ranuras hacia arriba
- Rotar el tubo exterior y deslizarlo desde el tubo interior
- Transferir el material a un adecuado contenedor

### 1.7 ASEGURAMIENTO DE CALIDAD Y CONTROL DE CALIDAD

El aseguramiento de calidad se define como el proceso para asegurar que todos los resultados y decisiones basadas en estos resultados son técnicamente confiables y estadísticamente válidos y son documentados apropiadamente. Los procedimientos de control de calidad son herramientas empleadas para medir el grado de cumplimiento de los objetivos de aseguramiento de calidad.

Los resultados no se pueden evaluar con respecto a la precisión y exactitud si no están acompañados de los datos de aseguramiento de la calidad. Estos datos resultan de la implementación de procedimientos de control de calidad durante el muestreo y análisis.

Las principales estrategias para documentar la precisión y la exactitud son:

- 1.7.1. Blanco de viaje. Se utilizan para detectar algún tipo de contaminación durante el manejo y transporte de la muestra. Este blanco de viaje debe acompañar a las muestras hacia y desde el campo.
- 1.7.2. Blanco de campo: Son alícuotas libres de metales y compuestos orgánicos que en contacto con los equipos de muestreo son analizadas para detectar algún tipo de contaminación procedente de los equipos de muestreo o contaminación cruzada originada previamente a la recolección de la muestra y durante la toma de la muestra.
- 1.7.3. Duplicados de campo: Se emplean para documentar la precisión. El valor de la precisión es función de la variación en la composición de la muestra, la variación en la técnica de muestreo y variación de la técnica analítica.
- 1.7.4. Adicionados de campo: Son usados para determinar la pérdida del analito de interés durante el muestreo y transporte hasta el laboratorio. Dado que el adicionado de campo a veces se prepara en el campo, esto puede conducir en errores por pérdida o por contaminación. Para eliminar este problema es aconsejable preparar en el laboratorio estos adicionados a blancos o a muestras similares a los residuos y luego transportarlos a lo largo del muestreo en los mismos recipientes que contienen las muestras.
- 1.7.5. Adicionalmente al control de calidad explicado anteriormente, el programa completo de aseguramiento de calidad debe existir el protocolo para la toma de muestras que considere todos los aspectos esenciales de este proceso y debe contener los siguientes aspectos:
  - a) Definición del objetivo de muestreo
  - b) Definición de l plan de muestreo
  - c) Preparación de los recipientes y equipos



- d) Mantenimiento, calibración, limpieza de los equipos de campo
- e) Preservación, empaque y transporte de muestras
- f) Procedimientos de seguridad industrial y de salud ocupacional
- g) Procedimientos de cadena de custodia.

El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

Nombre y Título de los analistas que ejecutan los análisis y el encargado de control de calidad que verifica los resultados y los cuadernos manuscritos del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:

- a) Identificación de la muestra
- b) Fecha de análisis
- c) Cantidad de muestra utilizada
- d) Número de muestras de control de calidad analizadas
- e) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición
- f) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados
- g) La información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

## 1.8 CADENA DE CUSTODIA

Una parte esencial de cualquier esquema de muestreo y análisis es asegurar la integridad de las muestras desde la toma hasta el reporte de los resultados. La posesión y el manejo de las muestras deben ser trazables desde el tiempo de toma de la muestra, etapas de análisis y descarte de la muestra. Esta documentación de la historia de la muestra se denomina cadena de custodia. Esta documentación es importante y necesaria cuando existe la posibilidad que los resultados analíticos o las decisiones basadas en estos resultados podrán ser usados en litigios jurídicos.

La cadena de custodia debe considerar la identificación de la muestra por medio de rótulo que debe contener:

- a.) Número de la muestra
- b.) Nombre de la persona que toma la muestra
- c.) Fecha de toma de muestra
- d.) Lugar de toma de la muestra

Toda la información pertinente al trabajo de campo se debe almacenar en un libro foliado consecutivamente y debe contener la siguiente información:

- a.) Localización del sitio de muestreo
- b.) Nombre y dirección de la persona que toma la muestra
- c.) Nombre de la empresa que produce el residuo, si es diferente del sitio de muestreo.
- d.) Tipo de proceso que produce el residuo
- e.) Tipo de residuo
- f.) Composición aproximada del residuo peligroso
- g.) Número y volumen de la muestra tomada
- h.) Propósito del muestreo (Vigilancia, contrato)
- i.) Descripción del sitio de muestreo y del método de muestreo
- j.) Fecha y hora de la toma de muestra
- k.) Identificación de la persona que toma la muestra
- l.) Transporte y distribución de la muestra (Nombre del laboratorio, UPS, Federal express)
- m.) Referencias tales como mapas, fotografías del sitio de muestreo.
- n.) Observaciones de campo
- o.) Mediciones hechas en campo (pH, inflamabilidad, explosividad)
- p.) Firma del personal responsable de las observaciones.

La hoja de solicitud de análisis es necesaria para acompañar la entrega de la muestra al laboratorio. La porción de campo de este formato debe ser llenada por la persona que tomó



la muestra y debe contener la información pertinente anotada en el libro de campo. La porción del laboratorio de este formato debe ser completado por el personal del laboratorio y debe incluir:

- a.) Nombre de la persona que recibe la muestra
- b.) Número de la muestra en el laboratorio
- c.) Fecha y hora de recibo de la muestra
- d.) Entrega de la muestra
- e.) Análisis requeridos

La muestra debe ser entregada al laboratorio para análisis en el menor tiempo posible; no mas de 2 días después del muestreo, la muestra deberá estar acompañada de la cadena de custodia y el formato de solicitud de análisis. La muestra debe ser entregada en el laboratorio a la persona autorizada para recibir muestras.

Las muestras de residuos peligrosos deben ser transportadas de la siguiente manera:

- a.) Recoger la muestra en recipientes de 16 onzas o mas pequeñas de vidrio o polietileno con tapa de teflón, para líquidos dejar espacio suficiente, aproximadamente el 10%. Si el material es sólido, el recipiente mas el contenido no debe exceder de una libra de peso. Si se esta tomando una muestra de compuestos orgánicos volátiles, llene el recipiente hasta el septum, pero coloque este recipiente dentro de uno de 16 onzas o menos de tal forma que se suministre el espacio de aire requerido. Para cantidades mayores por encima de un galón, se puede recolectar si el punto de inflamación de la muestra es de 23°C o mas. En este caso el punto de inflamación debe ser marcado en la parte exterior del recipiente y el papel de empaque debe indicar que el punto de inflamación es de 23°C o más.
- b.) Sellar la muestra y colocarla en una bolsa de polietileno 4-mil-tick, una muestra por bolsa.
- c.) Coloque la bolsa sellada dentro de una caja metálica con material absorbente no combustible (Vermiculita o tierra), para evitar que se rompa, una bolsa por caja. Cierre a presión la caja, use clips y asegure la tapa.
- d.) Marque la caja con:
  - Nombre y dirección del generador del residuo
  - Colocar la nota "Líquido inflamable, NOS UN 1993"
  - Ó (sólido inflamable, N.O.S. UN 1325)
- e.) Coloque una o más cajas de metal en un contenedor robusto como neveras de camping. No se usan sustancias preservantes para muestras de residuos peligrosos en campo.
- f.) Preparación para el embarque: las palabras nota "Líquido inflamable, NOS UN 1993" Ó (sólido inflamable, N.O.S. UN 1325, Cargo Aircraft Only; Limited Quantity, Laboratory Samples, se deben indicar en los papeles de embarque en la parte exterior del contenedor. Tambien se deben colocar las palabras This Side UP o This Side End UP. Firmar la certificación de embarque.
- g.) Se debe esperar para atender posibles preguntas del transportador para abrir los contenedores para inspeccionar o modificar el empaque.

En el laboratorio se debe asignar a una persona para recibir la muestra y hacer la custodia de la misma, también debe inspeccionar el estado y los sellos de la muestra, comparar la información que viene en el sello del recipiente de la muestra contra la información de la cadena de custodia, asignarle el número de radicación y colocarla en el cuarto frío hasta que sea programada para el análisis.

## 2 PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA CORROSIVIDAD

Para la evaluación de esta característica, se seleccionaron cuatro (4) pruebas diferentes: *determinación de pH, determinación de reserva ácido/álcali, evaluación de corrosividad en lámina de acero y aplicación de la prueba corrositex®.*

El orden de ejecución de estos procedimientos se presenta en la Figura 2.5. En ésta, se advierte que la primera prueba a realizar corresponde a la determinación del pH del residuo. Si los resultados de esta prueba se encuentran dentro de los límites presentados, se considera que el residuo es corrosivo y la evaluación de la propiedad finaliza. Si por el contrario, el pH determinado se encuentra en el rango que indica que el residuo evaluado no es corrosivo, se procede a realizar la determinación de la reserva ácido/álcali, cuyo resultado combinado con el pH determinado en la etapa anterior permitirá la catalogación del residuo. Si los resultados se ajustan a los criterios presentados en la Figura 2.1, la prueba finaliza y se considera que el residuo exhibe propiedades corrosivas. En caso que este resulte ser no corrosivo desde el punto de vista de la combinación *pH-Reserva ácido/álcali*, se procede a hallar la tasa de corrosión producida por el residuo sobre lámina de acero y finalmente en caso que los resultados se encuentren por debajo del límite establecido a las condiciones de la prueba, se finaliza la evaluación aplicando la prueba Corrositex®, indicativo de la corrosión que puede causar el residuo al entrar en contacto con la piel humana. Si el resultado de los cuatro (4) protocolos ejecutados arroja que el residuo no puede ser catalogado como corrosivo, se finaliza la serie de pruebas y se concluye que el residuo bajo estudio no exhibe propiedades características de residuos que presentan la propiedad de corrosividad.

A continuación se presentan los protocolos seleccionados para la determinación de distintas características, cuya evaluación permitirá la catalogación de un residuo como corrosivo.

## 2.1. METODO DE PRUEBA MEDICIÓN ELECTROMÉTRICA DE pH

### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- Este método mide el pH de desechos acuosos y de múltiples fases en los cuales la fase acuosa constituya al menos el 20% del volumen total del desecho.
- Este método no se puede aplicar a ácidos y bases concentradas, ni a ácidos y bases concentrados mezclados con sustancias inertes.
- Se requiere que el desecho tenga un contenido mínimo de agua para medir el pH. El método es aplicable a sustancias en estado sólido<sup>15</sup>.

### II. PRINCIPIO DEL METODO

El pH de la muestra es determinada electrométricamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un electrodo de referencia ó un electrodo combinado.

### III. INTERFERENCIAS

- El electrodo de vidrio, en general, no esta sujeto a inferencias de la solución de color, turbiedad, coloides, oxidantes, reductores, o salinidad moderada (<0,1 molar).
- El error por sodio a niveles de pH > 10 puede ser reducido o eliminado usando un electrodo de bajo error de sodio.
- Capas de material aceitoso o material particulado pueden disminuir o dañar la respuesta del electrodo. Estas capas pueden ser removidas por una suave limpieza o un enjuague con detergente, seguidas por un enjuague con agua destilada. Tratamiento adicional con ácido clorhídrico (1:10) puede ser necesario para remover cualquier película remanente.
- La temperatura puede afectar la determinación de pH por dos causas. La primera es el cambio en la respuesta del electrodo a varias temperaturas. Esta interferencia debe ser controlada con un instrumento con compensación de temperatura o calibrando el equipo con su electrodo a la temperatura de la muestra. La segunda causa es el cambio del pH debido a los cambios en la muestra por cambios en la temperatura. Este error es dependiente de la muestra y no puede ser controlado.

### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- pHmetro.
- Electrodo de vidrio.

<sup>15</sup> En caso de que la sustancia problema sea un monolito sólido, el procedimiento de determinación de pH a seguir es el correspondiente al del Anexo 1

- Electrodo de referencia: Un electrodo de cloro plata-plata u otro electrodo de referencia de potencial constante<sup>16</sup>.
- Agitador magnético y barra de agitación cubierta en teflón.
- Termómetro y/o sensor de temperatura para compensación automática.

## V. REACTIVOS

Soluciones tampón de estándar secundario preparado de sales NIST ó comprados. Estas soluciones vendidas comercialmente deben ser validadas por comparación con estándar NIST. Se requiere tener como mínimo un buffer de pH 2 para desechos ácidos y un buffer pH 12 para desechos cáusticos.

## VI. PROCEDIMIENTO

### *Calibración*

Se debe calibrar de acuerdo al procedimiento de operación del equipo. Cada sistema pHmetro/electrodo debe ser calibrado con un mínimo de dos (2) puntos que abarque el pH esperado de la muestra y su diferencia debe ser 3 o más unidades de pH. La medición para desechos con un valor de pH > 12 debe medirse a  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ . El ajuste se debe repetir en porciones sucesivas de las dos (2) soluciones buffer hasta que las lecturas estén dentro de 0,05 unidades de pH del valor de la solución buffer.

### *Procedimiento*

- Localizar la muestra en un beaker de vidrio limpio, usando suficiente volumen para cubrir los elementos sensores del electrodo y dar un adecuado espacio para la barra de agitación magnética. Si se están realizando mediciones de campo, el electrodo puede ser inmerso directamente en la corriente de la muestra a una profundidad adecuada y se debe mover de manera que se asegure suficiente movimiento de la muestra a través de los elementos sensores del electrodo.
- Si la temperatura de la muestra difiere en más de  $2^\circ\text{C}$  de la solución buffer, la medición de pH debe ser corregida.
- Leer y registrar el pH de la muestra y la temperatura. Repetir la medida sobre alícuotas sucesivas de muestra hasta que los valores difieran por menos de 0,1 unidades de pH. Usualmente con 2 o 3 cambios es suficiente.

## VII. RESULTADOS

La sustancia se podrá considerar corrosiva si el valor de lectura de pH se encuentra fuera de los rangos sugeridos por la normatividad.

## VIII. INFORMACION ESTADISTICA

En la tabla 2.1 se presentan los datos de exactitud de un estudio de desempeño con datos de cuarenta y cuatro (44) analistas, en veinte (20) laboratorios analizando, seis (6) muestras de agua sintética conteniendo incrementos exactos del ion hidroxilo.

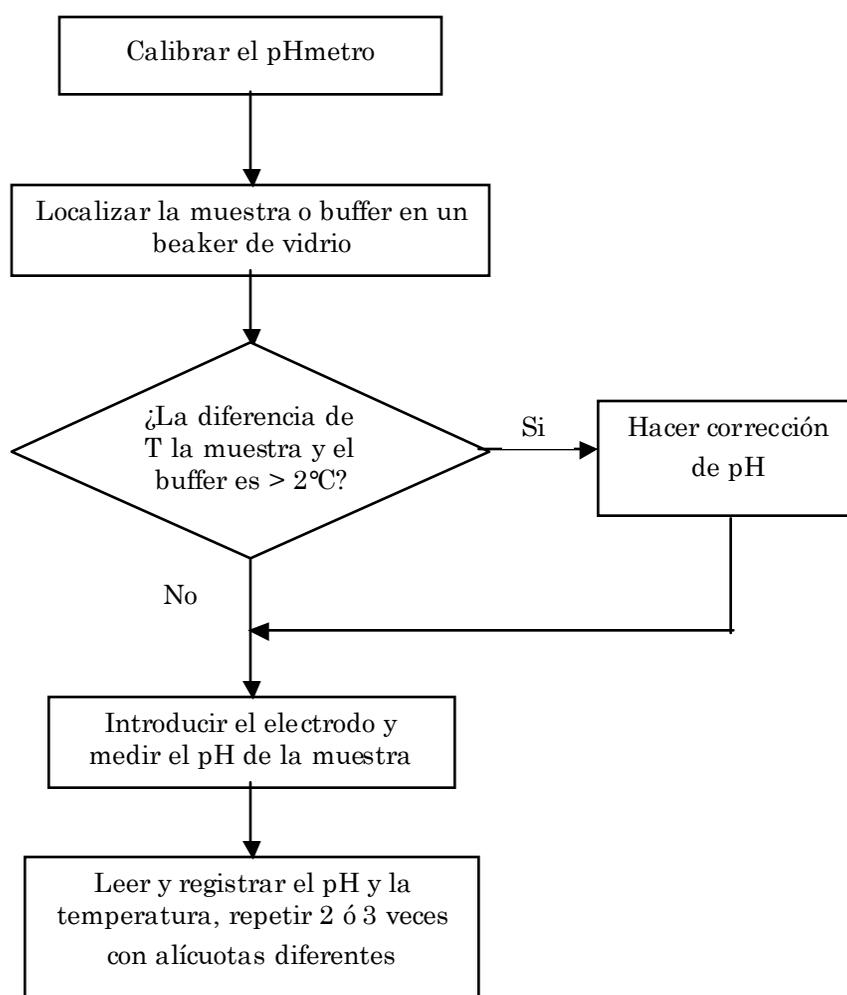
**Tabla 2.1.** Información estadística determinación electrométrica de pH

pH	Desviación estándar	Sesgo (%)	Sesgo (pH)
3,5	0,10	-0,29	-0,01
3,5	0,11	-0,00	
7,1	0,20	+1,01	+0,07
7,2	0,18	-0,03	-0,002
8,0	0,13	-0,12	-0,01
8,0	0,12	+0,16	+0,01

## IX. REFERENCIAS

Método 9040C. Medición de pH electrométrica. SW 846. Revisión 3 Noviembre 2004

<sup>16</sup> Electrodo combinados incorporando tanto funciones de medición y referencia son convenientes y son disponibles con materiales sólidos o de llenado tipo gel que requieren mantenimiento mínimo



Fi

**gura 2.1.** Diagrama de flujo procedimiento para determinación electrométrica de pH.

## 2.2. DETERMINACION RESERVA ACIDO/ALCALI

### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias sólidas y líquidas.
- Permite determinar la reserva ácido/álcali de una sustancia, definida como la cantidad equivalente de base, necesaria para llevar el pH de ésta hasta un valor previamente establecido.

### II. PRINCIPIO DEL METODO

Una muestra de la sustancia en estado sólido o líquido es titulada con solución de hidróxido de sodio (sustancias con pH inferior a 4.0) o solución de ácido sulfúrico (sustancias con pH superior a 10.0) hasta valores de pH establecidos (4.0 y 10.0 para sustancias ácidas y alcalinas respectivamente). El valor de la reserva ácido álcali se expresa en términos de la cantidad equivalente de hidróxido de sodio necesaria para la titulación de cien (100) gramos de sustancia y constituye un indicativo de la capacidad buffer de la sustancia o residuo.

### III. INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación.

### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- Bureta
- Vaso de precipitado
- Balanza analítica



- pH metro
- Agua destilada

## V. REACTIVOS

- Solución de ácido sulfúrico 2 N
- Solución de hidróxido de sodio 2 N

## VI. PROCEDIMIENTO

- En caso de sustancias sólidas, tomar una muestra de aproximadamente 5 g en un vaso de precipitado. En caso de sustancias en estado líquido, tomar una muestra de aproximadamente 50 mL.
- Registrar el peso exacto de la muestra.
- Para muestras sólidas, disolver o suspender en 50 mL de agua destilada.
- Registrar el pH de la muestra.
- Si el pH de esta se encuentra por debajo de 4.0, llenar la bureta con la solución 2 N de hidróxido de sodio. Si el pH registra un valor superior a 10.0, llenar la bureta con la solución 2 N de ácido sulfúrico.
- Para muestras con pH inferior a 4.0, agregar la solución de base hasta alcanzar un pH de 4.0 unidades.
- Para muestras con pH superior a 10.0 agregar la solución de ácido a la muestra hasta alcanzar un pH de 10.0 unidades.
- Registrar el volumen de solución consumido.

## VII. RESULTADOS

La reserva ácido/álcali, expresada como g NaOH/ 100 g muestra, se calcula como:

$$\text{Reserva ácido/álcali} = \frac{8000 * V}{m}$$

donde,

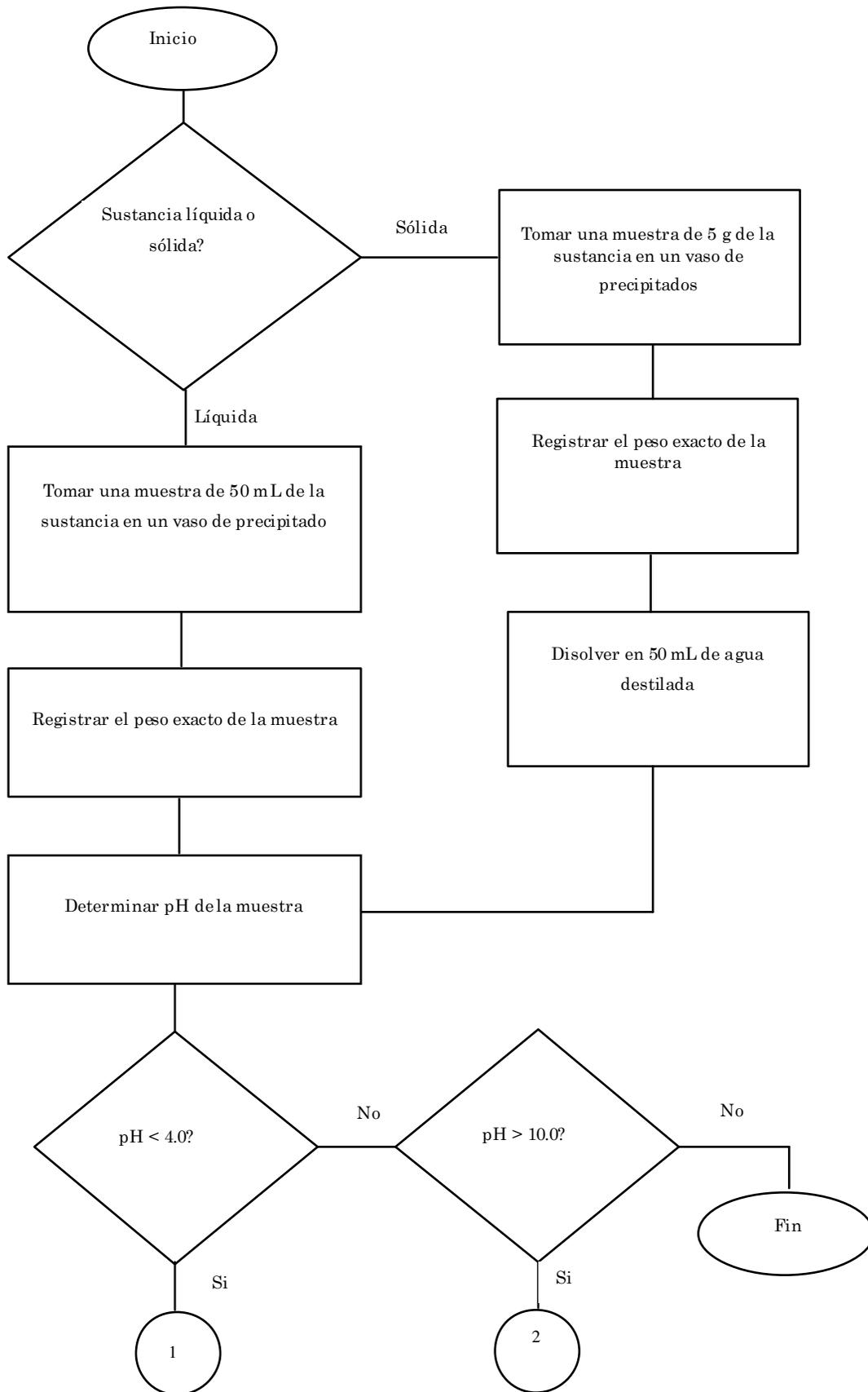
V = volumen de solución de NaOH o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adicionado para alcanzar pH = 4.0 o pH= 10.0 (L).

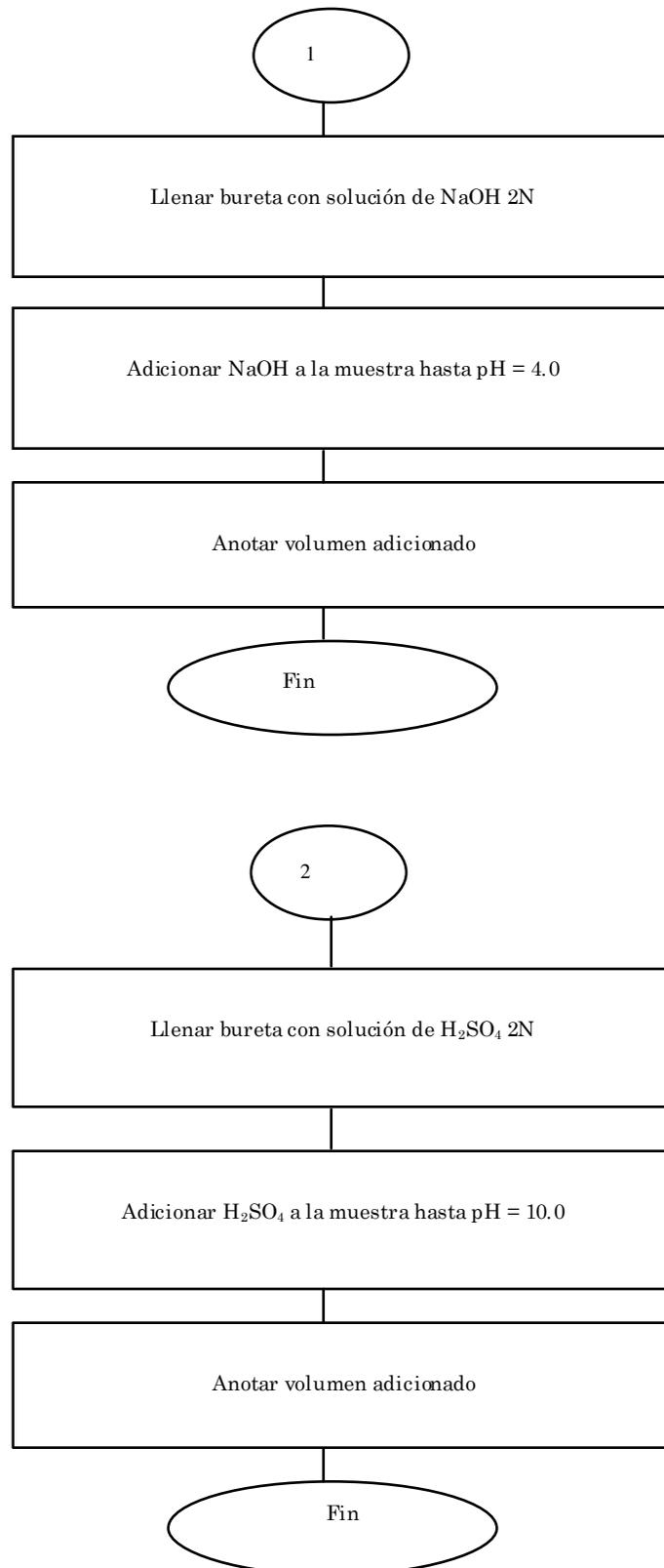
m = peso de la muestra (g).

La definición de un residuo como corrosivo con base en la reserva ácido/álcali se realiza en combinación con el pH de éste mediante el cálculo de:

$$\text{pH} + 1/12 \text{ reserva ácido/álcali y } \text{pH} - 1/12 \text{ reserva ácido/álcali}$$

Si el mayor valor es igual o superior a 14.5 o el menor valor es igual o inferior a 0.5, el residuo se considera corrosivo.





**Figura 2.2.** Diagrama de flujo procedimiento para determinación de reserva ácido/álcali.

## VIII. INFORMACION ESTADISTICA

No se presenta información estadística sobre los resultados obtenidos mediante la aplicación del procedimiento presentado.

## IX. REFERENCIAS

Young J, How M, Walker A, Worth W. Classification as corrosive or irritant to skin of preparations containing acidic or alkaline substances. Toxicology in Vitro. Vol 2: 19-26. 1988.

## 2.3. METODO DE PRUEBA CORROSIÓN AL ACERO

### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

El método mide la corrosividad al acero de desechos líquidos acuosos y no acuosos. Con base en los resultados obtenidos se puede identificar si el desecho presenta la característica de corrosividad como un peligro físico.

### II. PRINCIPIO DEL METODO

Este método expone cupones de tipo Acero SAE 1020 al desecho líquido que se va a evaluar en una relación mínima de volumen del desecho a área del cupón metálico de 40 mL/cm<sup>2</sup>, a una temperatura de 55°C y tiempo determinados, después de los cuales se mide el grado de pérdida de material del cupón. Se determina la corrosividad de dicho desecho por diferencia de peso del cupón.

### III. INTERFERENCIAS

Se pueden presentar grandes diferencias ocasionadas cuando la superficie del metal se ha pasivado. Se pueden presentar resultados subestimados cuando hay pérdidas de masa en puntos localizados como grietas.

### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- Se debe usar un recipiente de tamaño adecuado (usualmente entre 500 a 5.000 mL) con tres (3) cuellos de dimensión apropiada (por ejemplo NS29/32), uno de ellos para el condensador de reflujo. Este debe ser construido de un material que no sea afectado por el residuo y que no contamine el residuo que se está evaluando (por ejemplo, vidrio ó PTFE). Un recipiente típico para este tipo de ensayo se muestra en la figura 2.3.
- Termómetro y mecanismo de regulación de temperatura.
- Aparato de calentamiento (manta, plancha o baño).
- Sistema de soporte para los especímenes metálicos. El método de soporte de los cupones puede variar con el aparato usado para realizar el ensayo, sin embargo este debe ser diseñado para que los especímenes estén aislados física y eléctricamente uno de otro, y para que estos permanezcan aislados de cualquier elemento metálico u otro elemento usado en el ensayo. Este debe ser construido de un material que no sea afectado por el residuo y que no contamine el residuo que se está evaluando Algunos materiales de soporte son vidrio, hilos de PTFE no extruido, fluorocarbonados o metal revestido.
- Cupones o especímenes fabricados en acero SAE 1020. El tamaño y forma debe asegurar el contacto libre con el desecho. Todos deben ser medidos rigurosamente con calibrador métrico a una exactitud de 0,01 mm para permitir un cálculo exacto del área expuesta. Una forma conveniente es un espécimen circular de alrededor de 3.75 cm de diámetro con un espesor aproximadamente de 0.32 cm. El espécimen debe tener un orificio para colocarse en la montura de soporte, cuyo diámetro aproximado puede ser de 0.80 cm. El área superficial total de un espécimen circular estará dado por la siguiente ecuación:

$$A = \frac{3.14}{2x(D^2 - d^2)} + (t)x(3.14)x(D) + (t)x(3.14)x(d)$$

donde,

t = espesor del espécimen

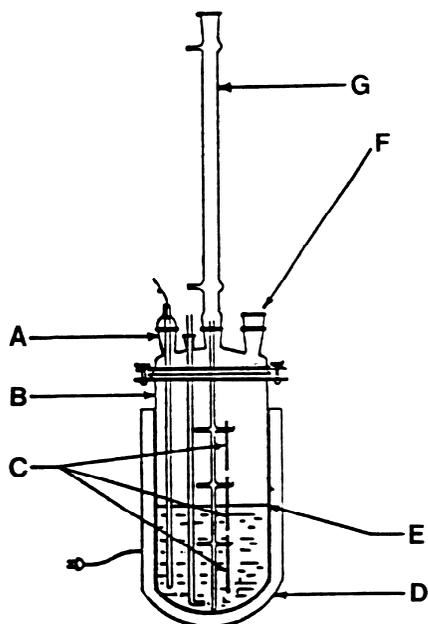
d = diámetro de hoyo para colgarlo en el soporte

D = diámetro del espécimen

Si el hoyo del espécimen es cubierto completamente por la montura del soporte, el último término de la ecuación se omite. Se pueden esperar resultados más uniformes si una capa sustancial del metal es removida de los cupones antes del ensayo.

- Balanza analítica con precisión de  $\pm 0,001$  g o mejor.
- Mecanismo de agitación.
- Lija abrasiva No. 120

- Desecador



**Figura 2.3.** Equipo para medida de corrosividad sobre acero SAE 1020.

- A: termómetro  
 B: Frasco de cristal  
 C: especímenes metálicos colgados en el dispositivo de soporte  
 D: manta caliente (placa de calentamiento)  
 E: interfase líquida  
 F: abertura de la tapa para añadir aparatos adicionales de ser necesarios  
 G: condensador de reflujo

## V. REACTIVOS

### *Solución de limpieza química 1*

Solución de hidróxido de sodio al 20% con 200 g/L de polvo de zinc.

- Hidróxido de sodio (NaOH) (20%): disolver 200g de NaOH en 800 ml agua tipo II y mezclar bien.
- Polvo de Zinc grado reactivo.

### *Solución de limpieza química 2*

HCl concentrado con 50 g/L de cloruro estañoso y 20 g/L de cloruro de antimonio.

- Acido Clorhídrico (HCl) concentrado
- Cloruro estañoso ( $\text{SnCl}_2$ )
- Cloruro de antimonio ( $\text{SbCl}_3$ )

**Solvente** (requerido para limpieza química, uno de las siguientes alternativas)

- Acetona
- Diclorometano
- Alcohol
- Acetona o Metanol
- Detergente sin blanqueador
- Agua destilada
- Acido sulfúrico (requerido si se va a realizar limpieza electrolytica)
- Eter diortotolil tiourea (Inhibidor que se puede utilizar para la limpieza electrolytica)

## VI. PROCEDIMIENTO

### *Limpieza inicial*

Pulir los cupones o especímenes por tratamiento químico, remoción electrolytica, o pulido con abrasivo grueso. Al menos se debe remover 0,254 mm ó 2 a 3 mg/cm<sup>2</sup>. El tratamiento final de la superficie del espécimen incluye utilizar papel o tela abrasiva (lija) No. 120. La limpieza final consiste en restregar con blanqueador libre de polvo, seguido de un enjuague con agua destilada y luego en acetona ó metanol, por ultimo secar al aire. Al final de la limpieza el cupón debe colocarse en el desecador hasta ser utilizado. Cada espécimen o cupón debe ser estampado, grabado, cortado con una marca de identificación adecuada, esto puede generar corrosión localizada.

- Pesar los especímenes metálicos.

- Ensamblar el montaje del recipiente, con termómetro, aparato de calentamiento, equipo de agitación. Colocar los cupones en el sistema de soporte. Se deben utilizar tres (3) cupones en el ensayo; uno totalmente sumergido con una distancia entre el borde superior del cupon y la superficie del líquido de 10 mm, otro sumergido la mitad en el líquido, y el tercero en la fase gaseosa.
- Llenar el contenedor con la cantidad apropiada de desecho, considerando que se debe mantener la relación mínima de volumen del desecho a área del cupón metálico de 40 mL/cm<sup>2</sup>.
- Comenzar la agitación a una velocidad que asegure que el líquido se mantenga bien mezclado y homogéneo. En residuos que tengan su punto de ebullición cerca de la temperatura del ensayo, la convección térmica puede ser una adecuada fuente de agitación por lo cual no se requeriría de ningún equipo extra. En soluciones con altas viscosidades, se recomienda el suministro de agitación.
- Utilizando el dispositivo de calentamiento llevar la temperatura del residuo a 55°C ± 1°C. Las pérdidas por evaporación deben ser controladas por un mecanismo de nivel constante ó por adiciones frecuentes del residuo para mantener el volumen original dentro de un ± 5%.
- Mantener las condiciones durante 24 horas, al final de los cuales se retiran los cupones.

#### ***Limpieza final de los cupones***

El procedimiento de limpieza debe remover todos los productos de la corrosión removiendo un mínimo del metal sano. La limpieza puede realizarse por tres métodos diferentes: mecánico, químico y electrolítico. Después de esta limpieza, el cupón se debe restregar con blanqueador libre de polvo, seguido de un enjuague con agua destilada y luego enjuagar con abundante solvente (acetona ó metanol). Por ultimo secar al aire. Al final de la limpieza el cupón debe colocarse en el desecador hasta ser utilizado. Sea cual sea el tratamiento que se use para limpiar los especímenes, su efecto en la remoción de metal sano debe ser determinada por medio de un blanco (un espécimen que no haya sido expuesto al residuo). El blanco se debe pesar, luego limpiar junto con el espécimen de la prueba, y al final pesar.

- Limpieza mecánica: incluye restregar, lijar, cepillar y procedimientos ultrasónicos. El método mas utilizado es restregar con un cepillo de cerdas y un abrasivo suave, los otros se usan en casos de alta corrosión, como primer paso antes de restregar. Se debe tener precaución de no remover metal sano.
- Limpieza química: remoción de material en la superficie del espécimen por dilución en un solvente apropiado y luego inmersión en la solución de limpieza. Solventes como la acetona, diclorometano, y alcohol, se utilizan para remover aceites, grasas, o materiales resinosos.

Las soluciones convenientes para eliminar la corrosión del acero son:

Soluciones de limpieza	Tiempo de inmersión	Temperatura
20% NaOH + 200 g/l polvo Zinc	5 minutos	Ebullición
HCl conc.+ 50 g/l $SnCl_2$ + 20 g/l $SbCl_3$	hasta estar limpio	Frío

- Limpieza electrolítica: esta debe ser precedida por un cepillado para remover los productos adheridos de la corrosión. A continuación se presenta un método de limpieza electrolítico que puede ser usado:

<b>Solución</b>	50 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Ánodo</b>	carbón o plomo
<b>Cátodo</b>	especimen de acero
<b>Densidad actual del cátodo</b>	20 amp/cm <sup>2</sup>
<b>Inhibidor</b>	2 cc inhibidor orgánico/L
<b>Temperatura</b>	74 °C
<b>Periodo de exposición</b>	3 min.

Se debe tener precaución de asegurar un buen contacto eléctrico con el cupon para evitar contaminación de la solución de limpieza con iones metálicos fácilmente reducibles y

asegurar que no ocurra descomposición del inhibidor. Como inhibidores se puede usar 0,5 g/L de éter diortotolil tiourea.

- Pesar los especímenes. La pérdida de peso se usa como la principal medida de la corrosión. Para poder utilizar esta pérdida de peso como una medida de corrosión, se requiere asumir que toda la pérdida de peso ha sido causada por la corrosión y no por pérdidas locales.

## VII. RESULTADOS

Para determinar la tasa de corrosión se usa la siguiente formula:

$$\text{Tasa de corrosión (mm/año)} = \frac{[(W_{ic} - W_{fc}) - (W_{ib} - W_{fb})] \times 11.145}{A \times T}$$

donde,

$W_{ic}$ : peso inicial del cupón después de la limpieza inicial (mg)

$W_{fc}$ : peso final del cupón después de la exposición a la sustancia en evaluación y del proceso de limpieza realizado (mg)

$W_{ib}$ : peso inicial del cupón usado como blanco antes del proceso de limpieza (el mismo realizado para el cupón del ensayo) (mg)

$W_{fb}$ : peso final del cupón usado como blanco después del procesos de limpieza (el mismo realizado para el cupón del ensayo) (mg)

A: área (cm<sup>2</sup>)

T: tiempo (horas)

11,145: factor de conversión considerando la densidad del acero tipo SAE 1020 7,86 g/cm<sup>3</sup>, y convertir unidades a tasa de corrosión en mm/año.

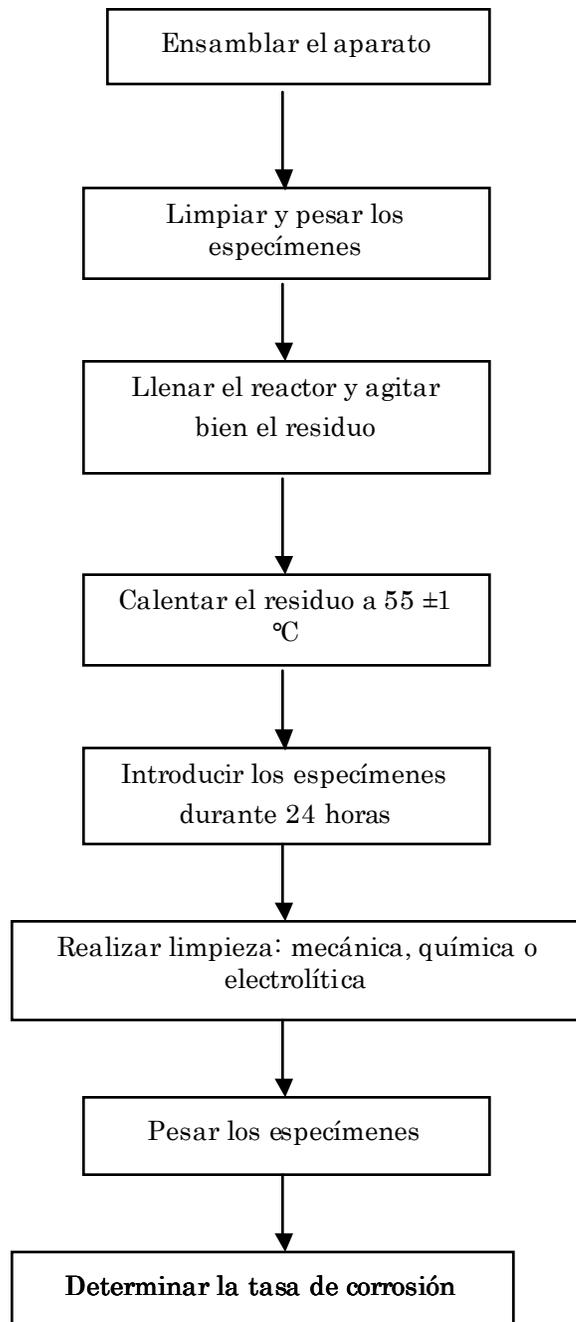
- Se debe reportar la forma y dimensiones del cupón o espécimen y el método usado para preparar los especímenes para el ensayo.
- Se debe reportar el método de limpieza después de la exposición.
- En los casos en los cuales la corrosión no pudo ser removida totalmente, la perdida de masa debe ser reportada, pero con una observación indicando que algunos productos de la corrosión no fueron removidos.
- Tasas de corrosión para cada espécimen evaluado.
- Se usa el valor del espécimen con mayor tasa de corrosión.

## VIII. INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

No se presenta información estadística sobre los resultados obtenidos mediante la aplicación del procedimiento presentado.

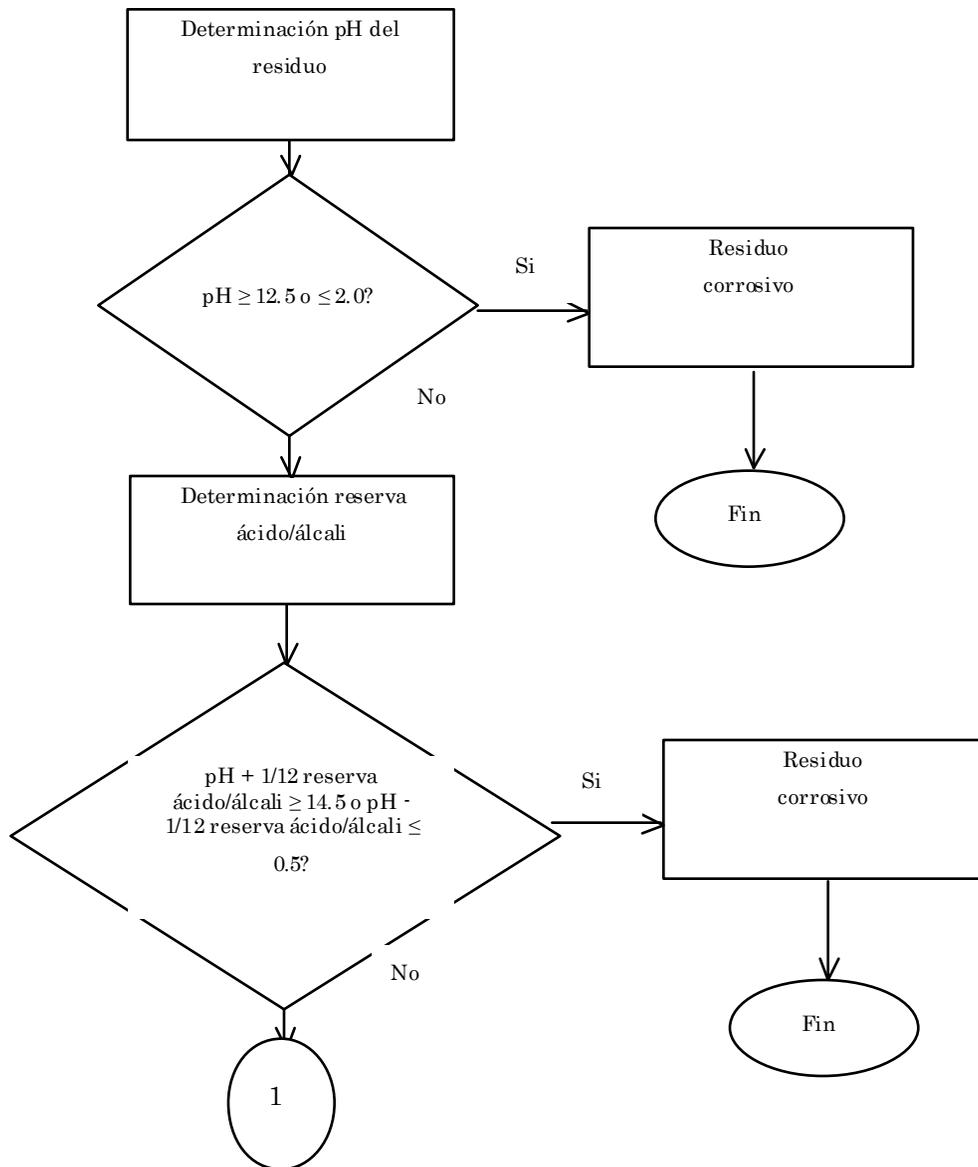
## IX. REFERENCIAS

- Method 1110A Corrosivity Toward Steel SW- 846.
  - Sección 37. Procedimientos de clasificación, métodos de prueba y criterios relativos a las sustancias de la clase 8. Libro de Pruebas y Criterios – Naranja de las Naciones Unidas.
- NACE Internacional the corrosion society. Estándar Test Method Laboratory Corrosion Testing of Metals NACE Standard TM0169-2000 item No. 21200



**Figura 2.4.** Diagrama de flujo procedimiento para determinación de corrosión al acero.

#### 2.4. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE CORROSIVIDAD



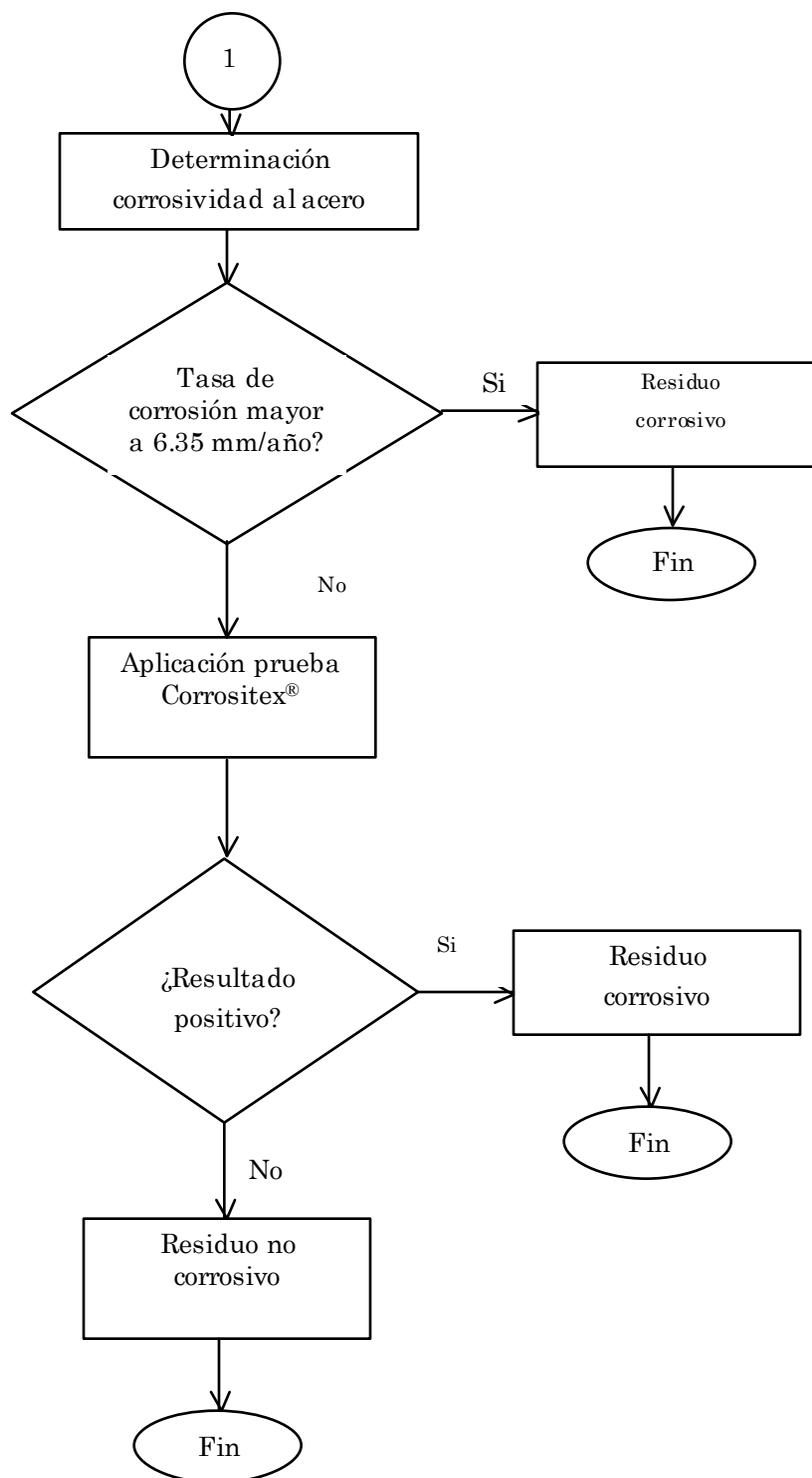


Figura 2.5. Árbol de decisión para ejecución de pruebas relativas a clasificación de residuos corrosivos.

### 3 PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA EXPLOSIVIDAD

La evaluación de la explosividad de un residuo, involucra diferentes pruebas de tipo complementario, que determinan desde diferentes ángulos si un residuo puede ser catalogado como tal.

Estas pruebas incluyen la determinación de la *capacidad de propagación de la detonación*, la *sensibilidad ante condiciones de calor intenso*, el *efecto de la inflamación en espacio limitado* y la *sensibilidad a estímulos mecánicos*, específicamente choque y fricción.

Un resultado positivo en cualquiera de estos ensayos indica que el residuo es explosivo, sin que un resultado negativo signifique que el residuo pueda ser considerado como no explosivo, debido a que cada prueba evalúa reacciones ante estímulos específicos y por tanto pueden presentarse estímulos diferentes ante los cuales el residuo exhiba características explosivas.

El orden de ejecución de las distintas pruebas no es específico, debido a que como se mencionó anteriormente, se trata de pruebas complementarias. Sin embargo, debido a la complejidad de algunos de los procedimientos, se plantea una secuencia que inicia el proceso de evaluación de esta característica mediante la aplicación de las pruebas con el menor grado de dificultad en su realización (Figura 3.17).

A continuación se presentan los cinco (5) protocolos seleccionados para la determinación de distintas características, cuya evaluación permitirá la catalogación de un residuo como explosivo.

### **3.1. PRUEBA PARA DETERMINAR LA PROPAGACION DE LA DETONACION - PRUEBA DE EXCITACIÓN CON BARRERA INTERPUESTA**

#### **I. ALCANCE Y APLICABILIDAD**

- El método es aplicable a sustancias líquidas y sólidas.
- Permite determinar si una sustancia en condiciones de espacio limitado, al ser sometida a la detonación producida por una carga multiplicadora, tiene la capacidad de propagar dicha detonación.

#### **II. PRINCIPIO DEL METODO**

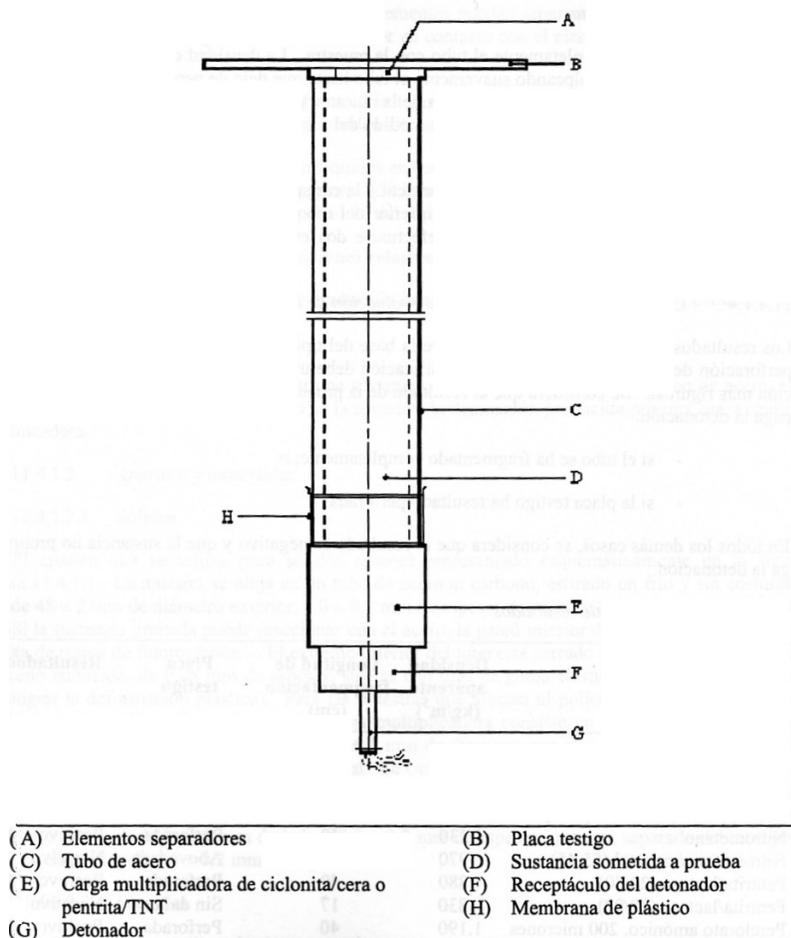
Una sustancia en estado líquido o sólido es introducida en un tubo de acero de dimensiones específicas y puesta en contacto con un material detonante con el fin de determinar si la sustancia propaga la detonación producida. En este caso, la sustancia se considera como explosiva.

#### **III. INTERFERENCIAS**

No se reportan posibles interferencias en la determinación.

#### **IV. EQUIPOS Y MATERIALES**

- Equipo compuesto por un tubo de acero al carbono, estirado en frío y sin costuras, con un diámetro exterior de  $48 \pm 2$  mm, un espesor de pared de  $4.0 \pm 0.1$  mm y una longitud de  $400 \pm 5$  mm. En caso que la sustancia bajo prueba pueda reaccionar con el acero, el tubo debe ser revestido interiormente con resina de fluorocarbono. El extremo inferior del tubo se encuentra cerrado por dos capas de polietileno laminado de 0.08 mm de espesor, sujetas mediante tiras de goma elástica y cinta aislante de tal manera que se permita la deformación plástica. En caso que la sustancia bajo prueba presente reacción con el polietileno, este material puede ser reemplazado por láminas de politetrafluoretileno. En el extremo superior del tubo se encuentra una placa de acero suave de  $150 \pm 10$  mm de lado y  $3.2 \pm 0.2$  mm de espesor, que está separada del tubo por dos elementos de  $1.6 \pm 0.2$  mm de espesor y que se conoce como placa testigo. La Figura 3.1 presenta un esquema del equipo y sus partes constitutivas.
- Detonador.



**Figura 3.1.** Equipo para prueba de excitación con barrera interpuesta.

## V. REACTIVOS

Carga multiplicadora de ciclonita/cera (95/5) o de pentrita/TNT (50/50) de  $50 \pm 1$  mm de diámetro con una densidad de  $1600 \pm 50$  kg/cm<sup>3</sup> (longitud de 50 mm).

## VI. PROCEDIMIENTO

- Se llena el tubo de acero con la sustancia a estudiar. En el caso de sustancias sólidas, se introduce una cantidad suficiente para llenar el tubo y éste se golpea muy suavemente hasta que la sustancia se comprima en su interior; posteriormente se agrega una cantidad adicional de muestra y se repite el procedimiento hasta que nuevamente se complete la totalidad del volumen del tubo
- Se coloca el tubo en posición vertical
- Se toman 160 g de la carga multiplicadora
- Si se trata de ciclonita/cera, ésta puede prensarse en una o varias piezas mientras la carga total corresponda a las especificaciones. Si se trata de pentrita/TNT ésta debe ser moldeada
- La carga multiplicadora se pone en contacto directo con la lámina que sella el extremo inferior del tubo
- Se coloca el detonador contra la carga multiplicadora y se activa. Se realizan dos ensayos en caso de no presentarse detonación en el primero

## VII. RESULTADOS

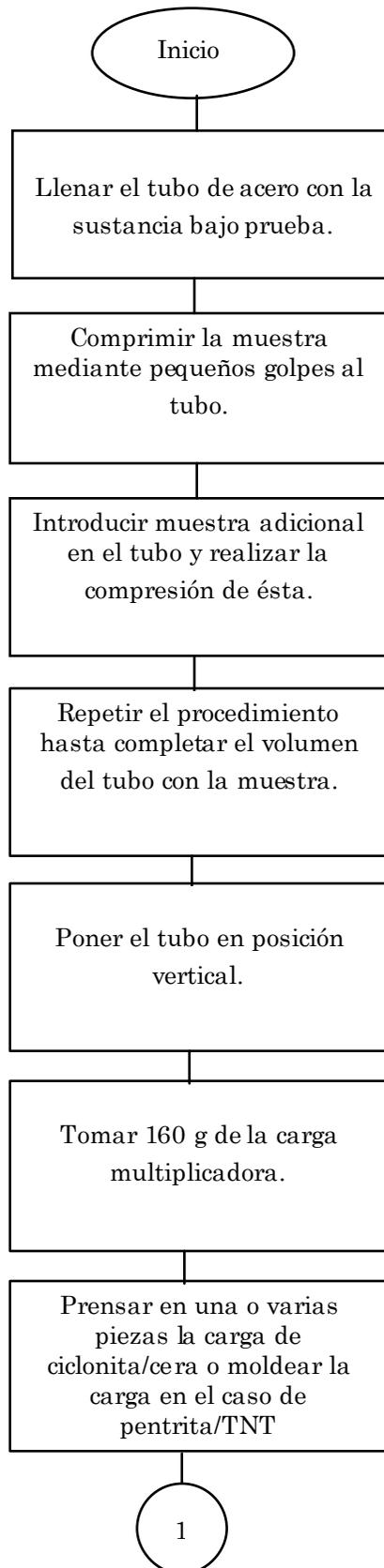
Se considera que la sustancia puede propagar la detonación y por tanto es explosiva, si en la prueba el tubo se fragmenta completamente o la placa testigo resulta perforada. Si no se presenta ninguno de estos resultados, se considera que la sustancia no propaga la detonación, más no que la sustancia no sea explosiva. En la Tabla 3.1 se presentan algunos resultados obtenidos con diferentes sustancias estudiadas.

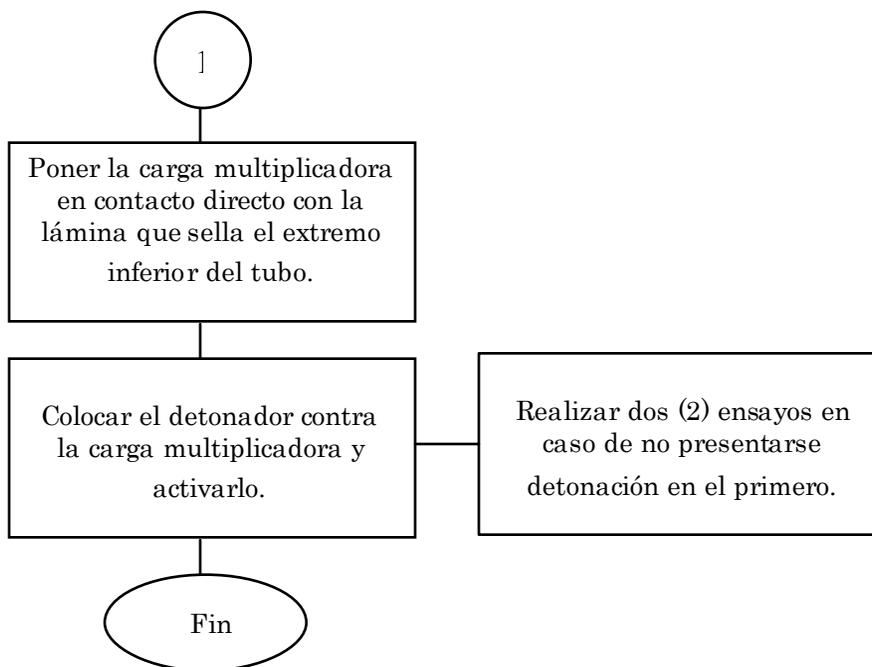
**Tabla 3.1.** Resultados obtenidos con diferentes sustancias aplicando la prueba de excitación con barrera interpuesta

Sustancia	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Longitud de Fragmentación (cm)	Placa testigo	Resultado
Nitrato amónico	800	40	Abovedada	Positivo
Nitrometano	1130	40	Perforada	Positivo
Perclorato amónico	1190	40	Perforada	Positivo
Agua	1000	<40	Abovedada	Negativo

### VIII. INFORMACION ESTADISTICA

No se presenta información estadística sobre los resultados obtenidos mediante la aplicación del procedimiento presentado.





**Figura 3.2.** Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sustancias que tienen la capacidad de propagar la detonación.

## IX. REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba 1 a).

### 3.2. PRUEBA DE SENSIBILIDAD ANTE CONDICIONES DE CALOR INTENSO - PRUEBA KOENEN

#### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias líquidas y sólidas.
- Permite determinar la sensibilidad de sustancias en estos estados ante los efectos de calor intenso en un espacio muy limitado.

#### II. PRINCIPIO DEL METODO

En el método, la sustancia sólida o líquida se introduce en un tubo en condiciones específicas y se somete a calentamiento mediante gas propano, realizando el sellado del tubo con placas que presentan un orificio de distintos diámetros. La prueba se realiza iniciando con la placa de mayor diámetro (20.0 mm) y en caso de que no se presente explosión se utilizan las placas con orificios de menor diámetro hasta que se presente explosión, teniendo como límite un diámetro de 1.0 mm. En caso que no se presente explosión utilizando estos diámetros, o se observen determinados efectos en el sistema al finalizar la prueba, la sustancia se considera no sensible al calentamiento en espacio confinado. En caso que se presente explosión, se analiza el tipo de fragmentación obtenido y se determina si la sustancia puede ser considerada como explosiva.

#### III. INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación.

#### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- El equipo necesario para la prueba está constituido por un tubo de lámina fina de acero no reutilizable, con un sistema de cierre reutilizable. El tubo, cuyas dimensiones y características se presentan en la Figura 3.3, se encuentra ubicado en un dispositivo de calentamiento y protección y tiene un peso de  $25.5 \pm 1$  g. En el extremo abierto del tubo se encuentra una brida cubierta con una tuerca ajustable con llave 36 y un collar roscado. La placa de cierre a través de la cual salen los gases

resultantes de la descomposición está elaborada en acero al cromo, resistente al calor y el diámetro del orificio de salida se encuentra en medidas entre 20 y 1 mm. Finalmente se encuentra del dispositivo de cierre del equipo, formado por una tuerca de diámetro 10.0 o 20.0 mm ajustable con llave 41.

- El dispositivo de calentamiento y protección en el que se introduce el tubo cuenta con dos varillas apoyadas en orificios que se encuentran en paredes opuestas de la caja. Entre estas varillas se suspende el tubo al realizar la prueba. Igualmente en el dispositivo se encuentran cuatro (4) quemadores con sistema de encendido eléctrico. La distribución de los quemadores en el sistema se presenta en la Figura 3.4.
- Gas propano provisto en cilindro con regulador de presión.
- Termopar de 1 mm de diámetro.
- Sistema de extracción de gases.
- Lubricante a base de disulfuro de molibdeno.

## V. REACTIVOS

- Dibutilftalato

## VI. PROCEDIMIENTO

### *Primera etapa*

- Se introducen 27 cm<sup>3</sup> de dibutilftalato en el tubo del equipo
- Se sella el tubo con una placa de cierre de 1.5 mm de diámetro
- Se ubica el tubo en la caja de calentamiento y protección
- Se ubica un termopar en el centro del tubo 43 mm por debajo del borde
- Se evacua la zona de la prueba
- Se permite el paso de gas propano y su distribución a través del sistema de quemadores
- Se registra el tiempo necesario para que la temperatura del líquido pase de 135 a 285°C.
- Se calcula la velocidad de calentamiento mediante:

$$V = \frac{423.15K}{t} \quad (1)$$

donde,

V = velocidad de calentamiento (K/s)

t = tiempo empleado para aumentar la temperatura de 135 a 285°C (s)

- Se repite el procedimiento, regulando la presión del gas hasta que la velocidad de calentamiento resulte ser de 3.3 ± 0.3 K/s.

### *Segunda etapa*

- En el caso de sustancias sólidas, se introducen en un tubo 9 cm<sup>3</sup> de sustancia y se compactan con una fuerza de 80 N aplicada a la sección transversal del tubo
- Si el material es compresible, se adiciona una nueva cantidad de la sustancia y se compacta hasta que la muestra en el tubo llega hasta 55 mm del borde
- Se determina la masa total adicionada hasta ese nivel
- En una etapa posterior, se toma un nuevo tubo y se adiciona una cantidad de muestra compactada igual a la tercera parte de la masa determinada anteriormente
- Se agregan dos muestras adicionales de la sustancia previamente compactadas a 80N
- Se adiciona una nueva cantidad de muestra compactada o se retira hasta que la sustancia en el tubo se encuentre a 15 mm del borde de éste
- La cantidad de muestra empleada en esta etapa corresponde a la que será utilizada en cada prueba

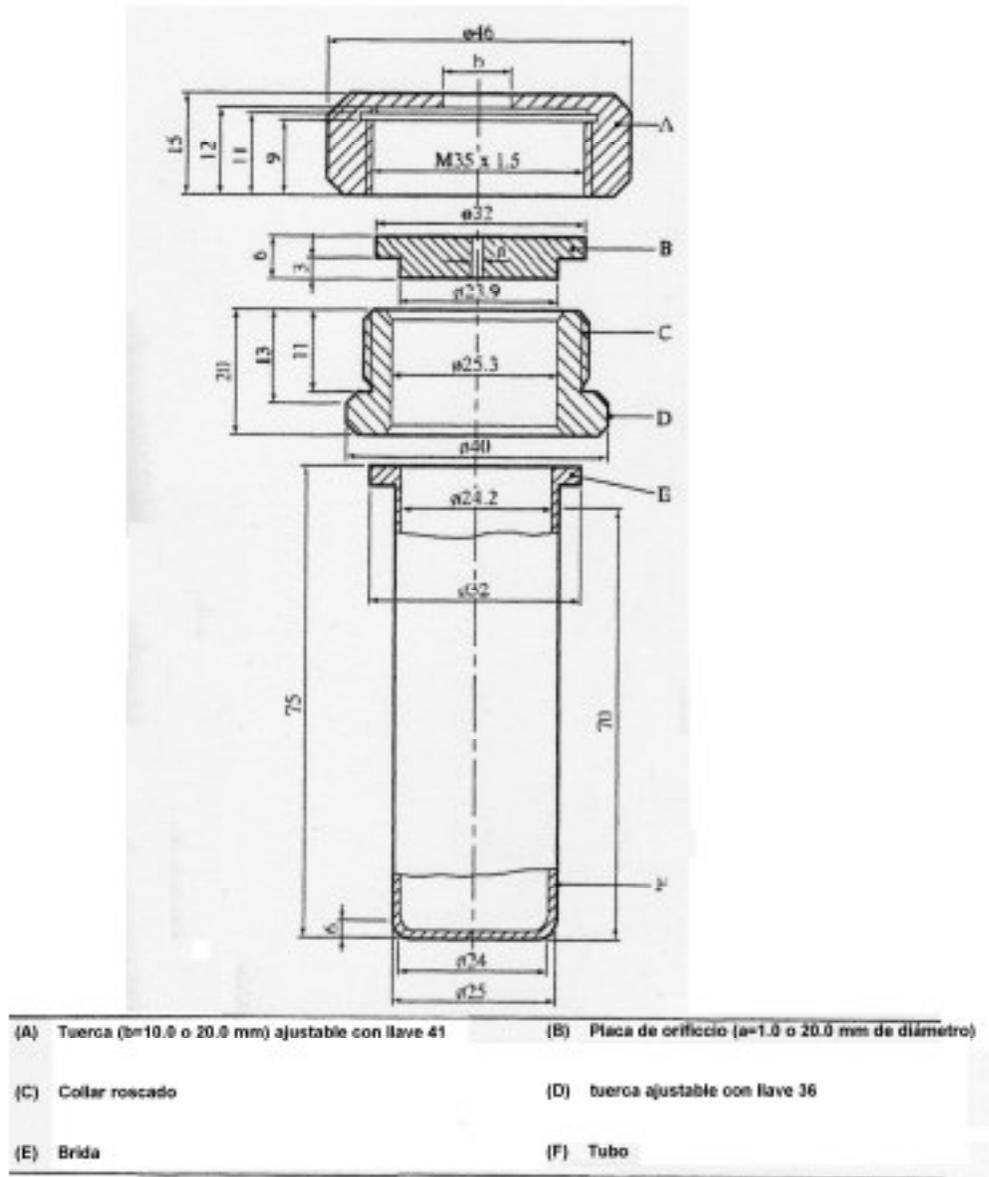


Figura 3.3. Equipo empleado para prueba Koenen

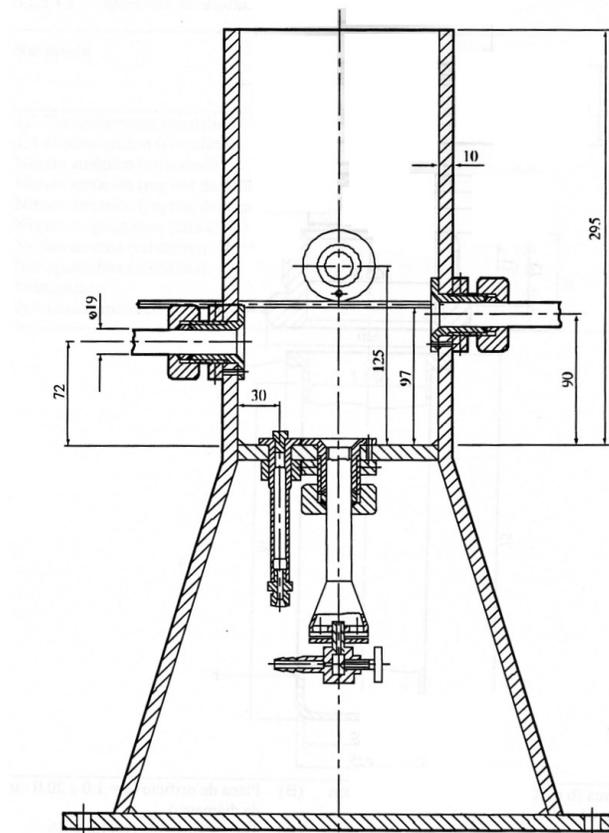


Figura 3.4. Dispositivo de calentamiento y protección - Prueba Koenen

### *Tercera etapa*

- Se efectúa el llenado del tubo introduciendo la muestra en tres (3) porciones iguales, cada una comprimida hasta un volumen de 9 cm<sup>3</sup>
- En el caso de sustancia líquidas y geles, la muestra se introduce en el tubo hasta 60 mm del borde de éste, cuidando que en el caso de geles no queden espacios vacíos
- Se realiza el montaje del collar roscado introduciéndolo desde la parte inferior del tubo y se inserta la placa de orificio de 20 mm de diámetro
- Se revisa que no haya restos de sustancia entre la placa y la brida o en las roscas
- Se ubica la tuerca de cierre de diámetro correspondiente<sup>17</sup> y se ajusta de manera manual después de aplicarle un lubricante a base de disulfuro de molibdeno
- Se coloca el tubo en una prensa de banco y se aprieta la tuerca de cierre con una llave
- Se ubica el tubo en el dispositivo de calentamiento y protección mediante el uso de las dos varillas ubicadas en éste
- Se evacua la zona de prueba
- Se abre el suministro de gas, regulando la presión al nivel hallado en la primera etapa
- Si no estalla el tubo, se prolonga el calentamiento durante cinco (5) minutos como mínimo antes de dar por terminada la prueba
- En caso de explosión, se recogen y pesan los fragmentos del tubo
- En caso que no se presente explosión, se realiza nuevamente el procedimiento utilizando las placas con orificio de 12.0, 8.0, 5.0, 2.0, 1.5 y 1.0 mm de diámetro hasta que se presente explosión con alguna de estas aberturas

## VII. RESULTADOS

Se considera que la sustancia no reacciona ante el calentamiento en espacio confinado, mas no que es una sustancia no explosiva, si en las pruebas realizadas no se presenta explosión o se observa alguno de los siguientes efectos (Figura 3.6): “O”: tubo intacto, “A”: curvatura del fondo del tubo, “B”: curvatura del fondo y la pared del tubo, “C”: fractura del fondo, “D”: fractura de la pared, “E”: rompimiento del tubo en dos fragmentos

Se considera que la sustancia es explosiva si al realizar la prueba se observa (Figura 3.6):

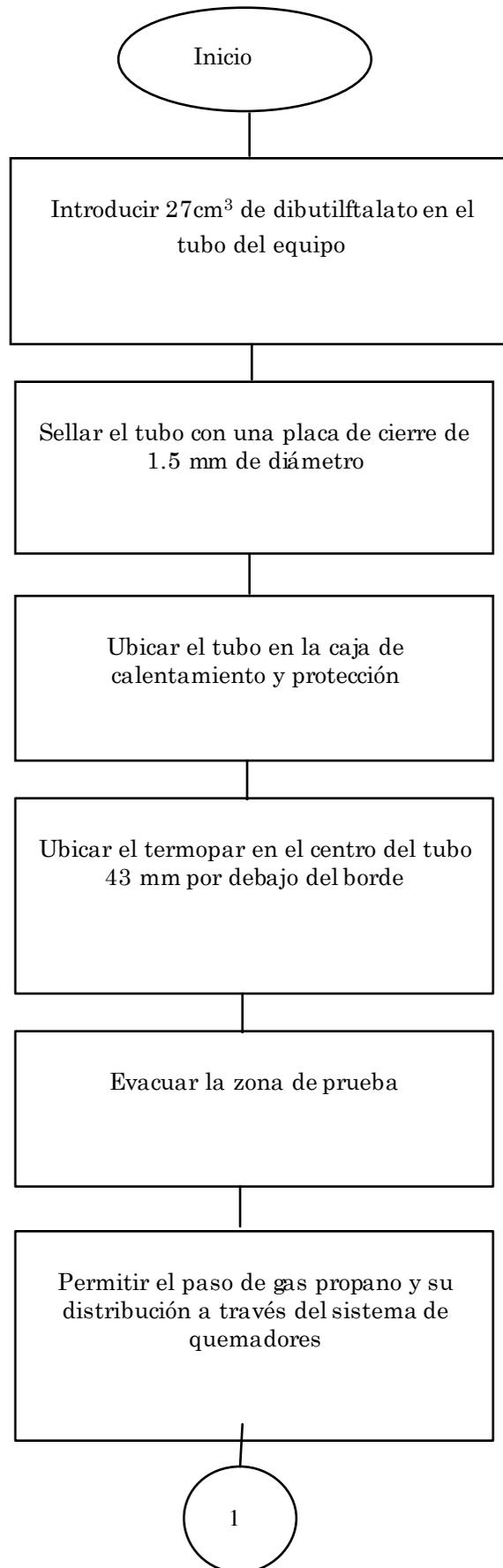
- “F”: fragmentación del tubo en tres (3) o más partes, en su mayoría grandes, que en algunos casos pueden estar unidos entre sí por una tira estrecha
- “G”: fragmentación del tubo en diversos trozos, en su mayoría pequeños y dispositivo de cierre intacto
- “H”: fragmentación del tubo en diversos trozos muy pequeños, curvatura o fragmentación del dispositivo de cierre

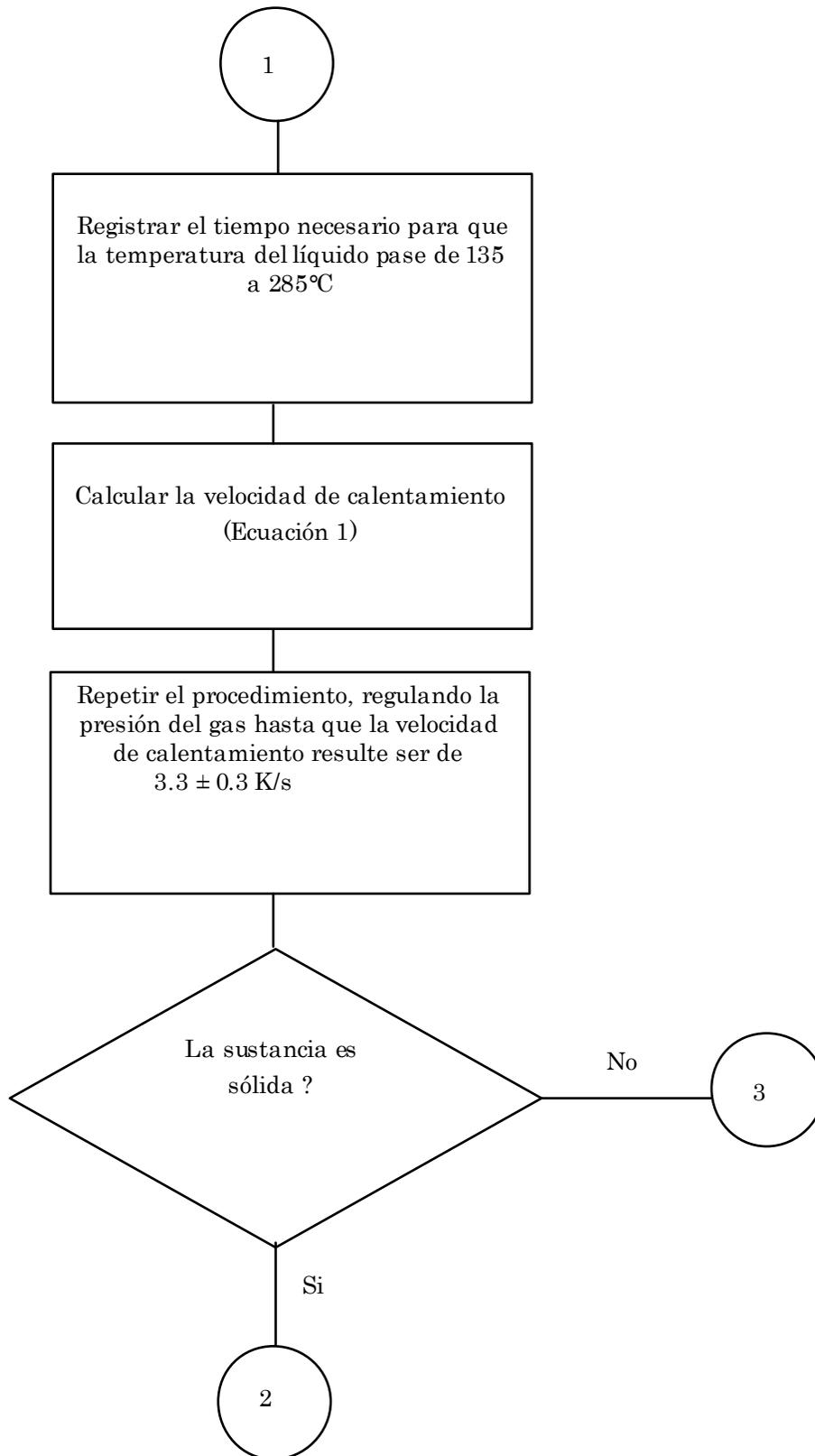
En la Tabla 3.2 se presentan algunos resultados obtenidos con diferentes sustancias estudiadas.

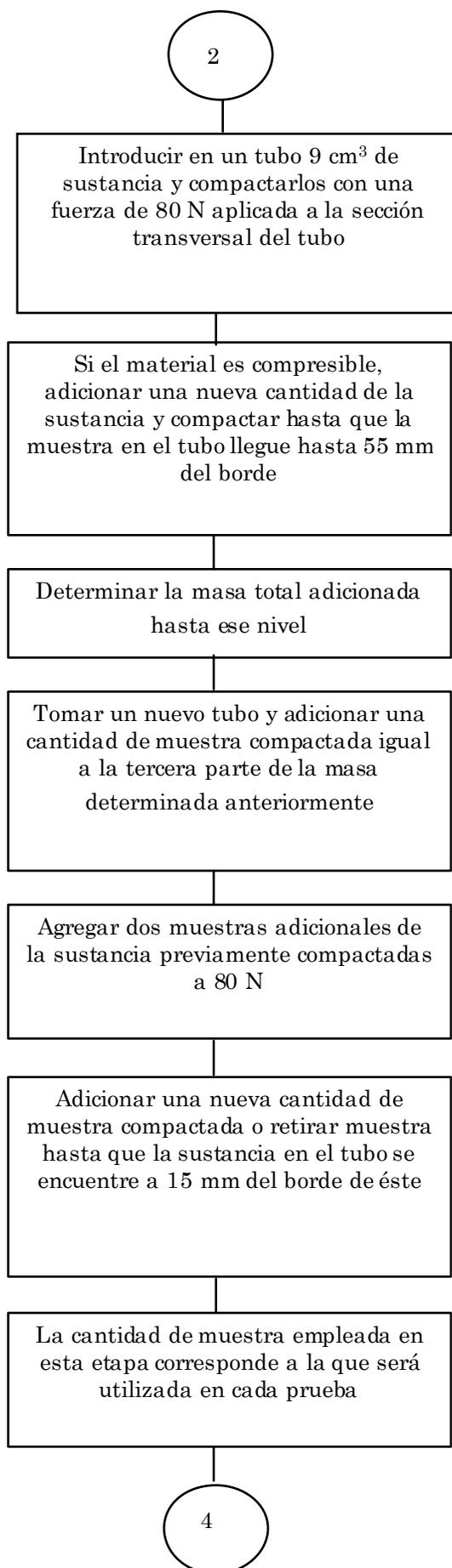
**Tabla 3.2.** Resultados obtenidos con diferentes sustancias aplicando la prueba de excitación con barrera interpuesta

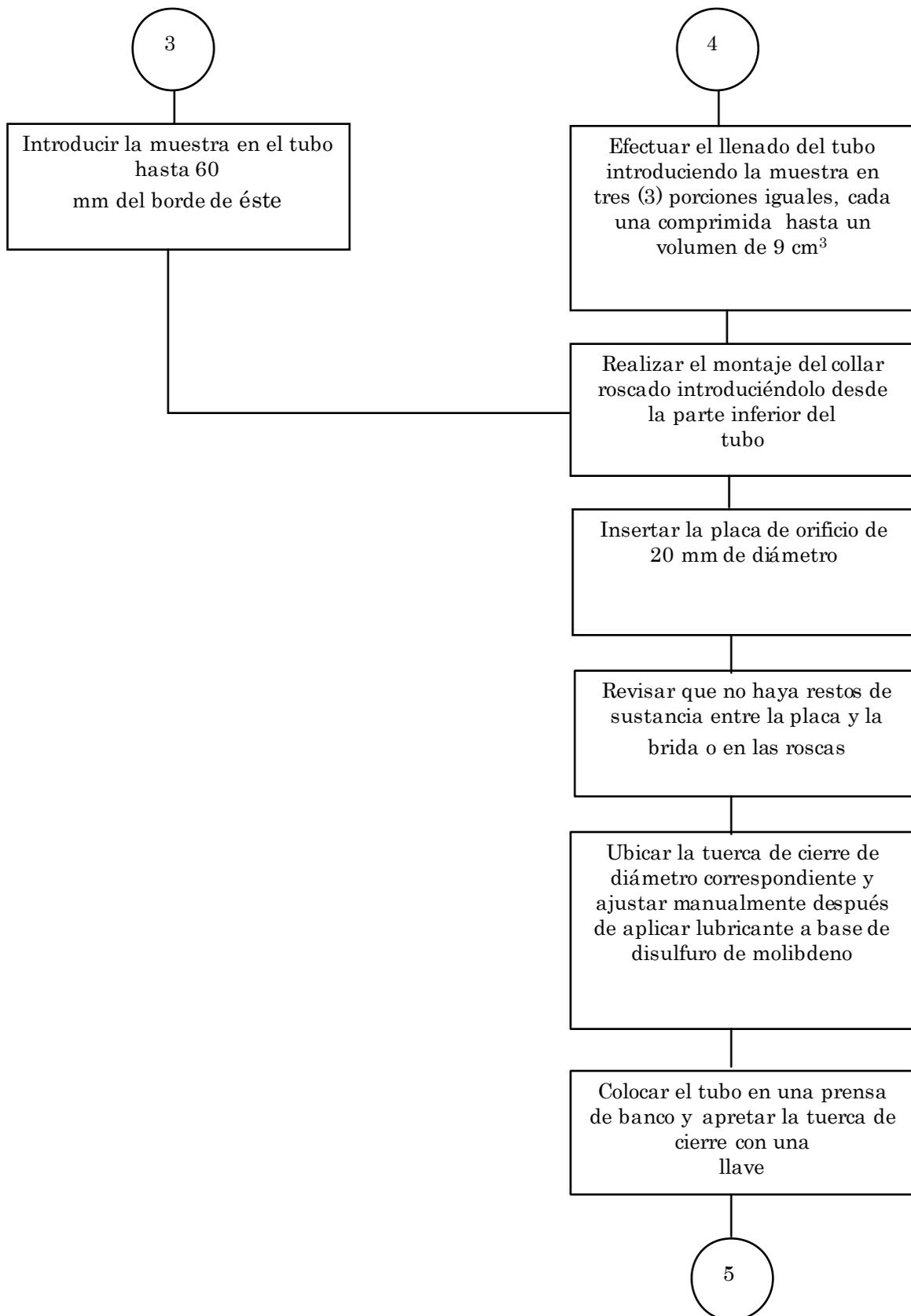
Sustancia	Diámetro límite de orificio de la placa al cual se presenta explosión (mm)	Resultado
1,3-dinitrobenzeno	< 1.0 mm	Negativo
Nitrometano	< 1.0 mm	Negativo
Nitrato amónico	1.0 mm	Positivo
Perclorato de amonio	3.0 mm	Positivo

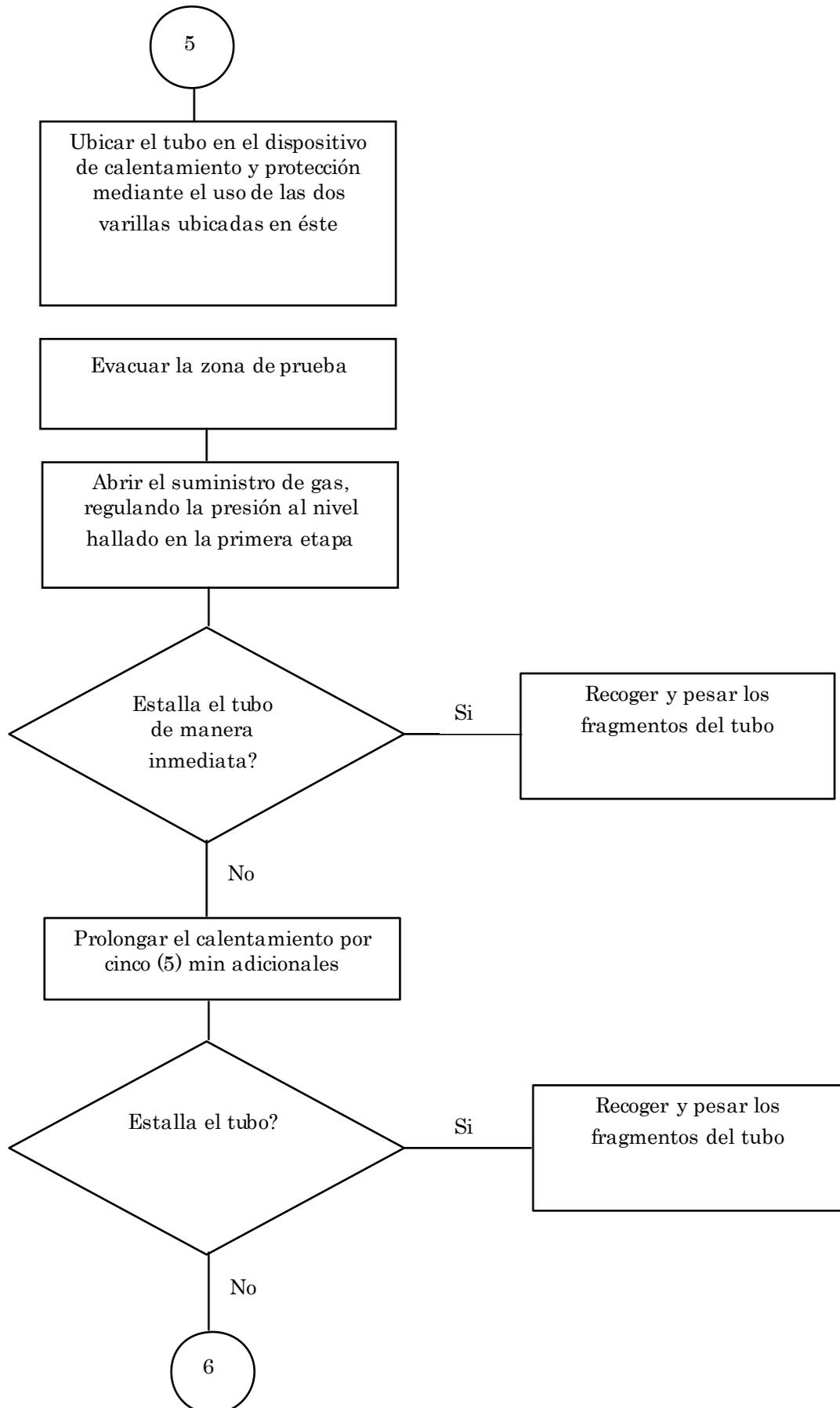
<sup>17</sup> Para placas con orificios de 1.0 a 8.0 mm de diámetro, deben utilizarse tuercas con orificios de 10.0 mm de diámetro. En caso de placas con diámetros mayores a 8.0 mm el diámetro de la tuerca debe ser de 20.0 mm.

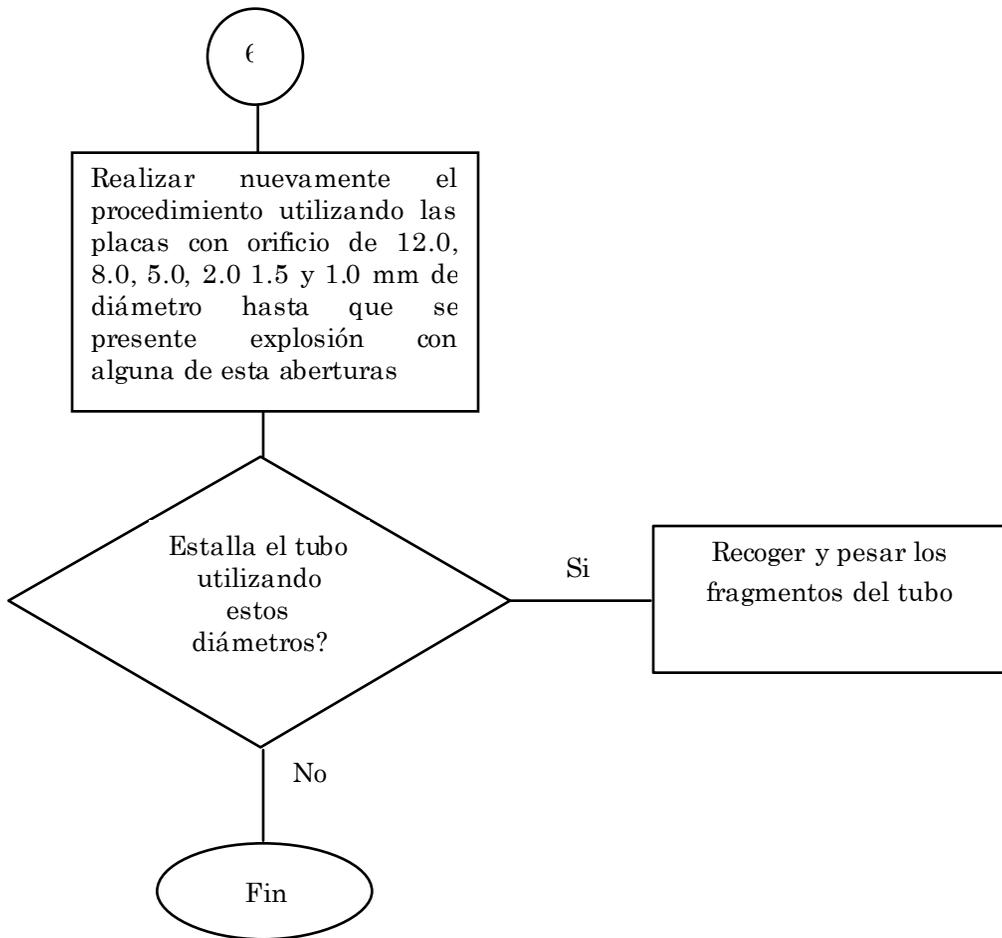




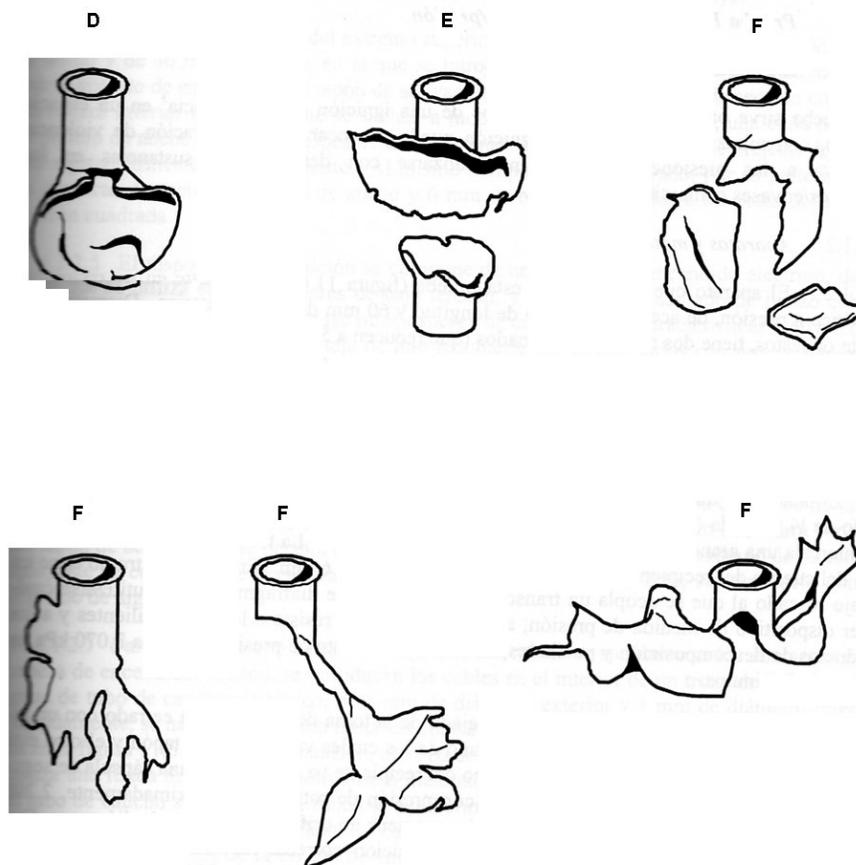








**Figura 3.5.** Diagrama de flujo procedimiento para determinación de la sensibilidad de sustancias ante el calentamiento en espacio limitado



**Figura 3.6.** Posibles efectos en el tubo utilizado en el procedimiento - Prueba Koenen

## VIII. INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

No se presenta información estadística sobre los resultados obtenidos mediante la aplicación del procedimiento presentado.

## IX. REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba 1 b).

### 3.3 PRUEBA PARA DETERMINAR EL EFECTO DE LA INFLAMACION EN ESPACIO LIMITADO - *PRUEBA DE TIEMPO/PRESION*

#### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias en estado sólido y líquido.
- Permite determinar los efectos que causaría la ignición de la sustancia en espacios limitados con el fin de establecer si la ignición puede provocar una deflagración de violencia explosiva.

#### II. PRINCIPIO DEL METODO

En este método una muestra sólida o líquida de la sustancia bajo estudio es sometida a ignición en un recipiente confinado, al cual fue adaptado un sistema de ignición y de registro de presión, y tiene como objeto registrar el tiempo necesario para que la presión aumente de 690 KPa a 2070 KPa.<sup>18</sup>

#### III. INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias en la determinación.

#### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- El equipo utilizado en la realización de prueba se presenta en la Figura 3.7. Está constituido por un recipiente cilíndrico en acero a presión, de 89 mm de longitud y 60 mm de diámetro exterior, el cual en cada uno de los extremos tiene una reducción maquinada a diámetros de 50 mm, en donde respectivamente se ajustan un tapón de activación para la ignición y una salida de gases. El aparato cuenta con una toma de presión ubicada en su superficie curva a 35 mm de uno de los extremos del tubo formando un ángulo de 90° con las superficies del tubo, y con una salida de 55mm del cuerpo del recipiente y 6 mm de diámetro interior de toma. El extremo del recipiente más alejado a la toma de la presión está cerrado con un tapón de activación que tiene dos electrodos, uno de los cuales va aislado del tapón y el otro está puesto a tierra en este último. El otro extremo del recipiente va cerrado por una cápsula de seguridad, fabricada en aluminio de 0,2 mm de espesor con una presión de rotura de 2200 KPa, y que se mantiene fija mediante un tapón que tiene un orificio de 20 mm de diámetro.
- El equipo se ubica en un soporte (Figura 3.8) que mantiene en posición correcta el recipiente cilíndrico compuesto de una placa de acero de 235 mm x 184 mm x 6mm y de un tubo hueco de sección cuadrada de 70 mm x 70 mm x 4 mm y de 185 mm de longitud.
- Dispositivo de ignición (Figuras 3.9 y 3.10) compuesto por una cabeza de encendido eléctrico, del tipo que se utiliza en los detonadores de baja tensión y de un trozo cuadrado de lienzo cebado (tela de lino recubierta por ambos lados de una composición pirotécnica de nitrato potásico, silicio y pólvora negra sin azufre) de 13 mm de lado.
- Dispositivo para la medición de presión que debe resistir los gases calientes y los productos de descomposición de la sustancia en análisis, y cuya sensibilidad permita registrar aumentos de presión de 690 a 2070 KPa en menos de 5 minutos.

<sup>18</sup> Niveles de presión que pueden alcanzarse con determinadas sustancias en los embalajes comerciales normales.

## V. REACTIVOS

No se requieren.

## VI. PROCEDIMIENTO

- Para sustancias sólidas se separan los contactos planos de latón de la cabeza de encendido del aislador. Luego se corta la parte descubierta del aislador. Posteriormente la cabeza de encendido se une al tapón de activación, soldándose los bornes de éste con los contactos de latón, de manera que la parte superior de la cabeza de encendido sobresalga 13 mm de la cara superior del tapón de activación. Se perfora en el centro un trozo de lienzo cebado cuadrado de 13 mm de lado; éste se

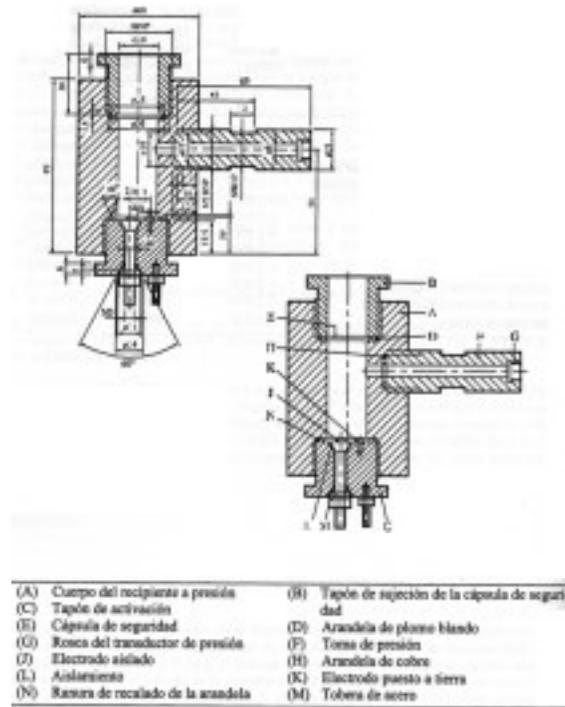


Figura 3.7. Equipo para realización de prueba tiempo/presión

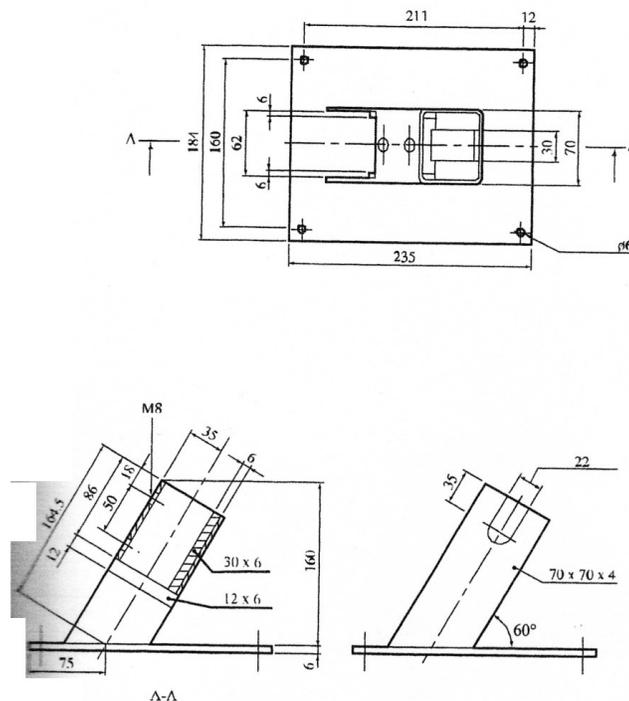


Figura 3.8. Soporte equipo para realización de prueba tiempo/presión