

extracto líquido. Si la fase líquida y el extracto líquido son compatibles, estas se mezclan y se analizan juntas. Si son incompatibles los líquidos son analizados por separado y los resultados son combinados matemáticamente para obtener una concentración promedia ponderada por volumen.

iii. Desechos 100% sólidos

El desecho se reduce de tamaño (si es requerido), y se realiza un proceso de extracción al ponerla en contacto con un fluido de extracción igual a 20 veces su peso seco durante  $18 \pm 2$  horas a  $30 \pm 2$  rpm. Después del periodo de extracción la fase sólida con el fluido son filtradas separando el extracto líquido. El extracto líquido es el Extracto SPLP y se analiza.

### III. INTERFERENCIAS

Interferencias potenciales que pueden ser encontradas durante el análisis deberán ser revisadas en los métodos analíticos individuales.

### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- Aparato de agitación  
Este debe ser capaz de rotar los recipientes de extracción en rotación completa a  $30 \pm 2$  rpm (Ver Anexo 2)
- Recipientes de extracción:
  - Recipiente de extracción de cero espacio de cabeza – (zero-headspace extraction vessel) ZHE (Ver anexo 3-2 TCLP)  
Este se usa solo cuando se desea evaluar la movilidad de analitos volátiles en el desecho. El ZHE permite la separación líquido/sólido dentro del equipo, excluyendo el espacio de cabeza. Este tipo de recipiente permite la separación líquido/sólido inicial, extracción, y filtración del extracto final sin abrir el recipiente. Este recipiente debe tener un volumen interno de 500 a 600 mL, y estar equipado para acomodar un filtro de 90 a 110 mm. El recipiente contiene empaques de VITON los cuales deben ser reemplazados frecuentemente. En el Anexo 4 se presentan los recipientes ZHE conocidos por la EPA.  
Para que el ZHE sea aceptado, el pistón interno debe ser capaz de moverse aproximadamente a 15 psi o menos. Si se requiere más presión los empaques deben ser reemplazados, si con esto no se resuelve el problema, el ZHE no se acepta para el análisis de SPLP y el fabricante debe ser contactado.  
Después de cada extracción debe verificarse que no presente fugas, si el equipo tiene un medidor de presión, se debe presurizar hasta 50 psi, dejar quieto por 1 hora, sumergir en agua y verificar la presencia de burbujas de aire escapando de cualquier accesorio. Si se pierde la presión verificar todos los accesorios e inspeccionar y reemplazar los empaques, si es necesario. Reensayar el mecanismo. Si los problemas de fugas no se pueden resolver, se debe contactar al fabricante.
  - Recipientes de extracción de botella  
Si se va a evaluar compuestos no-volátiles en el desecho, se requiere un contenedor con suficiente capacidad para retener la muestra y el fluido de extracción. En éste se permite espacio de cabeza.  
Las botellas de extracción pueden ser de diferentes materiales, dependiendo de los analitos a ser analizados y la naturaleza del desecho. Se recomienda usar botellas de vidrio, botellas plásticas de politetrafluoroetileno (PTFE) cuando se va a analizar tanto compuestos inorgánicos y orgánicos. Si solo se van a analizar metales se pueden usar recipientes de polietileno de alta densidad (HDPE), polipropileno (PP) ó cloruro de polivinilo (PVC), y se recomiendan botellas de vidrio de borosilicato.
- Equipos de filtración (se recomienda que todas las filtraciones sean realizadas bajo campana de extracción)
  - Recipiente de extracción de cero espacio de cabeza ZHE  
Cuando se vayan a analizar compuestos volátiles se debe usar este equipo para la filtración. El equipo debe ser capaz de soportar y mantener en su lugar el papel de filtro fibra de vidrio y ser capaz de resistir la presión necesaria para lograr la separación (50 psi).

Cuando se sospeche que el papel filtro fibra de vidrio se ha roto, un papel filtro fibra de vidrio en línea puede ser usado para filtrar el material dentro del ZHE

- Bomba de vacío  
Puede solo ser usada para filtración de desechos con un bajo contenido de sólidos (<10%) y desechos altamente granulares, cuando se van a analizar compuestos no-volátiles. El equipo debe tener un volumen interno de 300 mL y permitir acomodar un papel filtro como mínimo de 47 mm (se recomiendan los retenedores de capacidad interna de 1,5 L o mayor y equipados para acomodar filtros de diámetro de 142 mm). En el anexo 4 se presentan algunos equipos conocidos de la EPA. Los materiales de los equipos pueden ser vidrio, PTFE, ó acero inoxidable; si solo se van a evaluar metales se acepta HDPE, PP ó PVC y se recomienda vidrio borosilicato.
- Equipos de filtración de presión positiva (capaces de alcanzar hasta 50 psi): se usan para desechos con alto contenido de sólidos (>10%). El equipo debe tener un volumen interno de 300 mL y permitir acomodar un papel filtro como mínimo de 47 mm (se recomiendan los retenedores de capacidad interna de 1,5 L o mayor y equipados para acomodar filtros de diámetro de 142 mm). En el Anexo 4 se presentan algunos equipos conocidos de la EPA. Los materiales de los equipos pueden ser vidrio, PTFE, ó acero inoxidable si solo se va evaluar metales se acepta HDPE, PP ó PVC, y se recomienda vidrio borosilicato.
- Papel filtro  
Fibra de vidrio de borosilicato con un tamaño de poro efectivo entre 0,6 a 0,8  $\mu\text{m}$ . Cuando se evalúa la movilidad de metales, los filtros deben ser enjuagados con ácido (enjuagar con ácido nítrico 1N seguido por tres enjuagues consecutivos de agua destilada desionizada, se recomienda como mínimo 1L) antes de usarse. Los filtros conocidos por la EPA se presentan en el Anexo 4.
- PHmetro  
Debe garantizar una exactitud de  $\pm 0,05$  unidades a 25°C
- Mecanismo de recolección del Extracto ZHE: bolsas Tedlar<sup>®</sup>, ó jeringas sello de gas de vidrio, acero inoxidable ó PTFE. Para la selección de éste tener en cuenta las siguientes especificaciones:
  - Si el desecho contiene una fase líquida acuosa o si el desecho no contiene una cantidad significativa de líquido no acuoso (< 1% del desecho total), se debe usar bolsa Tedlar<sup>®</sup> ó jeringa de 600 mL para recolectar y combinar el líquido inicial y el extracto del sólido.
  - Si el desecho contiene una cantidad significativa de líquido no acuoso en la fase líquida inicial (> 1% del desecho total), se puede usar jeringa o bolsa Tedlar<sup>®</sup> tanto para la separación líquido sólido inicial y el extracto de la filtración final. Sin embargo se debe usar una o la otra y no ambas.
  - Si el desecho no contiene fase líquida inicial (es 100% sólido) ó no tiene una fase sólida significativa (es 100% líquido, ó <0,5% de sólidos secos) se puede usar bolsa Tedlar<sup>®</sup> ó jeringa. Si se usa jeringa descartar los primeros 5 mL del líquido obtenidos del ZHE. Las demás alícuotas son usadas para el análisis.
- Mecanismo de transferencia del fluido de extracción al ZHE: cualquier dispositivo capaz de transferir el fluido de extracción dentro del ZHE sin cambiar la naturaleza de éste (por ejemplo una bomba peristáltica o de desplazamiento positivo, un jeringa con sello, unidad de filtración de presión u otro mecanismo).
- Balanza de laboratorio: que garantice una exactitud de  $\pm 0,01$  g.
- Vaso de precipitado ó erlenmeyer de vidrio de 500 mL
- Vidrio de reloj, de un diámetro apropiado para cubrir el vaso o erlenmeyer
- Agitador magnético
- Estufa o plancha de calentamiento.
- Centrifuga (opcional como ayuda de filtración)

## V. REACTIVOS

Todos los reactivos que se deben utilizar son grado reactivo a menos que se mencione explícitamente otro grado.

- Agua grado reactivo: para analitos no-volátiles agua Tipo II ASTM ó equivalente. Para extracciones de compuestos volátiles se recomienda que el agua grado reactivo sea generada al pasar agua potable a través de un filtro de cama de carbón activado

conteniendo alrededor de 500 gramos de éste; ó con un sistema de purificación (Millipore Super-Q ó equivalente); ó por ebullición de agua por 15 minutos, después y mientras se mantiene a  $90 \pm 5^\circ\text{C}$  burbujear un gas inerte libre de contaminantes (p.ej. nitrógeno) por 1 hora, mientras esta caliente transferir a una botella de boca angosta sin espacio de cabeza y sellar con septa de teflón y tapar.

- Acido Sulfúrico/Nítrico (Mezcla en porcentaje de peso 60/40). Cautelosamente mezclar 60 g de ácido sulfúrico concentrado con 40 g de ácido nítrico concentrado. Si se prefiere, se puede preparar con una mezcla de ácidos  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HNO}_3$  más diluidos lo cual hace más fácil el ajuste del pH en los fluidos de extracción.
- Fluidos de extracción
  - Fluido de extracción No.1.  
Adicionar la mezcla de la mezcla de ácidos  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HNO}_3$  60/40 en porcentaje a peso a agua grado reactivo hasta un pH de  $4,20 \pm 0,05$ . Este fluido es usado para determinar el grado de lixiviación de desechos<sup>38</sup>.
  - Fluido de extracción No. 2.  
Este fluido no se utiliza para ensayo de lixiviado de desechos.
  - Fluido de Extracción No. 3.  
Este fluido es agua grado reactivo y es usada para determinar el grado de lixiviación de cianuro y compuestos volátiles<sup>39</sup>.
- Estándares analíticos: preparados de acuerdo al método analítico apropiado.

## VI. PROCEDIMIENTO

### VI-i. Evaluaciones preliminares

Se requiere una alícuota del desecho mínimo de 100 gramos. Esta no se utilizará para obtener el extracto SPLP.

#### VI-i.1. Determinación preliminar del porcentaje de sólidos

Este es definido como la fracción de la muestra de la cual no se puede forzar a salir más líquido por la presión aplicada, siguiendo el procedimiento descrito a continuación.

- Para desechos 100% sólidos ir al punto 3 ensayo preliminar de reducción de tamaño.
- Si la muestra es líquida o de múltiples fases, se requiere hacer una separación líquido/sólido.
  - Prepesar el filtro y el envase que recibirán el líquido filtrado
  - Ensamblar el equipo de filtración y el filtro. Colocar el filtro sobre el soporte y asegurar.
  - Pesar una alícuota del desecho y registrar el peso (mínimo 100 g).
  - Permitir que la fase sólida se asiente. Si el desecho se sedimenta muy lentamente este puede ser centrifugado antes de la filtración. La centrifugación debe ser usada únicamente como una ayuda de filtración, si se usa, el líquido debe ser decantado y filtrado, y después filtrar la porción sólida a través del mismo sistema de filtración.
  - Cuantitativamente transferir la muestra del desecho al retenedor del filtro (fase líquida y sólida). Dispersar la muestra del desecho uniformemente sobre la superficie del filtro.
  - Gradualmente aplicar vacío ó presión de 1 a 10 psi, hasta que aire o gas presurizado se mueva a través del filtro, si esto no se alcanza a los 10 psi y/ó si no se observa el paso de líquido en un periodo de 2 minutos, lentamente incrementar la presión en incrementos de 10 psi hasta un máximo de 50 psi. Cuando el gas presurizado comienza a moverse a través del filtro, o cuando el flujo del líquido ha cesado a 50 psi se detiene la filtración.
  - El material retenido en el filtro es definido como la fase sólida del desecho y el filtrado como la fase líquida<sup>40</sup>.

<sup>38</sup> Las soluciones no son buffer y puede que no se obtenga el pH exacto.

<sup>39</sup> Se deben verificar impurezas de estos fluidos frecuentemente. El pH debe ser chequeado. Si no cumplen con las especificaciones de pH y presenta muchas impurezas el fluido debe ser descartado y prepara una fresco.

<sup>40</sup> Algunos desechos, como los desechos aceitosos y algunos desechos de pinturas, contienen material que parece ser líquido y que después de filtrar por vacío ó presión este líquido no filtra. En este caso el material dentro del equipo de filtración es definido como la fase sólida. No se debe reemplazar el filtro original bajo ninguna circunstancia por un filtro nuevo. Usar solo un filtro.

- Determinar el peso de la fase líquida restando el peso del erlenmeyer vacío, del peso del erlenmeyer lleno con el filtrado después de la filtración.
- Determinar el peso de la fase sólida de la muestra restando el peso de la fase líquida del peso total de la muestra, registrado anteriormente.
- Registrar el peso de las fases líquida y sólida. Calcular el % de sólidos (%S) como sigue:

$$\% \text{solidos} = \frac{W_s}{W_t} * 100\%$$

donde,

$W_s$  = Peso sólido

$W_t$  = Peso total de la muestra

- Si el porcentaje de sólidos es menor de 0,5%, proceder al ensayo para no-volátiles y volátiles donde el filtrado será el extracto SPLP.
- En el caso en el que el porcentaje de sólidos sea mayor a 0,5% y se observe que una pequeña cantidad del filtrado esta contiene agua en el filtro seguir con la determinación del porcentaje de sólidos secos, si no se observa esa pequeña cantidad de humedad pasar a la determinación de reducción de tamaño.

#### VI-i.2. Determinación del porcentaje de sólidos secos

- Remover la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.
- Secar la fase sólida y el filtro a  $100 \pm 20^\circ\text{C}$ , hasta peso constante (hasta que dos mediciones sucesivas produzcan el mismo valor dentro de  $\pm 1\%$ ), registrar el peso final
- Calcular el porcentaje de sólidos secos con la siguiente ecuación.

$$\% \text{solidos secos} = \frac{W_s - \text{peso inicial del filtro}}{W_t} * 100\%$$

donde,

$W_s$  = Peso del filtro y del desecho seco

$W_t$  = Peso inicial del desecho

- Si el porcentaje de sólidos secos es menor de 0,5%, entonces proceder al ensayo para no-volátiles y volátiles.
- Si el porcentaje de sólidos secos es mayor a 0,5% y si se va a realizar extracción para compuestos no-volátiles iniciar el ensayo preliminar 1 con una porción fresca del desecho para determinar si se requiere reducción de tamaño de partícula, si solo se va a realizar extracción para volátiles seguir con el procedimiento para determinación del fluido de extracción.

#### VI-i.3. Determinación si el desecho requiere reducción de tamaño de partículas

Para desechos con un porcentaje de sólidos  $\geq 0.5\%$  o un desecho 100% sólido se debe evaluar si este requiere reducción de tamaño de partículas. Este se requiere cuando los sólidos tienen un área superficial por gramo de material igual o mayor de  $3,1 \text{ cm}^2$ , ó si los sólidos presentan un tamaño mayor de 0,95 cm en su menor dimensión. Se puede realizar la evaluación a la vista, ó en el caso de tener dudas pasar la fase sólida a través de un tamiz estándar de 9,5 mm (0,375 pulgadas), si quedan partículas retenidas se requiere que a la fase sólida de la muestra en el ensayo se le haga reducción de tamaño de partícula machacándola, cortándola, moliéndola hasta llegar al área superficial o tamaño requerido

#### VI-i.4. Determinación del fluido apropiado para la extracción

- Para desechos, usar el fluido de extracción No.1
- Para desechos conteniendo cianuro usar el fluido de extracción No.3 (agua grado reactivo), ya que la lixiviación de muestras conteniendo cianuro bajo condiciones acidas puede resultar en la formación de gas de cianuro de hidrógeno.

## VI-ii. Ensayo

### VI-ii.1. Procedimiento para extracción de compuestos no-volátiles

Se requiere un tamaño de muestra como mínimo de 100 gramos (de fase sólida y líquida). En algunos casos, puede ser apropiado una gran cantidad de muestra, dependiendo del contenido de sólidos, de si la fase líquida inicial es miscible con el extracto de la fase sólida, y de la cantidad de analitos de interés (inorgánicos, compuestos orgánicos semi volátiles, pesticidas y herbicidas). En estos casos se requiere de bastantes sólidos para generar suficiente volumen de extracto SPLP, si la cantidad de extracto generado en una extracción no es suficiente, se requerirá más de una extracción y los extractos deben ser combinados y de este obtener alícuotas para los diferentes análisis. Si el desecho es 100% sólido pesar una sub muestra del desecho, realizar reducción de tamaño si se requiere, y luego pasar a la etapa de extracción con el fluido seleccionado.

#### VI-ii.1.1. Filtración

Si las muestras son líquidas o de múltiples fases, se requiere separación líquido sólido.

- Pesar recipiente que recibirá el filtrado
- Ensamblar el equipo de filtración. Colocar el filtro sobre el soporte y asegurar. Enjuagar el filtro con ácido si se va a evaluar la movilidad de metales<sup>41</sup>.
- Pesar una alícuota del desecho y registrar el peso (mínimo 100 g).
- Permitir que la fase sólida se asiente. Si el desecho se sedimenta muy lentamente, estos pueden ser centrifugados antes de la filtración. La centrifugación puede ser usada solo como una ayuda de filtración, si esta se usa el líquido debe ser decantado y filtrado y luego la porción sólida a través del mismo sistema de filtración.
- Cuantitativamente transferir la muestra del desecho al retenedor del filtro (fase líquida y sólida). Dispersar la muestra del desecho uniformemente sobre la superficie del filtro<sup>42</sup>.
- Para muestras con un porcentaje de sólidos < 10% se puede usar bomba de vacío, para las que presentan un mayor contenido de sólidos se debe usar una bomba de presión positiva. Gradualmente aplicar vacío ó presión de 1 a 10 psi, hasta que aire o gas presurizado se mueva a través del filtro, si esto no se alcanza a los 10 psi y si no se observa el paso de líquido en un periodo de 2 minutos, lentamente incrementar la presión en incrementos de 10 psi hasta un máximo de 50 psi. Cuando el gas presurizado comienza a moverse a través del filtro, o cuando el flujo del líquido ha cesado a 50 psi se detiene la filtración<sup>43</sup>.
- El material retenido en el filtro es definido como la fase sólida del desecho y el filtrado como la fase líquida<sup>44</sup>.
- Determinar el peso de la fase líquida restando el peso del erlenmeyer vacío, del peso del erlenmeyer lleno con el filtrado después de la filtración.
- El filtrado puede ser analizado ó almacenado a 4°C hasta el momento del análisis.
- Si el desecho contiene < 0,5% de sólidos secos, el filtrado se define como el “Extracto SPLP”. Si el desecho contiene > 0,5% de sólidos secos, se debe almacenar ó analizar la fase líquida y la fase sólida se le debe realizar el proceso de extracción después del de reducción de tamaño (si lo requiere acorde a las pruebas preliminares).

<sup>41</sup> Filtros enjuagados con ácido pueden ser usados para todas las extracciones de compuestos no-volátiles aun cuando los metales no sean de interés.

<sup>42</sup> Si el desecho (> 1% del peso de la muestra original) se ha adherido al contenedor usado para transferir la muestra al aparato de filtración, se debe determinar el peso de éste residuo y restarlo del peso de la muestra para determinar el peso de la muestra que será filtrada.

<sup>43</sup> La aplicación instantánea de alta presión puede degradar el filtro de fibra de vidrio y puede causar obstrucción prematura.

<sup>44</sup> Para algunos desechos, como los desechos aceitosos y algunos desechos de pinturas, contienen material que parece ser líquido y que después de filtrar por vacío ó presión este líquido no filtra. En este caso el material dentro del equipo de filtración es definido como la fase sólida. No se debe reemplazar el filtro original bajo ninguna circunstancia por un filtro nuevo. Usar solo un filtro.

#### VI-ii.1.2. Reducción de tamaño fase sólida

Este proceso se aplica si la fase sólida requiere reducción de tamaño con base en las pruebas preliminares. Toda la fase sólida debe ser preparada machacando, cortando, moliendo hasta lograr las condiciones de tamaño de partícula.

#### VI-ii.1.3. Extracción de la fase sólida

Para desechos con > 0,5% de sólidos secos, y que no requieran reducción de tamaño de sólidos:

- Transferir cuantitativamente la fase sólida al contenedor de extracción junto con el filtro usado en la separación líquido sólido.

Para desechos con > 0.5% de sólidos secos que requieren reducción de tamaño de partículas:

- Transferir cuantitativamente la fase sólida después de la reducción de tamaño al contenedor de extracción junto con el filtro usado en la separación líquido sólido.
- Determinar la cantidad del fluido de extracción requerido para la extracción por la siguiente fórmula.

$$\text{Peso fluido de extracción} = \frac{20 \times \%S \times Wf}{100}$$

donde,

%S = porcentaje de sólidos determinado en el ensayo preliminar 1 Determinación preliminar del porcentaje de sólidos.

Wf = peso del desecho filtrado inicial ó peso de la muestra total para 100% sólidos.

- Lentamente adicionar esta cantidad al contenedor de extracción, cerrar de forma ajustada (se recomienda usar tapas de teflón para asegurar el sello) y asegurar en el mecanismo de agitación rotatorio.
- Se debe realizar el proceso de extracción con un blanco como mínimo para cada 20 extracciones que se realicen en el recipiente de extracción.
- Rotar a  $30 \pm 2$  rpm por  $18 \pm 2$  horas, la temperatura del laboratorio donde se realiza la extracción debe mantenerse a  $23 \pm 2$  °C durante este periodo<sup>45</sup>.
- Después de las  $18 \pm 2$  horas de extracción, separar el material dentro del recipiente de extracción en sus componentes fases líquida y sólida por filtración a través de un nuevo filtro de fibra de vidrio (en este caso por bomba de vacío). En esta filtración final el papel de fibra de vidrio puede ser cambiado, si se requiere para facilitar la filtración. Los filtros deben ser enjuagados con ácido si se va a evaluar la movilidad de los metales.

#### VI-ii.1.4. Extracto SPLP

- Si el desecho no contenía fase líquida inicial, el líquido filtrado después de 1.3 es el “Extracto SPLP”.
- Si el desecho contiene fase líquida y sólidos <0,5% el filtrado obtenido en 1.1 Filtración es el “Extracto SPLP”
- Si el desecho contiene fase líquida y sólidos > 0,5%, verificar si el líquido obtenido en 1.1 Filtración “fase líquida” y el filtrado en 1.3. Extracción de la fase sólida son compatibles, combínelos y este el “Extracto SPLP”. Si no lo son registrar el volumen de cada uno y analizarlos por separado. Ambos son “Extracto SPLP” y al final combinar matemáticamente sus resultados:

<sup>45</sup> Durante la agitación, se puede acumular presión dentro de las botellas de extracción con algunos desechos (p.e. carbonatos de calcio, cal, pueden generar gases tales como dióxido de carbono). Para liberar la presión excesiva, las botellas del extractor pueden ser abiertas periódicamente (p.e. después de 15 minutos, 30 minutos, y 1 hora) y venteadas dentro de una cabina de extracción.

$$\text{Concentración final del analito} = \frac{V_1 C_1 + V_2 C_2}{V_1 + V_2}$$

donde,

$V_1$  = Volumen primera fase

$C_1$  = Concentración primera fase

$V_2$  = Volumen segunda fase

$C_2$  = Concentración segunda fase

- Registrar el pH del Extracto inmediatamente después de su colección, tomar alícuotas para los diferentes análisis a realizar y preservar para su posterior análisis.
- Las alícuotas para metales deben ser acidificadas con  $\text{HNO}_3$  a  $\text{pH} < 2$ . (si se observa precipitación tomar otra alícuota para análisis de metales, no acidificar, refrigerar a  $4^\circ\text{C}$  y analizar lo antes posible). Estas alícuotas deben ser digeridas en ácido excepto en aquellas circunstancias donde la digestión causa pérdidas de analitos metálicos. Si un análisis de un extracto sin digerir muestra que la concentración del analito metálico regulado excede el nivel regulatorio, el desecho se clasifica como peligroso y no se requiere digestión del extracto. Sin embargo los datos de extractos sin digerir no pueden ser usados para demostrar que el desecho no es peligroso.
- Las otras alícuotas deben ser almacenadas bajo refrigeración  $4^\circ\text{C}$  hasta su análisis.
- El extracto SPLP debe ser preparado y analizado acorde al método analítico apropiado.

#### VI-ii.2. Procedimiento para extracción de compuestos volátiles

Para obtener el extracto SPLP para compuestos volátiles solo se debe usar el dispositivo ZHE. El extracto obtenido del uso de este equipo no debe ser usado para evaluar la movilidad de analitos no volátiles (p.e. metales, pesticidas, etc).

El equipo ZHE tiene aproximadamente 500 mL de capacidad interna. De esta forma puede acomodar como máximo 25 gramos de sólidos (definidos como la fracción de muestra para la cual no se puede forzar fuera líquido adicional al aplicar una presión de 50 psi), debido a la necesidad de adicionar una cantidad de fluido de extracción igual a 20 veces el peso de la fase sólida.

#### Recomendaciones

- Cargar el ZHE con la muestra solo una vez y no abrir el equipo hasta que se haya recolectado el extracto final. No se permite el rellenar el ZHE para obtener 25 gramos de sólidos. No permitir que el desecho, la fase líquida inicial ó el extracto estén expuestos a la atmósfera por más del tiempo que sea absolutamente necesario. Cualquier manipulación de estos materiales debe ser hecha cuando estén fríos  $4^\circ\text{C}$  para minimizar las pérdidas de volátiles.
- Si el desecho es 100% sólido pesar una sub-muestra de 25 gramos como máximo del desecho, registrar el peso y proceder con la preparación del equipo y materiales, en este caso no se requiere del paso de filtración de la fase líquida inicial.
- Si el desecho contiene  $< 0,5\%$  de sólidos secos la porción líquida del desecho, después de la filtración, se define como el extracto SPLP. Se debe filtrar bastante muestra de forma que la cantidad de líquido filtrado sea suficiente para todos los análisis de compuestos volátiles requeridos.
- Para desechos conteniendo  $\geq 0,5\%$  de sólidos secos, usar la información del porcentaje de sólidos para determinar la cantidad de muestra óptima para cargar dentro del ZHE. Los tamaños de muestra recomendados son los siguientes:
  - Para desechos conteniendo  $< 5\%$  de sólidos, pesar 500 gramos de sub-muestra y registrar el peso.
  - Para desechos conteniendo  $\geq 5\%$  de sólidos, determinar la cantidad de desecho a cargar dentro del ZHE como sigue:

$$\text{Peso del desecho a cargar en el ZHE} = \frac{25}{\% \text{ Sólidos}} \times 100$$

Pesar la sub-muestra del desecho del tamaño apropiado y registrar el peso.

- Si se requiere reducción de tamaño de partícula de la porción sólida del desecho, preparar el desecho para la extracción machacando, cortando ó moliendo la porción sólida del desecho a un área superficial o tamaño de partícula requerido. El desecho y el equipo de reducción apropiado deben ser refrigerados si es posible a 4°C antes de la reducción de tamaño de partícula. El equipo ó medio usado para reducir el tamaño de las partículas no debe generar calor interna ó externa. Si se requiere reducción de la fase sólida, la exposición del desecho a la atmósfera debe ser evitada en la medida de lo posible<sup>46</sup>.
- Para desechos lodosos no es necesario permitir la estanqueidad para que la fase sólida se sedimente. No se debe centrifugar los desechos antes de la filtración.
- Se debe analizar como mínimo de un blanco usando el fluido de extracción No.1 cada 20 extracciones que se realicen.

#### **VI-ii.2.1. Preparación del Equipo y Materiales del ZHE**

- Pre-pesar el contenedor de recolección del filtrado (el cual puede ser bolsa Tedlar® o jeringa dependiendo de las características del desecho como se mencionó en el numeral IV (Equipos y Materiales).
- Colocar el pistón del ZHE dentro del cuerpo del equipo (puede ser de ayuda primero humedecer el empaque del pistón con el fluido de extracción). Ajustar el pistón dentro del cuerpo del ZHE hasta una altura en la cual se minimice la distancia que el pistón tenga que moverse una vez el ZHE este cargado con la muestra (basado sobre los requerimientos de tamaño de la muestra). Asegurar el flanche de entrada/salida del gas (fondo del flanche) sobre el cuerpo del ZHE de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Asegurar el filtro fibra de vidrio entre las pantallas de soporte y el lado. Fijar el flanche de entrada/salida del líquido (arriba de la pestaña) a un lado.
- Pesar la cantidad de muestra requerida para el análisis de acuerdo a las recomendaciones anteriores.
- Transferir cuantitativamente la muestra completa (fase líquida y sólida) lentamente al ZHE. Asegurar todos los accesorios y colocar el mecanismo en posición vertical (flanchede entrada/salida del gas en el fondo). No atar el dispositivo de recolección del extracto al plato superior. Si el material de desecho (>1% del peso de la muestra original) está adherido al contenedor usado para transferir la muestra al ZHE, determinar el peso de este residuo y restarlo del peso de la muestra para determinar el peso del desecho que será filtrado.
- Conectar la línea de gas de la válvula de entrada/salida de gas (flanchede inferior) y con la válvula de entrada/salida del líquido abierta, comenzar a aplicar lentamente presión de 1 a 10 psi (ó mas si es necesario) para forzar todo el headspace lentamente fuera del mecanismo de ZHE bajo una cabina. Con la primera aparición de líquido de la válvula de entrada/salida de líquido, rápidamente cerrar la válvula y dejar de aplicar presión. Si la filtración del desecho a 4°C reduce la cantidad de líquido comparado con la cantidad de líquido a temperatura de cuarto, se debe permitir que la muestra se caliente hasta temperatura de cuarto en el equipo antes de la filtración. Si el desecho es 100% sólido, lentamente incrementar la presión hasta un máximo de 50 psi para forzar más del headspace fuera del equipo.

#### **VI-ii.2.2. Filtración fase líquida inicial**

- Atar el dispositivo de recolección del filtrado pre-pesado a la válvula de entrada/salida de líquido y abrir la válvula. Comenzar a aplicar lentamente presión de 1 a 10 psi para forzar a la fase líquida de la muestra dentro del dispositivo. Si no se observa líquido adicional pasar a través del filtro en un periodo de 2 minutos, lentamente incrementar la presión en incrementos de 10 psi hasta un máximo de 50 psi. Después de cada incremento de 10 psi, si no se observa líquido adicional pasar a través del filtro en un periodo de 2 minutos, proceder al próximo incremento de 10 psi. Cuando el flujo del

---

<sup>46</sup> No se recomienda tamizar los desechos debido a la posibilidad de que los compuestos volátiles puedan perderse. Se recomienda como una alternativa aceptable el uso de una regla apropiadamente graduada. Requerimientos de área superficial aplican para desechos filamentosos (p.e. papel, ropa) y materiales de desecho similares. No se recomiendan las mediciones de área superficial actualmente.



líquido ha cesado tal que la filtración a 50 psi no resulta en filtrado adicional en 2 minutos se debe parar la filtración. Cerrar la válvula de entrada/salida del líquido, descargar la presión del pistón y desconectar y pesar el dispositivo de recolección del filtrado<sup>47</sup>.

- El material en el ZHE se define como la fase sólida del desecho y el filtrado es definido como la fase líquida. La fase líquida puede ser analizada inmediatamente ó almacenada a 4°C bajo condiciones de mínimo headspace hasta el momento de análisis<sup>48</sup>.

#### VI-ii. 2.3. Determinación de la Cantidad de Fluido de Extracción

- Determinar el peso del fluido de extracción No.3 para adicionar al equipo ZHE de la siguiente forma:

$$\text{Peso del fluido de extracción} = \frac{20 \times \% \text{Sólidos} \times \text{Pesode sechofiltrado}}{100}$$

#### VI-ii.2.4. Llenado del equipo con el fluido de extracción

- Con el ZHE en posición vertical, unir una línea del contenedor del fluido de extracción a la válvula de entrada/salida de líquido. La línea usada debe contener fluido de extracción fresco y debe ser prenivelado con el fluido para eliminar cualquier burbuja de aire en la línea. Liberar la presión de gas sobre el pistón del ZHE (desde la válvula de entrada/salida del gas), abrir la válvula de entrada/salida del líquido y comenzar la transferencia del fluido de extracción (por bombeo o un medio similar) dentro del ZHE. Continuar con el bombeo hasta que la cantidad apropiada del fluido sea introducida.
- Inmediatamente después de que ha sido adicionado el fluido de extracción cerrar la válvula de entrada/salida de líquido y desconectar la línea del fluido de extracción. Verificar el ZHE para asegurar que todas las válvulas están en sus posiciones de cerrado. Manualmente rotar el equipo con 2 ó 3 veces. Reposicionar el ZHE en la posición vertical con la válvula de entrada/salida del líquido hacia arriba. Presurizar el ZHE a 5 – 10 psi (si es necesario) y lentamente abrir la válvula de entrada/salida del líquido para dejar salir cualquier headspace (dentro de una cabina) que pudo haberse introducido debido a la adición del fluido de extracción. Esta abertura debe hacerse rápidamente y debe parar con la primera aparición de líquido en la válvula. Represurizar el ZHE de 5 a 10 psi y verificar que todos los accesorios del ZHE para asegurar que están cerrados.

#### VI-ii.2.5. Proceso de extracción

- Localizar el ZHE en el aparato de agitación rotatorio y rotar a  $30 \pm 2$  rpm por  $18 \pm 2$  horas. La temperatura ambiente (p.e. temperatura del cuarto en el cual se realiza la extracción) debe mantenerse a  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  durante la agitación.
- Finalizado el periodo de agitación de  $18 \pm 2$  horas, verificar la presión dentro del pistón del ZHE rápidamente abriendo y cerrando la válvula de entrada/salida del gas y notar el escape de gas. Si la presión no se ha mantenido (p.e. no se observa liberación de gas), el equipo presenta una fuga. Se debe realizar el proceso de verificación de fugas presentado en el numeral de Equipos y Materiales, y realizar el proceso de extracción de nuevo con una nueva muestra del desecho. Si la presión dentro del equipo se ha mantenido, el material en el recipiente de extracción es separado en sus fases líquida y sólida.

<sup>47</sup> La aplicación instantánea de alta presión puede degradar el filtro fibra de vidrio y puede causar obstrucción prematura.

<sup>48</sup> Para algunos desechos, como los desechos aceitosos y algunos desechos de pinturas, contienen material que parece ser líquido y que después de filtrar por presión este líquido no filtra. En este caso el material dentro del equipo de filtración es definido como la fase sólida. No se debe reemplazar el filtro original bajo ninguna circunstancia por un filtro nuevo. Usar solo un filtro.

#### VI-ii.2.6. Filtración del extracto

- Filtrar a través del filtro de fibra de vidrio, usando el mismo proceso de filtración discutido anteriormente para ZHE de la fase líquida inicial. Si el desecho contenía una fase líquida inicial, el líquido puede ser filtrado directamente dentro del mismo dispositivo de recolección de filtrado que contenía la fase líquida inicial del desecho. Si la combinación de fluidos puede crear múltiples fases debe usarse un dispositivo de recolección de filtrado separado, ó si no hay suficiente volumen dentro del dispositivo de recolección de filtrado.
- Todo el extracto debe ser filtrado y recolectado en los casos en los cuales se usa bolsa Tedlar®, si el extracto es de múltiples fases, ó si el desecho contenía una fase líquida inicial.

#### VI-ii.3. Extractos SPLP

- Si el desecho original no contenía una fase líquida inicial el líquido filtrado del extracto es definido como el Extracto SPLP.
- Si el desecho contenía una fase líquida inicial, el material líquido filtrado obtenido después del proceso de extracción y la fase líquida inicial se definen colectivamente como el Extracto SPLP.
- Si el desecho no contenía sólidos ó los sólidos secos eran <0,5 % la fase líquida inicial corresponde al Extracto SPLP.

#### Preparación de extracto para análisis

- Inmediatamente después de la recolección del extracto SPLP, preparar el extracto para análisis y almacenar con el mínimo espacio de cabeza a 4°C hasta su análisis. Se debe realizar el análisis del Extracto SPLP de acuerdo al método analítico apropiado (Ver Anexo 5).
- Si las fases individuales van a ser analizadas por separado (p.e. que no sean miscibles), determinar el volumen de las fases individuales (a 0,5 %), realizar los análisis por separado y combinar los resultados matemáticamente usando una promedio ponderado por volumen.

$$\text{Concentración final del analito} = \frac{V_1 C_1 + V_2 C_2}{V_1 + V_2}$$

donde,

$V_1$  = Volumen primera fase (L)

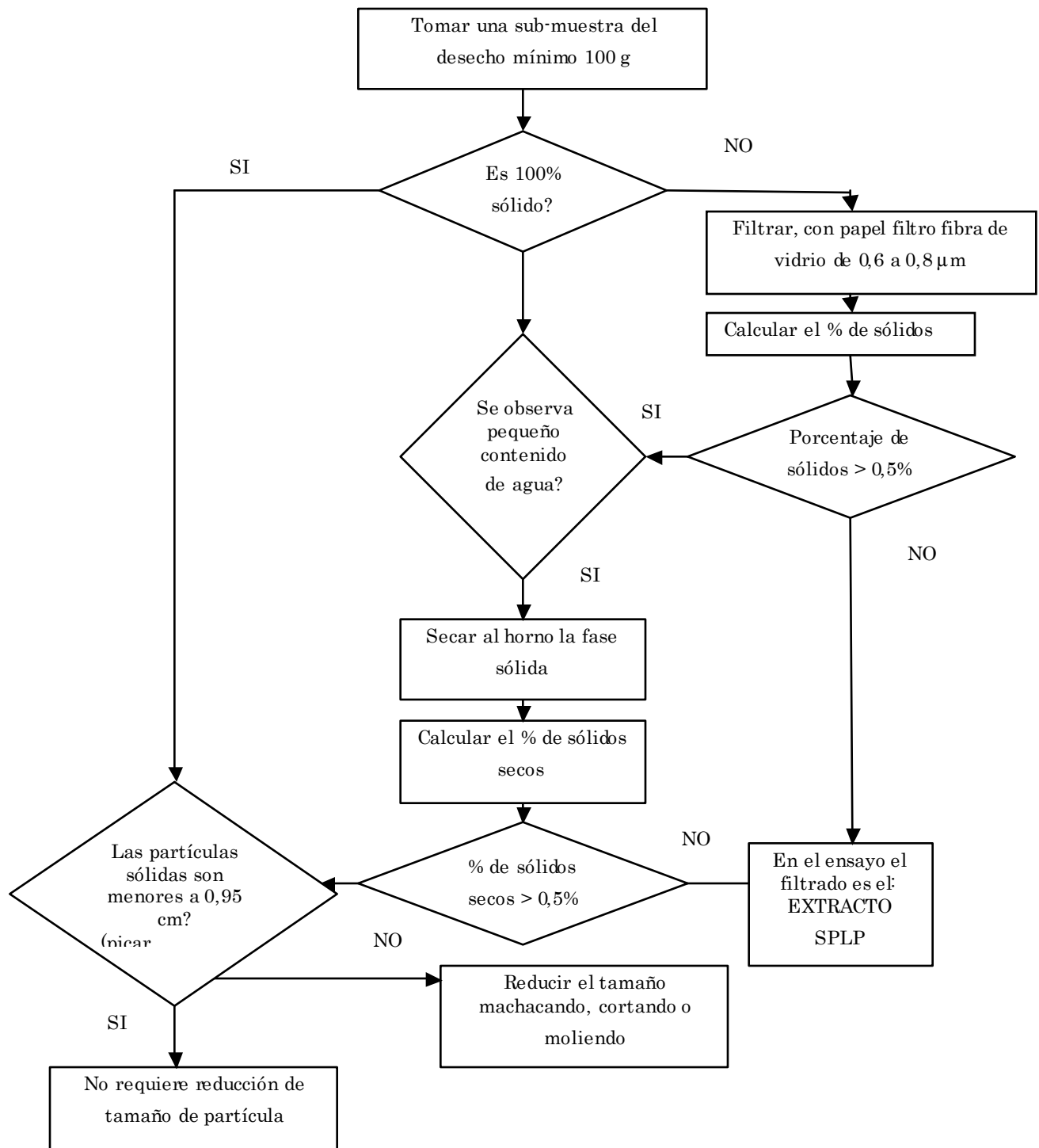
$C_1$  = Concentración del analito en la primera fase (mg/L)

$V_2$  = Volumen segunda fase (L)

$C_2$  = Concentración del analito en la segunda fase (mg/L)

## VII. RESULTADOS

Este método presenta el proceso de obtención del Extracto SPLP; obtenido este se deben realizar las determinaciones para cada analito de interés siguiendo los métodos analíticos adecuados (Anexo 5). Comparar las concentraciones de los analitos en el extracto TCLP con los niveles identificados en la regulación apropiada.



**Figura 6.3.** Diagrama de Flujo – Evaluaciones preliminares

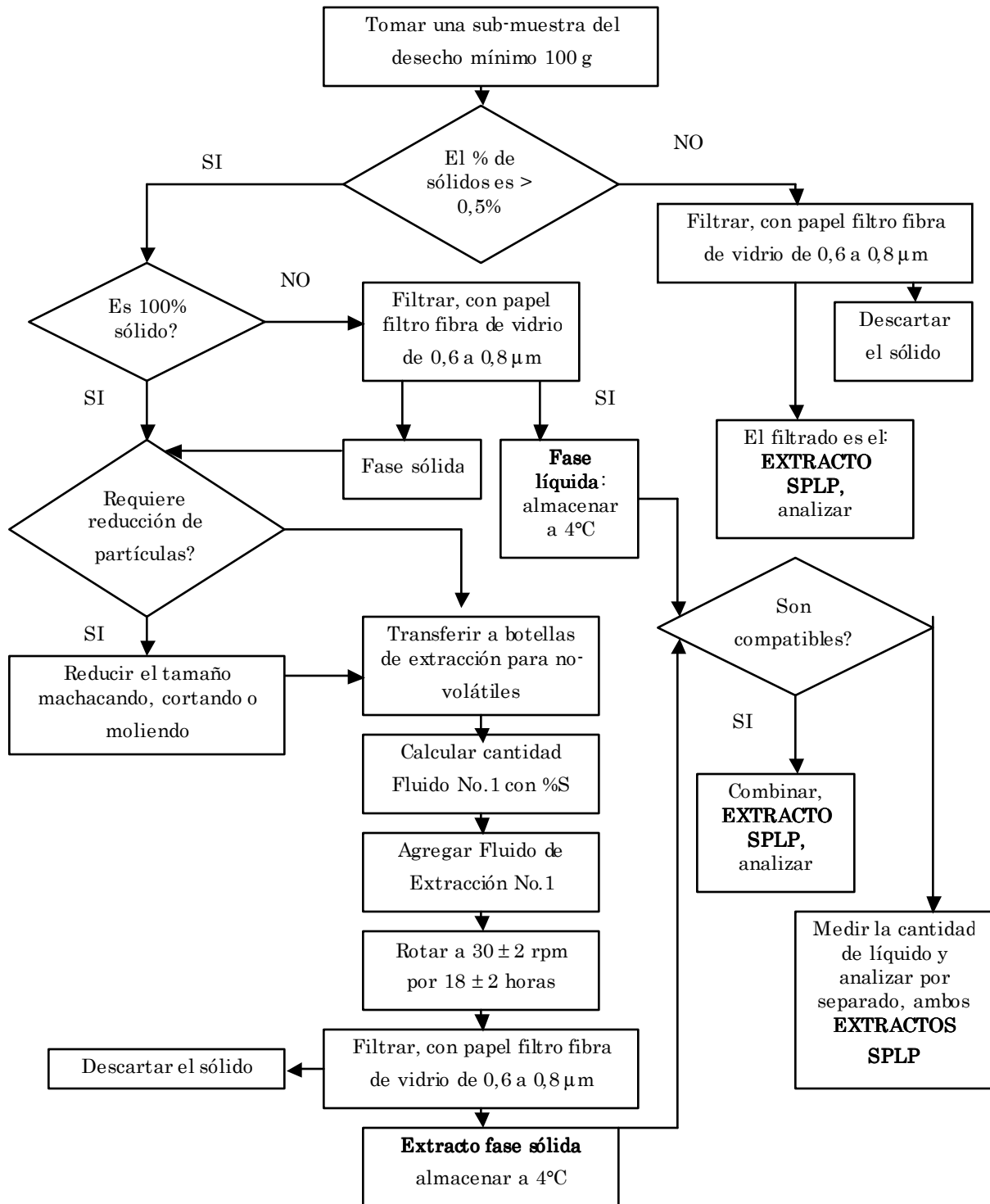


Figura 6.4. Diagrama de flujo – Ensayo para compuestos no-volátiles

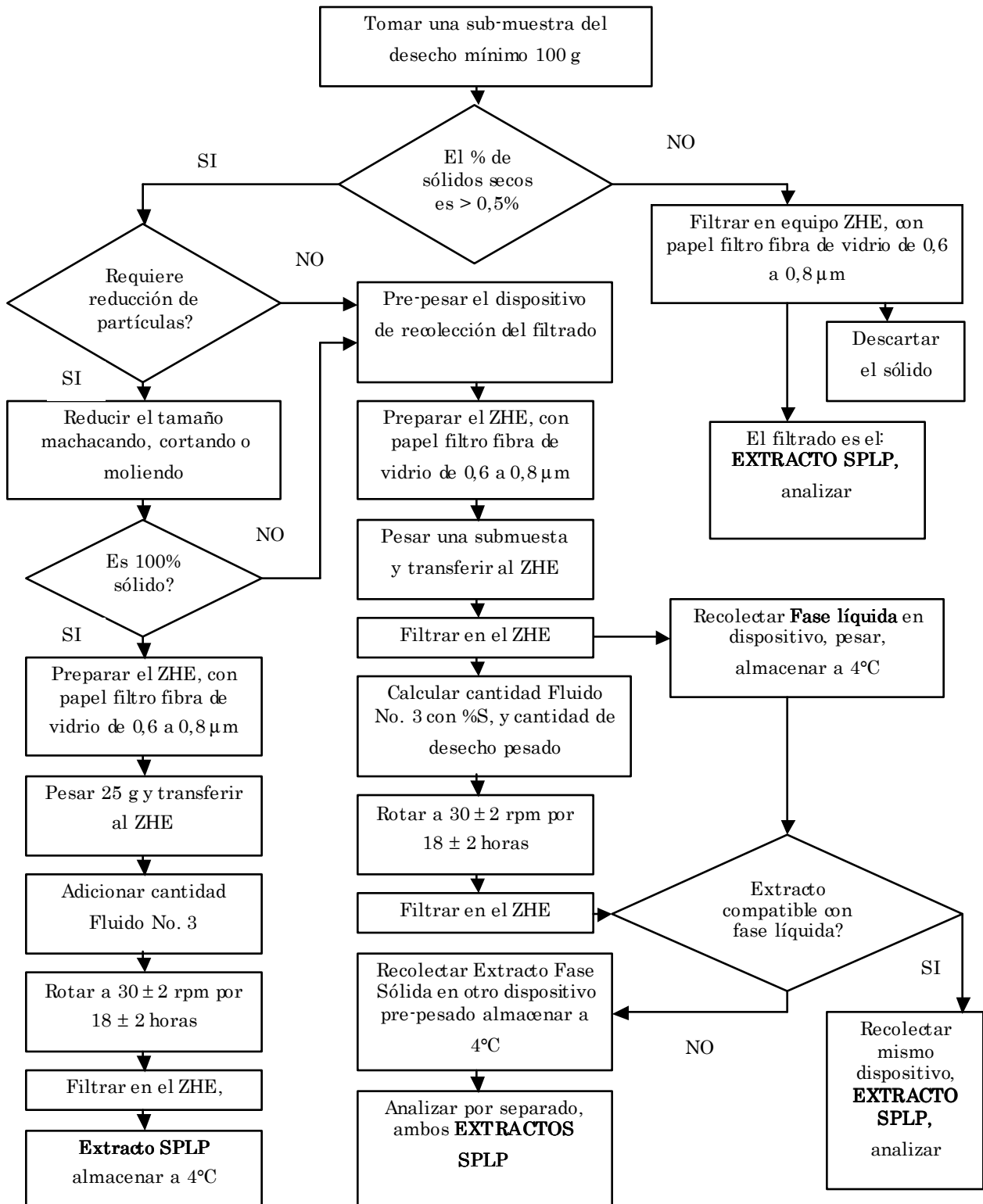


Figura 6.5. Diagrama de flujo – Ensayo para compuestos volátiles

## VIII ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

- Se debe analizar como mínimo un blanco (usando el mismo fluido de extracción usado para las muestras) cada 20 extracciones realizadas.
- Se debe realizar un ensayo con matriz dopada para cada tipo de desecho (p.e. lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales, suelos contaminados, etc) a menos que los resultados excedan el nivel regulatorio y los datos estén siendo usados únicamente para demostrar que el desecho excede el nivel regulatorio. Se requiere que como mínimo una matriz dopada sea analizada para cada bache de análisis. Como mínimo, siga la guía de adición para matriz estándar de cada método analítico.
  - Los dopajes a la matriz se adicionan después de la filtración del Extracto SPLP y antes de la preservación. Los dopajes no deben ser adicionados antes de la extracción de la muestra.

- En la mayoría de los casos, los dopajes deben ser adicionados a una concentración equivalente al nivel regulatorio correspondiente. Si la concentración del analito es menor que la mitad del nivel regulatorio, la concentración de dopaje puede ser tan bajo como la mitad de la concentración del analito, pero no debe ser menor que cinco veces el límite de detección del método. Para evitar diferencias en el efecto matriz, los dopajes deben ser adicionados al mismo volumen nominal del Extracto SPLP del que fue analizado en la matriz sin dopar.
- El propósito del dopaje es monitorear el comportamiento del método analítico usado, y determinar si existen interferencias de matriz. Cuando la recuperación de la matriz dopada es por debajo del comportamiento del método analítico esperado, se deben usar otros métodos de calibración interna, modificaciones de los métodos analíticos, ó uso de métodos analíticos alternativos de forma que se alcance una medición confiable de la concentración del analito.
- El porcentaje de recuperación de matrices dopadas son calculados por la siguiente formula:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{(X_s - X_u)}{K} 100$$

donde,

$X_s$  = valor medido para la muestra dopada

$X_u$  = valor medido para la muestra sin dopaje

$K$  = valor conocido de dopaje en la muestra

- Todos las mediciones de control de calidad descritos en los métodos analíticos apropiados se deben seguir.
- El uso de métodos de cuantificación de calibración interna deben ser empleados para contaminantes metálicos si, a) la recuperación del contaminante desde el extracto TCLP es menor de 50% y la concentración no excede el nivel regulatorio ó, b) la concentración del contaminante medido en el extracto esta dentro del 20% del nivel regulatorio apropiado.
  - El método de adiciones estándares debe ser empleado como un método de cuantificación de calibración interna para cada uno de los contaminantes metálicos.
  - El método de adiciones estándares requiere la preparación de estándares de calibración en la matriz de la muestra en vez de prepararlos en agua grado reactivo ó blanco de la solución. Se requiere tomar 4 alícuotas idénticas de la solución y adicionar cantidades conocidas de estándar a 3 de estas alícuotas. La cuarta alícuota es la desconocida. Preferiblemente, la primera adición debe ser preparada de forma tal que la concentración resultante sea aproximadamente el 50% de la concentración esperada de la muestra. La segunda y tercera adición deben ser preparadas de forma tal que las concentraciones sean aproximadamente el 100% y el 150% de la concentración esperada de la muestra. Las cuatro alícuotas son llevadas al mismo volumen final por adición de agua grado reactivo o una solución de blanco, y pueden necesitar ajuste de dilución para mantener la señal en el rango lineal de la técnica del instrumento. Se analizan las cuatro alícuotas.
  - Graficar la señal del instrumento ó concentración derivada de la calibración externa como la variable dependiente (eje y) versus la concentración de las adiciones de estándar como la variable independiente (eje x). Determinar el intercepto de la abcisa (variable independiente, eje x) la cual será la concentración desconocida.
  - Alternativamente, restar la señal del instrumento ó la concentración derivada de la calibración externa de la matriz desconocida de la señal ó concentración derivada de la calibración externa de las adiciones estándares. Graficar ó hacer una regresión lineal de la señal del instrumento corregido ó de la concentración derivada de la calibración externa corregida como variable dependiente versus la variable independiente. Calculara las concentraciones para las concentraciones desconocidas en la curva de calibración interna como si fuera una curva de calibración externa.

- La siguiente tabla presenta los periodos de tiempo de mantenimiento máximo de la muestra entre las diferentes etapas del procesamiento para el análisis de TCLP

Desde	Tiempo máximo de mantenimiento de muestra (días)				Tiempo total gastado
	Toma de muestra	Extracción	Preparación del extracto	Preparación del extracto	
Hasta	Extracción	Preparación del extracto	Análisis		
Compuestos volátiles	14	NA	14		28
Compuestos semi-volátiles	14	7	40		61
Mercurio	28	NA	28		56
Metales (Excepto mercurio)	180	NA	180		360

NA = No aplica

Si los tiempos de mantenimiento son excedidos, los valores obtenidos pueden ser considerados como concentraciones mínimas. Si se excede el tiempo de mantenimiento no es aceptable para establecer si el desecho no excede el nivel regulatorio. Si se excede el tiempo de mantenimiento no invalida la caracterización del desecho si este excede el nivel regulatorio.

## IX INFORMACION ESTADISTICA

### IX-i. Precisión

#### Compuestos orgánicos semi-volátiles y metales

En la siguiente tabla se presenta el resultados (EPA) de un suelo el cuales fue dopado con el fluido No.1. La concentración de los contaminantes lixiviados de los suelos fueron reproducibles dado por la moderada desviación estándar relativa (%SD) de las recuperaciones (en promedio 29% para los compuestos y elementos analizados).

Compuesto	Cantidad dopada (µg)	Cantidad recuperada (µg)*	% RSD
Semi-volátiles			
Bis(2-cloroetil)eter	1040	834	12,5
2- clomfenol	1620	1010	6,8
1,4 – didorobenceno	2000	344	12,3
1,2-diclorobenceno	8920	1010	8,0
2-metilfenol	3940	1860	7,7
Nitrobenceno	1010	812	10,0
2,4-dimetilfenol	1460	200	18,4
Hexaclorobutadieno	6300	95	12,9
Acenafteno	3640	210	8,1
2,4 –dinitrofenol	1300	896**	6,1
2,4- dinitrotolueno	1900	1150	5,4
Hexaclorobenceno	1840	3,7	12,0
Gamma BHC (Lindano)	7440	230	16,3
Beta BHC	640	35	13,3
Metales			
Plomo	5000	70	4,3
Cadmio	1000	387	2,3

\*Análisis triplicados

\*\* Análisis duplicados, un valor fue rechazado como un valor extremo con un 90% de nivel de confianza usando el ensayo Q Dixon

#### Compuestos orgánicos volátiles

Cuatro suelos diferentes fueron dopados y analizados. Los resultados se presentan en la siguiente tabla. Los suelos 1 y 2 eran suelos contaminados. Los suelos 3 y 4 eran mezclas de suelo con bajo contenido orgánico y dos diferentes lodos municipales. Las replicas de lixiviado de los suelos 3 y 4 presentaron menor precisión que los lixiviados de suelos contaminados.

Compuesto	Suelo 1		Suelo 2		Suelo 3		Suelo 4	
	%R	%RSD	%R	%RSD	%R	%RSD	%R	%RSD
Acetona	44	12.4	43.8	2.25	116.0	11.5	21.3	71.4
Acrilonitrilo	52.5	68.4	50.5	70.0	49.3	44.9	51.8	4.6
Benceno	47.8	8.29	34.8	16.3	49.8	36.7	33.4	41.1
1-butanol	55.5	2.91	49.2	14.6	65.5	37.2	73.0	13.9
Disulfuro de carbono	21.4	16.4	12.9	49.5	36.5	51.5	21.3	31.5
Tetracloruro de carbono	40.6	18.6	22.3	29.1	36.2	41.4	24.0	34.0
Clorobenceno	64.4	6.76	41.5	13.1	44.2	32.0	33.0	24.9
Cloroformo	61.3	8.04	54.8	16.4	61.8	29.1	45.8	38.6
1,2 - didoroetano	73.4	4.59	68.7	11.3	58.3	33.3	41.2	37.8
1,1 - didoroetano	31.4	14.5	22.9	39.3	32.0	54.4	16.8	26.4
Acetato de etilo	76.4	9.65	75.4	4.02	23.0	119.8	11.0	115.5
Etilbenceno	56.2	9.22	23.2	11.5	37.5	36.1	27.2	28.6
Etileter	48.0	16.4	55.1	9.72	37.3	31.2	42.0	17.6
Isobutanol	0.0	ND	0.0	ND	61.8	37.7	76.0	12.2
Cloruro de metileno	47.5	30.3	42.2	42.9	52.0	37.4	37.3	16.6
2- butanona	56.7	5.94	61.9	3.94	73.7	31.3	40.6	39.0
Metil isobutil cetona	81.1	10.3	88.9	2.99	58.3	32.6	39.8	40.3
1,1,1,2 - tetracloroetano	69.0	6.73	41.1	11.3	50.8	31.5	36.8	23.8
1,1,2,2 - tetracloroetano	85.3	7.04	58.9	4.15	64.0	25.7	53.6	15.8
Tetracloroetano	45.1	12.7	15.2	17.4	26.2	44.0	18.6	24.2
Tolueno	59.2	8.06	49.3	10.5	45.7	35.2	31.4	37.2
1,1,1 - tricloroetano	47.2	16.0	33.8	22.8	40.7	40.6	26.2	38.8
1,1,2 - tricloroetano	76.2	5.72	67.3	8.43	61.7	28.0	46.4	25.4
Tricloroetano	54.5	11.1	39.4	19.5	38.8	40.9	25.6	34.1
Triclorofluorometano	20.7	24.5	12.6	60.1	28.5	34.0	19.8	33.9
1,1,2 - triclorotrifluoroetano	18.1	26.7	6.95	58.0	21.5	67.8	15.3	24.8
Cloruro de vinilo	10.2	20.3	7.17	72.8	25.0	61.0	11.8	25.4

%R = Porcentaje de recuperación

## X REFERENCIAS

Método 1311. Procedimiento de lixiviación para la característica de toxicidad. SW 846. Revisión 0 Julio 1992

### 6.3. TOXICIDAD AGUDA PARA DAPHNIA

Este método corresponde al método de Toxicidad aguda para *Daphnia* ensayo extremo (una traducción ajustada del método C2 *Acute Toxicity for Daphnia* de la Comunidad Europea), evaluado en la fracción adaptada de agua (WAF- por sus siglas en inglés) de un desecho.

#### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

Este método junto con el ensayo de inhibición de crecimiento de algas permite clasificar un desecho complejo como desecho peligroso por toxicidad acuática. Los desechos complejos son aquellos que contienen sustancias para las cuales no hay datos de toxicidad acuática o donde el desecho es una mezcla sin caracterizar.

El ensayo consiste en determinar el porcentaje de inmovilización de *Daphnia* con 100% de la fracción adaptada de agua (WAF) del desecho contra un control. Si el porcentaje de inmovilización es  $\geq 50\%$  el desecho debe ser clasificado como ecotóxico.

En aquellos casos cuando el resultado de toxicidad aguda en *Daphnia* e Inhibición de algas están cercanos al límite del 50% es necesario hacer evaluación adicional con peces.

#### II. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El desecho es preparado adicionando agua en una relación especificada, mezclando por un tiempo determinado y después de un periodo de quietud es obtenida la fracción ajustada de agua (WAF) la cual es una fracción acuosa que contiene la fracción disuelta y/o suspendida y/o emulsificada del desecho.



*Daphnia* son expuestas a 100% WAF del desecho por 48 horas. Si se usa un ensayo más corto, se debe presentar la justificación en el informe. Al final del periodo se evalúa la inmovilización de *Daphnia* comparado con el control y se calcula el porcentaje de inmovilización.

Se usa un sistema estático para este método, por lo cual las soluciones de ensayo no son renovadas durante el periodo de exposición.

### III. INTERFERENCIAS

No hay interferencias reportadas para este método.

### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

Se debe usar equipos y aparatos normales de laboratorio. Los equipos que estarán en contacto con las soluciones a evaluar deben ser preferiblemente de vidrio completamente.

- Medidor de oxígeno (con micro electrodo u otro equipo adecuado para medir oxígeno disuelto en muestras con bajo volumen)
- Aparato adecuado para control de temperatura
- PHmetro
- Equipo para la determinación de dureza del agua

### V. REACTIVOS

- Fracción ajustada de agua del desecho (WAF)

Al desecho se le adiciona agua en una relación de 100 mg de desecho por un litro de agua, y se mezcla con este, colocándolo en un vortex del agua creado por un agitador magnético en aspiración (la agitación debe ser suficientemente vigorosa para crear un vortex), el periodo de mezcla para desechos complejos conteniendo metales es de 7 días y para otros tipos de desechos es de 48 horas.

Después del periodo de mezcla se permite la sedimentación por una hora después de la cual se retira el WAF del aspirador. Se descarta el desecho sin disolver y sin dispersar. El ensayo debe ser realizado sin ajuste de pH. Si hay evidencia de cambios marcados en el pH, el ensayo debe repetirse con ajuste de pH y debe ser reportado en los resultados.

- Agua de ensayo

Agua reconstituida (Ver Anexo 6 e ISO 6341-1989 “Determination of inhibition of mobility of *Daphnia Magna* Straus”). Para evitar la necesidad de aclimatación antes del ensayo, es recomendado que el agua de cultivo presente una calidad similar (pH, dureza) al agua usada en el ensayo.

- Sustancia de referencia

Se puede evaluar una sustancia de referencia como un medio para demostrar que bajo las condiciones del ensayo en el laboratorio la sensibilidad de las especies de ensayo no han cambiado significativamente. En el Anexo 7, se presentan los resultados del ensayo para cuatro sustancias diferentes.

- Organismos de ensayo

*Daphnia magna* es la especie de ensayo preferida aunque también se permite *Daphnia pulex*. Los organismos del ensayo deben tener menos de 24 horas al inicio del ensayo, sepan de laboratorio, libres de enfermedades y con un historial conocido (p.e. reproducción – cualquier pretratamiento, etc).

### VI. PROCEDIMIENTO

Se debe realizar un control sin la sustancia que se esta evaluando.

- *Daphnia* son expuestas al WAF de acuerdo a la siguiente descripción.
  - Duración: preferiblemente 48 horas
  - Numero de animales: al menos 20 en cada una de las concentraciones de ensayo preferiblemente divididas en cuatro baches de 5 animales cada uno o dos baches de 10 animales



- Carga: 100% WAF
- Concentración del ensayo: 100% WAF
- Agua de ensayo: para el control
- Luz: un ciclo de luz-oscuridad es opcional
- Temperatura: La temperatura del ensayo debe estar entre los 18 y 22°C, pero para cada ensayo individual debe ser constante dentro de  $\pm 1^\circ\text{C}$
- Aireación: Las soluciones a evaluar no deben ser aireadas
- Alimentación: ninguna

El pH y la concentración de oxígeno del control y del WAF deben ser medido al final del ensayo, el pH de las soluciones a evaluar no deben ser modificadas. Compuestos volátiles deben ser evaluados en contenedores cerrados completamente llenos, con bastante cantidad para prevenir la falta de oxígeno.

*Daphnia* son inspeccionadas al menos cada 24 horas de exposición y de nuevo después de 48 horas.

## VII. RESULTADOS

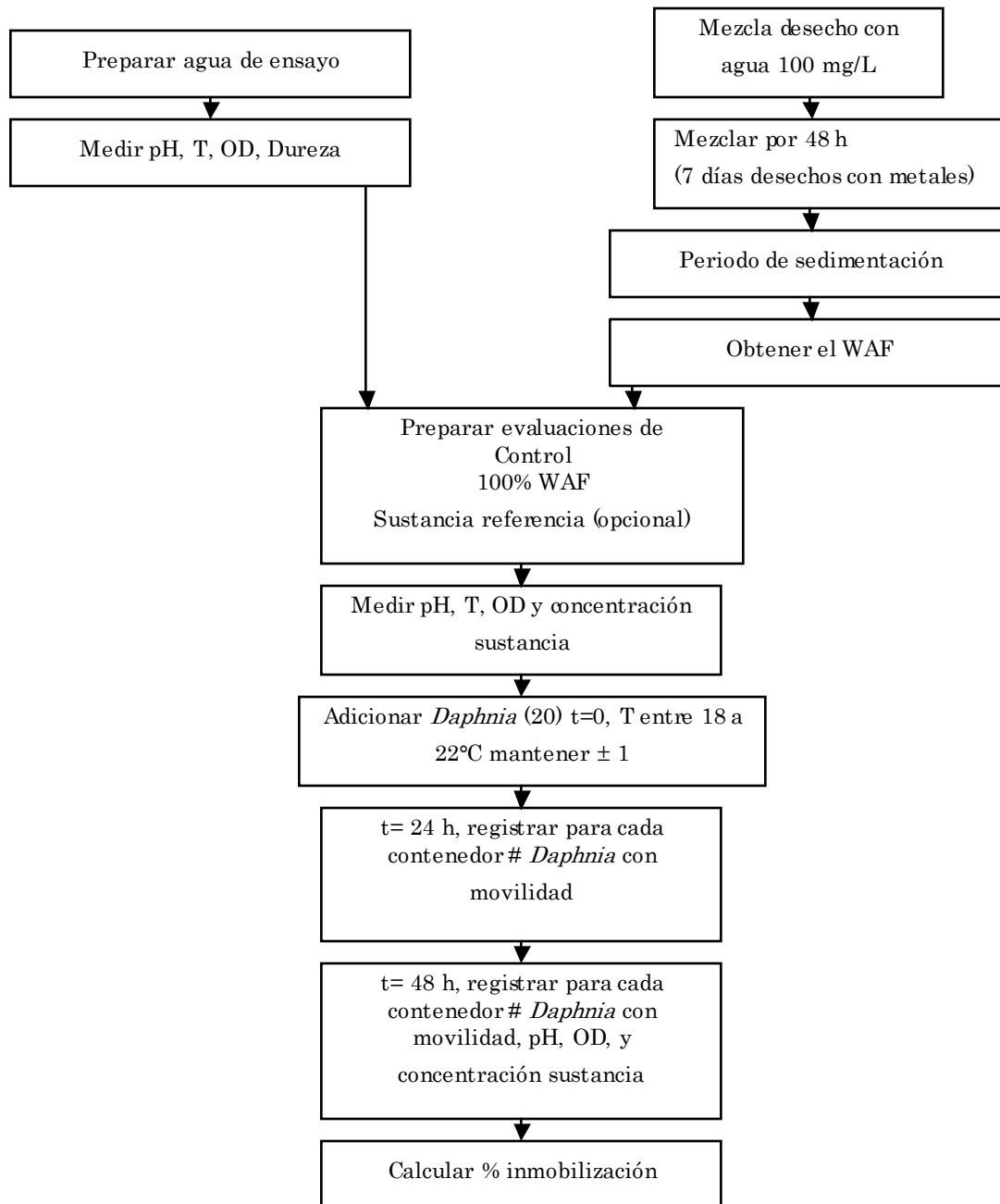
Para cada periodo de observaciones (24 y 48 horas), calcular el porcentaje de inmovilización promedio contra el control. Si se observa que la estabilidad o homogeneidad de la sustancia de ensayo no puede ser mantenido, se debe reportar y tener esto en consideración en la interpretación de los resultados.

El reporte debe incluir la siguiente información:

- Información acerca del organismo de ensayo (nombre científico, variedad, proveedor o fuente, pre-tratamiento, método de reproducción- incluyendo fuente, clase y cantidad de alimento, frecuencia de alimentación)
- Fuente del agua de dilución y principales características químicas (p.e. pH, temperatura, dureza)
- Porcentaje de inmovilización para 100% WAF
- Descripción de los equipos del ensayo
- Régimen de luz
- Concentraciones de oxígeno disuelto, pH y temperatura de las soluciones de ensayo
- Evidencia de que los criterios de calidad han sido realizados
- Si se usa una sustancia de referencia, los resultados obtenidos

## VIII. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

- La inmovilización en los controles no debe exceder el 10% al final del ensayo.
- *Daphnia* en los grupos de control no deben estar atrapadas en la superficie del agua.
- Es deseable que la concentración de oxígeno disuelto en los contenedores del ensayo permanezcan por encima de los 3 mg/L durante el ensayo. Sin embargo, en ninguna circunstancia debe disminuir la concentración de oxígeno disuelto por debajo de 2 mg/L.
- La concentración de la sustancia de ensayo debe ser mantenida dentro del 80% de la concentración inicial durante la duración del ensayo.
- El pH no debe variar en más de una unidad durante el ensayo.



▪ **Figura 6.6.** Diagrama de Flujo Toxicidad agua para *Daphnia*

## IX. INFORMACION ESTADISTICA

No se reporta.

## X. REFERENCIAS

- C2. Acute Toxicity for *Daphnia*. Página internet. Del Annex V Testing Methods
- Guía Técnica WM2. Desechos peligrosos. Interpretación de la definición y clasificación de los desechos peligrosos. Segunda Edición. SEPA Scottish Environment Protection Agency, Environment and Heritage Service and Environment Agency. Página web. [www.environment-agency.gov.uk](http://www.environment-agency.gov.uk).
- OECD - Organización para la cooperación y desarrollo económico -Serie sobre Pruebas y Ensayos No. 23. Documento Guía sobre ensayos de toxicidad acuática de sustancias y mezclas dificultosas. ENV/JM/MONO(2000)6

#### 6.4. ENSAYO DE INHIBICION DE ALGAS

Este método corresponde al ensayo de inhibición de algas con ensayo extremo (una traducción ajustada del método C3 *Algal Inhibition Test* de la Comunidad Europea), evaluado en la fracción ajustada de agua (WAF<sup>49</sup> por sus siglas en inglés) de un desecho.

##### I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

Este método junto con el ensayo de inmovilización de *Daphnia* permite clasificar un desecho complejo como desecho peligroso por toxicidad acuática. Los desechos complejos son aquellos que contienen sustancias para las cuales no hay datos de toxicidad acuática o donde el desecho es una mezcla sin caracterizar.

El ensayo consiste en determinar el porcentaje de reducción de crecimiento y reducción de la tasa de crecimiento de una especie de alga verde unicelular con 100% de la fracción ajustada de agua (WAF) del desecho contra un control. Si los porcentajes de reducción son  $\geq 50\%$  el desecho debe ser clasificado como ecotóxico. Este ensayo relativamente breve (72 horas) puede evaluar el efecto sobre varias generaciones

En aquellos casos cuando el resultado de toxicidad aguda en *Daphnia* e Inhibición de algas están cercanos al límite del 50% es necesario hacer evaluación adicional con peces.

##### II. PRINCIPIO DEL METODO

El desecho es preparado adicionando agua en una relación especificada, mezclando por un tiempo determinado y después de un periodo de quietud es obtenida la fracción acomodada de agua (WAF) la cual es una fracción acuosa, conteniendo la fracción disuelta y/o suspendida y/o emulsificada del desecho.

Cultivos de algas verdes seleccionadas de crecimiento exponencial son expuestas a 100% WAF por varias generaciones bajo condiciones definidas.

Las soluciones de ensayo son incubadas por un periodo de 72 horas, durante las cuales la densidad celular<sup>49</sup> en cada solución es medida al menos cada 24 horas. Se determina la inhibición en el crecimiento en relación a un cultivo de control.

##### III. INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias.

##### IV. EQUIPOS Y MATERIALES

Se debe usar equipos y aparatos normales de laboratorio.

- Vidriería de volumen adecuado (p.e. recipiente cónico de 250 mL son apropiados cuando el volumen de la solución de ensayo es de 100 mL). Todos los recipientes deben ser idénticos con respecto a material y dimensiones.
- Aparato de cultivo  
Cámara o cabina en la cual una temperatura en el rango de 21 a 25 °C pueda ser mantenida a  $\pm 2^\circ\text{C}$ , e iluminación uniforme y continua suministrada en un rango espectral de 400 a 700 nm. Si los cultivos de control han logrado las tasas de crecimiento recomendadas, se puede asumir que las condiciones de crecimiento, incluyendo la intensidad de la luz, han sido adecuadas.

Se recomienda usar para el nivel promedio de las soluciones de ensayo, una intensidad de luz en el rango de 60 a 120  $\mu\text{E}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$  (35 a 70 x 10<sup>18</sup> fotones. $\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ ) cuando se mide en el rango de 400 a 700 nm usando un receptor de luz apropiado. Para instrumentos de medición de luz calibrados en luxes, un rango equivalente de 6000 a 10000 lx es aceptable.

<sup>49</sup> Densidad celular: número de células por mililitro

La intensidad de la luz puede ser obtenida usando cuatro a siete lámparas fluorescentes de 30W tipo blanco universal (temperatura de color de aproximadamente 4300 K) a una distancia de 0,35 m de los cultivos de algas.

- Equipo de conteo directo de células vivas (p.e. un microscopio con cámara de conteo). Sin embargo otros procedimientos (fotometría, turbidimetría) pueden ser usados si presentan sensibilidad suficiente y si muestran una buena correlación con la densidad celular.

## V. REACTIVOS

- Fracción ajustada de agua del desecho (WAF)

Al desecho se le adiciona agua en una relación de 100 mg de desecho por un litro de agua, y se mezcla con este, colocándolo en un vortex del agua creado por un agitador magnético en aspiración (la agitación debe ser suficientemente vigorosa para crear un vortex). El periodo de mezcla para desechos complejos conteniendo metales es de 7 días y para otros tipos de desechos es de 48 horas.

Después del periodo de mezcla se permite la sedimentación por una hora después de la cual se retira el WAF del aspirador. Se descarta el desecho sin disolver y sin dispersar.

El ensayo debe ser realizado sin ajuste de pH. Si hay evidencia de cambios marcados en el pH, el ensayo debe repetirse con ajuste de pH y debe ser reportado en los resultados. En aquellos casos, el valor de pH del WAF debe ser ajustado al valor de pH de la solución de agua a menos que existan razones específicas para no hacerlo. Es preferible usar para este propósito ácido clorhídrico e hidróxido de sodio. Si se presenta cualquier tipo de reacción química o precipitación física del compuesto de ensayo por el ajuste de pH, se debe reportar en el informe.

- Medio de ensayo

El agua debe ser agua destilada de buena calidad, o desionizada con una conductividad menor de 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . El equipo para la destilación del agua no debe contener ninguna parte de cobre.

Los siguientes medios son recomendados. Cuatro soluciones stock son preparadas, de acuerdo a la siguiente tabla. Las soluciones stock son esterilizadas por filtración de membrana o autoclavado, y almacenadas a la oscuridad a 4°C. La solución stock No. 4 debe ser esterilizada solo por filtración por membrana. Estas soluciones stock son diluidas para lograr las concentraciones de nutrientes finales en la solución de ensayo.

Nutriente	Concentración en la solución stock	Concentración final en la solución de ensayo
Solución Stock No. 1: macronutrientes		
NH <sub>4</sub> Cl	1,5 g/L	15 mg/L
MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	1,2 g/L	12 mg/L
CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	1,8 g/L	18 mg/L
MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	1,5 g/L	15 mg/L
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	0,16 g/L	1,6 mg/L
Solución stock 2: Fe-EDTA		
FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O	80 mg/L	0,08 mg/L
Na <sub>2</sub> EDTA.2H <sub>2</sub> O	100 mg/L	0,1 mg/L
Solución Stock 3: elementos traza		
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	185 mg/L	0,185 mg/L
MnCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	415 mg/L	0,415 mg/L
ZnCl <sub>2</sub>	3 mg/L	3 x 10 <sup>-3</sup> mg/L
CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	1,5 mg/L	1,5 x 10 <sup>-3</sup> mg/L
CuCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,01 mg/L	10 <sup>-5</sup> mg/L
Na <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O	7 mg/L	7 x 10 <sup>-3</sup> mg/L
Solución Stock 4: NaHCO <sub>3</sub>		
NaHCO <sub>3</sub>	50 g/L	50 mg/L

El pH del medio después de equilibrio con aire es aproximadamente 8.0.



▪ Sustancia de Referencia

Se puede evaluar una sustancia de referencia como un medio para demostrar que bajo las condiciones de ensayo en el laboratorio la sensibilidad de las especies de ensayo no han cambiado significativamente. Si se usa una sustancia de referencia, se deben presentar los resultados en el informe.

Como sustancia de referencia se puede usar dicromato de potasio, pero su color puede afectar la intensidad y calidad de la luz disponible para las células y también en las determinaciones espectrofotométricas utilizadas. El dicromato de potasio ha sido utilizado como sustancia de prueba inter-laboratorio internacional (Ver Anexo 8).

▪ Organismos del ensayo

Se sugiere el uso de especies de algas verdes de rápido crecimiento para el cultivo y el ensayo. Se prefieren las siguientes especies:

- *Selenastrum capricornutum*, p.ej. ATCC<sup>50</sup> 22662 o CCAP<sup>51</sup> 278/4
- *Scenedesmus subspicatus*, p.ej. 86.81 SAG<sup>52</sup>

Si se usan otras especies, se debe reportar la variedad.

## VI. PROCEDIMIENTO

Las dos mediciones de crecimiento (biomasa y tasa de crecimiento) pueden resultar en mediciones muy dispersas de la inhibición del crecimiento.

### Densidad celular inicial

Se recomienda que la densidad celular inicial en los ensayos sea aproximadamente  $10^4$  células/mL para *Selenastrum capricornutum* y *Scenedesmus subspicatus*. Cuando se usan otras especies la biomasa debe ser comparable.

### Concentraciones de la sustancia a evaluar

La evaluación se realiza con 100% WAF.

### Réplicas y controles

El diseño del ensayo debe incluir tres réplicas para la evaluación del 100% WAF. Se debe evaluar tres controles sin sustancia.

### Comportamiento del ensayo

El cultivo de ensayo se prepara adicionando 100% WAF a un pre-cultivos de algas (Ver Anexo 7).

Los recipientes de cultivo son agitados y ubicados en un aparato de cultivo. Las células de algas son guardadas en suspensión por agitación o burbujeo con aire, para mejorar el intercambio de gas y reducir la variación de pH en las soluciones. Los cultivos deben ser mantenidos a temperatura en el rango de 21 a 25°C, controlado a  $\pm 2^\circ\text{C}$ .

La densidad celular es determinada en cada recipiente como mínimo a las 24, 48 y 72 horas después del inicio del ensayo. El medio de algas filtrado conteniendo la concentración apropiada de la sustancia a evaluar es usado para determinar la concentración de fondo cuando se usan mediciones de densidad celular diferentes al método de conteo directo.

Medir el pH al inicio del ensayo y a las 72 horas. El pH de los controles no debe desviarse normalmente por más de 1,5 unidades durante el ensayo.

### Evaluación de sustancias volátiles

No hay datos de formas generalmente aceptadas para la evaluación de sustancias volátiles. Cuando se conoce que una sustancia presenta tendencia a ser vaporizada, se puede usar un recipiente cerrado con espacio de cabeza. La posibilidad de almacenar CO<sub>2</sub> debe ser considerada cuando se calcula el espacio de cabeza de los recipientes cerrados. Se han propuesto variaciones a este método<sup>53</sup>.

<sup>50</sup> ATCC = Colección de cultivos tipo americano – American Type Culture Collection (USA)

<sup>51</sup> CCAP = Centro de cultivos de algas y protozoos – Culture centre of algae and protozoa(UK)

<sup>52</sup> SAG = Colección de cultivos de algas – Collection of algal culture (Gottingen, F.R.G)

<sup>53</sup> Referencia 4 del método, S.Galassi and M. vighi – Chemosphere, 1981, vol 10, 1123-1126.

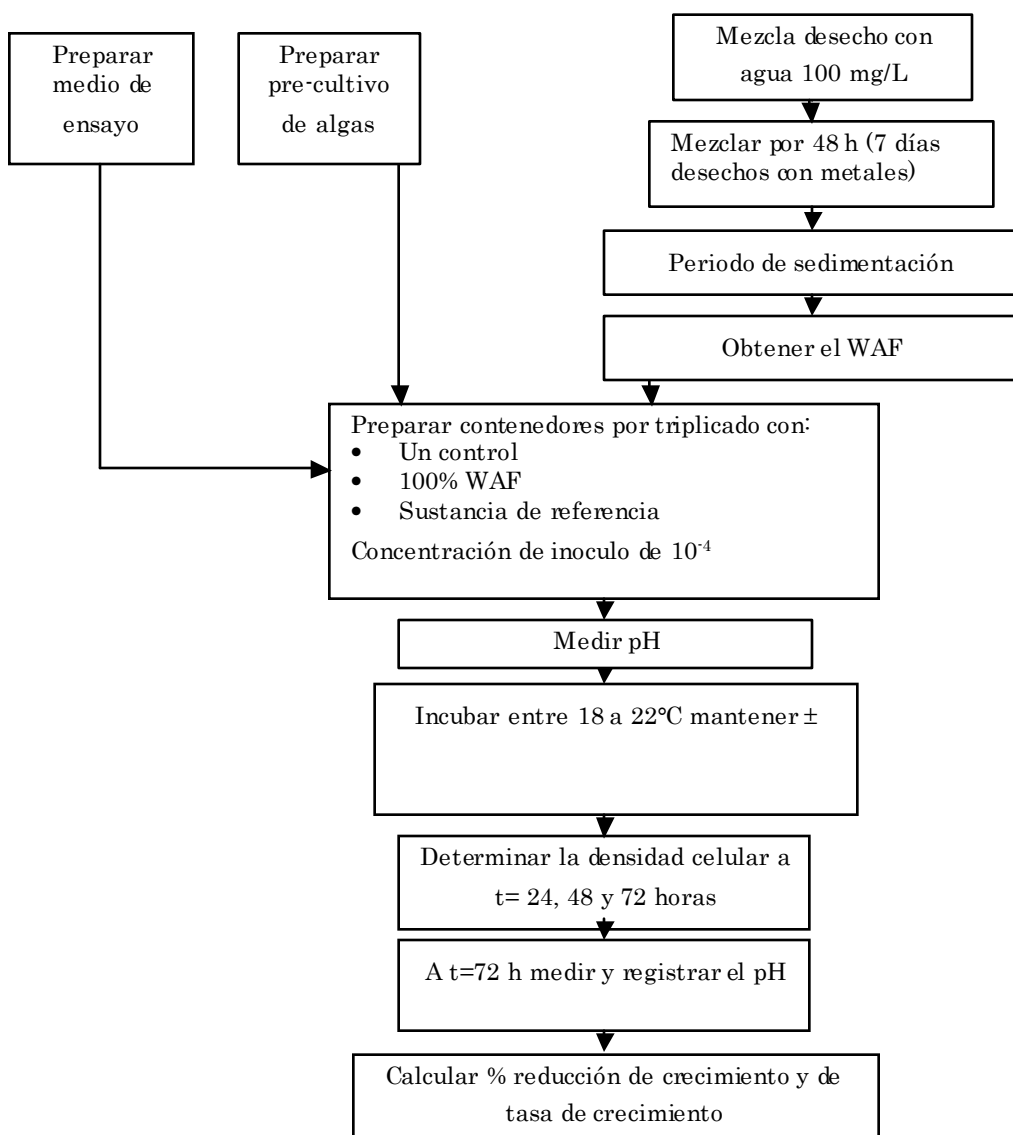


Figura 6.7. Diagrama de flujo Ensayo de inhibición de algas

## RESULTADOS

La medición de la densidad celular en el cultivo de ensayo de 100% WAF y los controles son tabulados para cada uno de los tiempos de medición. El valor medio de la densidad celular para 100% WAF y para los controles son calculados, y se calcula el porcentaje de reducción de crecimiento de biomasa y el porcentaje de reducción de la tasa de crecimiento de la forma explicada a continuación.

### Comparación de áreas bajo la curva de crecimiento

El área entre la curva de crecimiento y la línea horizontal  $N=N_0$  puede ser calculada de acuerdo a la fórmula:

$$A = \frac{(N_1 - N_0)}{2} t_1 + \frac{(N_1 + N_2 - 2N_0)}{2} (t_2 - t_1) + \dots + \frac{(N_{n-1} + N_n - 2N_0)}{2} (t_n - t_{n-1})$$

donde,

A = área,

$N_0$  = número de células/mL en el tiempo  $t_0$  (comienzo del ensayo)

$N_1$  = medición del número de células/mL a  $t_1$

$N_n$  = medición del número de células/mL en el tiempo  $n$

$t_1$  = tiempo de la primera medición después del comienzo del ensayo,

$t_n$  = tiempo de la  $n^{\text{va}}$  medición después del inicio del ensayo

$n$  = número de las mediciones tomadas después del inicio del ensayo.

El porcentaje de inhibición del crecimiento celular para 100% WAF ( $I_A$ ) es calculada de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$I_A = \frac{(A_c - A_t)}{A_c} 100$$

donde,

$A_c$  = área entre la curva de crecimiento del control y la línea horizontal  $N = N_0$

$A_t$  = área entre la curva de crecimiento para 100% WAF y la línea horizontal  $N = N_0$

#### Comparación con las Tasas de Crecimiento

El promedio de la tasa de crecimiento específica ( $\mu$ ) para cultivos de crecimiento exponencial pueden ser calculados con la siguiente fórmula

$$\mu = \frac{(\ln N_n - \ln N_0)}{(t_n - t_0)}$$

donde,

$t_0$  es el tiempo al inicio del ensayo

Alternativamente, la tasa de crecimiento específica promedio puede ser derivada de la pendiente de la línea de regresión en el gráfico de  $\ln N$  versus tiempo.

El porcentaje de inhibición de la tasa de crecimiento específica para 100% WAF ( $I_{\mu t}$ ) se calcula a partir de la siguiente fórmula:

$$I_{\mu t} = \frac{(\mu_c - \mu_t)}{\mu_c} 100$$

donde,

$\mu_c$  = tasa de crecimiento específica del control

$\mu_t$  = tasa de crecimiento específica promedio para 100% WAF

La tasa de crecimiento específica es un término logarítmico, y pequeños cambios en la tasa de crecimiento pueden generar grandes cambios en la biomasa. Por tal razón los valores de  $E_bC$  y  $E_rC$  no son comparables numéricamente.

El reporte debe incluir la información siguiente:

- Sustancia a evaluar: datos de identificación.
- Organismo de ensayo: origen, cultivo de laboratorio, variedad, método de cultivo
- Condiciones del ensayo
  - Fecha de inicio y terminación del ensayo y su duración
  - Temperatura
  - Composición del medio
  - Aparato de cultivo
  - pH de las soluciones al inicio y al final del ensayo (se debe suministrar una explicación si desviaciones mayores a 1,5 fueron observadas)
  - Intensidad e la luz y calidad
- Resultados
  - Densidad celular en cada recipiente para cada punto de medición e indicar el método de medición de la densidad celular
  - Valores promedios de la densidad celular
  - Curvas de crecimiento
  - Otros efectos observados

#### **VII. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD**

- La densidad celular en el cultivo de control debe incrementar en un factor de al menos 16 en tres días.
- Las concentraciones de las sustancias de prueba deben ser mantenidas en un 80% de la concentración inicial a través del tiempo correspondiente a la duración del ensayo.

#### **VIII. INFORMACION ESTADISTICA**

No se reporta.

#### **IX. REFERENCIAS**

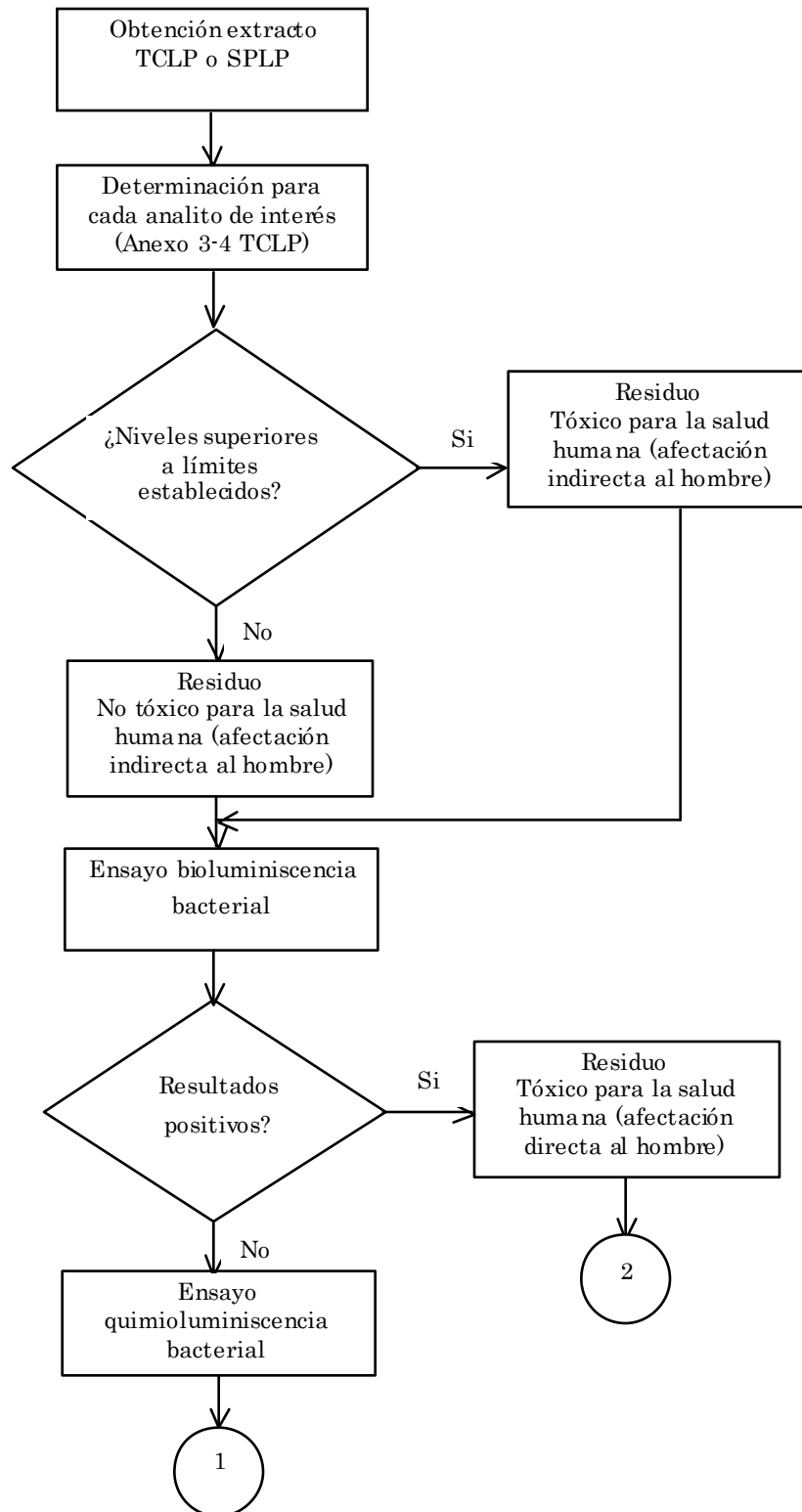
- C3. Algal Inhibition Test del Annex V Testing Methods
- Guía Técnica WM2. Desechos peligrosos. Interpretación de la definición y clasificación de los desechos peligrosos. Segunda Edición. SEPA Scottish Environment Protection

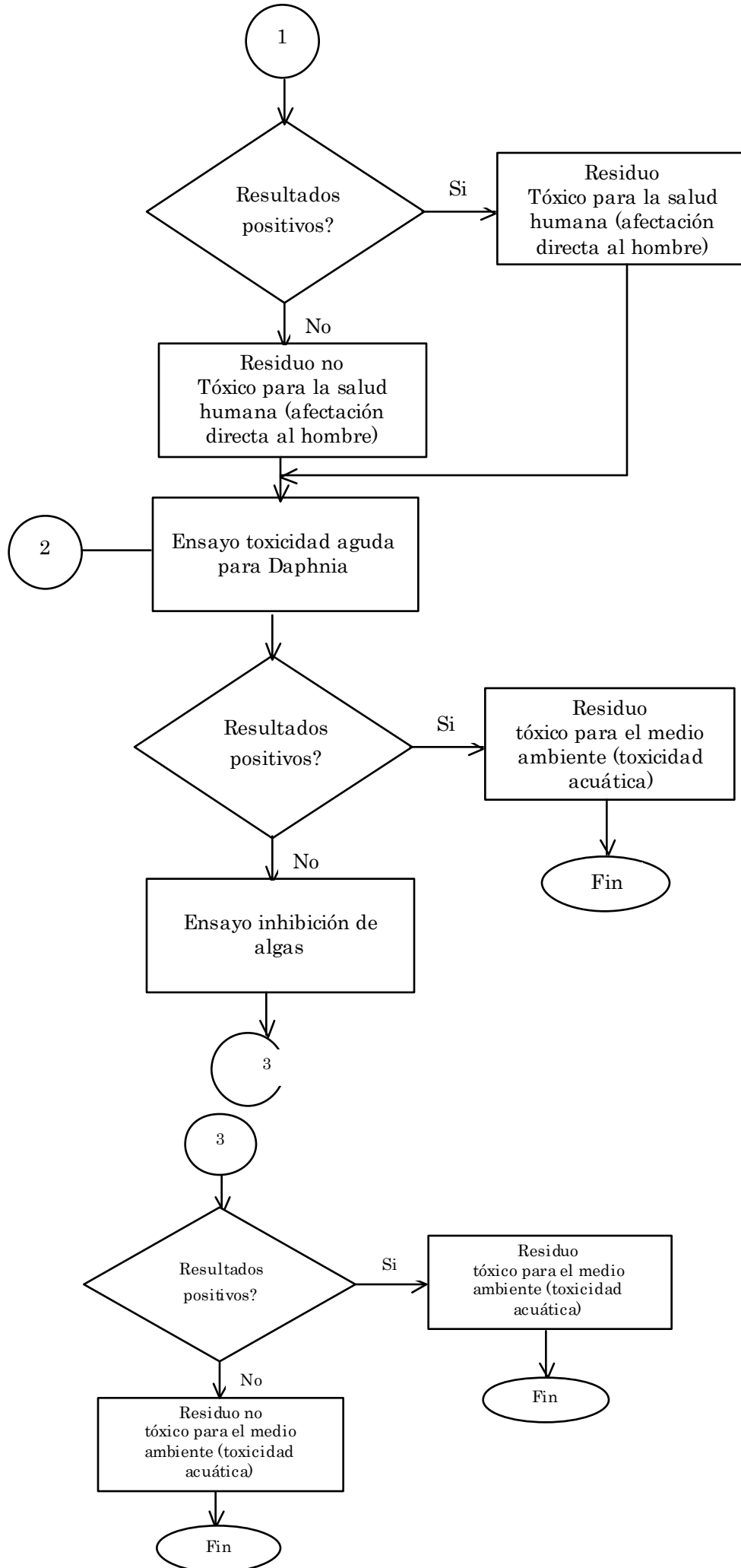


Agency, Environment and Heritage Service and Environment Agency. Pagina web. [www.environment-agency.gov.uk](http://www.environment-agency.gov.uk).

- OECD - Organización para la cooperación y desarrollo económico -Serie sobre Pruebas y Ensayos No. 23. Documento Guía sobre ensayos de toxicidad acuática de sustancias y mezclas dificultosas. ENV/JM/MONO(2000)6

**6.5. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE TOXICIDAD**





**Figura 6.8.** Árbol de decisión para ejecución de pruebas relativas a clasificación de residuos tóxicos.



ANEXO I

Technical Corner ■ Model Exercise from SW-846

(reprinted by permission from HMTRI)

The problem:

Calculate the number of samples to be taken from a waste lagoon thought to be contaminated with barium. EPA's regulatory threshold (see TCLP Regulatory Thresholds, Table B, Appendix 4) for barium is 100 ppm, which means that concentrations of 100 or more parts of barium per million parts waste material exceeds EPA's regulatory limit. Preliminary samples were taken from the lagoon, and barium levels were reported as 86, 90, 98, and 104 ppm.

Step One: Calculate the mean (average) concentration of the preliminary samples.

In the formula for finding the mean, sample 1 is  $s_1$ , sample 2 is  $s_2$ , etc. and the number of samples is  $n$ .

$$\bar{x} = (s_1 + s_2 + s_3 \dots) \div n$$

$$\bar{x} = \frac{86 + 90 + 98 + 104}{4}$$

$$\bar{x} = 94.50$$

Step Two: Calculate the variance ( $s^2$ ) among the samples. This is done through several substeps:

In the formula for finding the variance, sample 1 is  $s_1$ , sample 2 is  $s_2$ , etc. and the number of samples is  $n$ . Note to student: To use the formula, compute the functions within parentheses "( )" first. Then compute the functions within braces "{ }". Next, compute the function within brackets "[ ]". Finally, complete the computation.

$$s^2 = [(s_1^2 + s_2^2 + s_3^2 \dots) - ((s_1 + s_2 + s_3 \dots) \div n)] \div (n - 1)$$

(a) Square each value of the preliminary samples and then find their sum;

$$86^2 + 90^2 + 98^2 + 104^2 = 7396 + 8100 + 9604 + 10,816 = 35,916$$

(b) Find the sum of the preliminary sample values, square that sum, then divide that result by 4 (the number of preliminary samples);

$$\frac{(86 + 90 + 98 + 104)^2}{4} = \frac{378^2}{4} = \frac{142,884}{4} = 35,721$$

(c) Subtract the result of (b) from the result of (a), then divide by the number of preliminary samples less one (in this case, 4 - 1);

$$\frac{35,916 - 35,721}{4 - 1} = \frac{195}{3} = 65$$

$$s^2 = 65$$

Step Three: Refer to the statistical table commonly referred to as a "t" table (see Table A, Appendix 3).

In the left column, entitled "Degrees of Freedom," find your number of preliminary sample values less one, which is again 4 - 1 in this problem. Look across at the second column. Use this "t" value in your SW-846 formula.

"t" value is 1.638

Step Four: You are now ready to use the SW-846 formula to calculate the number of random samples that should be taken in your next sampling phase ( $n_1$ ).

To review, the values from the problem and from your calculations are:

$n_1$	The minimum number of samples to be taken.
$t_{20}$	1.638
$s^2$	65
RT	100
$\bar{x}$	94.50

To use the formula:

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

- Square the "t" value and multiply times  $s^2$ .
- Subtract the mean concentration ( $\bar{x}$ ) from the regulatory threshold (RT), and then square the result.
- Divide (a) by (b).

The calculation (to the nearest tenth):

$$n_1 = \frac{(1.6)^2 \cdot 65}{(100 - 94.5)^2}$$

$$n_1 = \frac{2.6 \cdot 65}{30.3}$$

$$n_1 = \frac{169}{30.3}$$

$$n_1 = 5.6 \text{ Round upward to next whole number.}$$

As a result of this calculation, at least six randomly selected samples must be taken, based upon the preliminary samples. Generally, three additional samples are taken to increase sampling precision, in case the preliminary sampling was inaccurate. Therefore, six samples are brought up to a total of nine samples to be taken for analysis.

**ANEXO II**

**TABLA 1. GUIA PARA LA SELECCIÓN DE LOS DISEÑOS DE MUESTREO**

Diseño de Muestreo	Condiciones Apropriadas para su uso	Ventajas	Limitaciones
<b>Muestreo Probabilístico</b>			
Muestreo Aleatorio Simple	Útil cuando la muestra de interés es homogénea	-Proporciona estadísticamente estimativos parciales, proporciones y variabilidad - Fácil para entender e implementar	- Es preferible si los patrones son conocidos e identificables
Muestreo Aleatorio Estratificado	Mas útil para estimar parámetros de un desecho exhibiendo alta heterogeneidad(cuando hay diferentes porciones o componentes del desecho con concentraciones altas y bajas del constituyente o características)	- Asegura mayor información de la población entera - Potencial para lograr alta precisión en estimativos y varianzas - Puede reducir costos en el muestreo aleatorio y muestreo sistemático porque se requieren menos muestras	- Requiere algún conocimiento previo del desecho para definir el estrato y obtener estimativos mas precisos - Los procesos estadísticos para establecer el numero de muestras y varianzas son mas complicados que en el muestreo aleatorio simple
Muestreo Sistemático	Útil para estimar diseños espaciales o tendencias sobre el tiempo	-Preferido sobre aleatoriedad simple cuando los sitios de muestra son al azar dentro de cada bloque sistemático o intervalo - Practico y fácil para designar sitios de muestreo - Asegura una cobertura uniforme del sitio, unidad o proceso - Puede ser de mas bajo costo que el muestreo aleatorio simple ya que este es mas fácil para implementar	- Puede ser engañoso si el intervalo de muestreo es alineado con el patrón de contaminación, el cual puede aparecer inadvertidamente si hay un conocimiento previo inadecuado del patrón de contaminación - No hay una aleatoriedad verdadera, pero puede ser modificada por el uso de diseños al dentro de bloques
Muestreo de Rangos Fijos	-Útil para reducir el numero de muestras requeridas -Útil cuando el costo de los análisis es mas alto que el costo de recolección de muestras -Una variable auxiliar es indispensable y puede ser usada para seleccionar unidades de población con respecto a la variable de interés	- Puede reducir costos analíticos	- Se requiere de un conocimiento adecuado del desecho o proceso o uso de las medidas cuantitativas para categorizar las unidades de población
Muestreo Secuencial	Aplicable cuando los análisis y/o muestreo son medianamente costosos, cuando la información del muestreo o la variabilidad de las mediciones es poca, cuando el desecho y las características	- Puede reducir el numero de muestras para tomar una decisión - Permite que una decisión sea tomada con menos muestreos	Si la concentración del constituyente es solo marginalmente diferente del nivel de acción, procedimientos secuenciales pueden

Diseño de Muestreo	Condiciones Apropriadas para su uso	Ventajas	Limitaciones
	del sitio son estables sobre el tiempo, o cuando los objetivos del muestreo son para probar una hipótesis específica	si hay una larga diferencia entre dos poblaciones o entre el valor real del parámetro de interés y el estándar	requerir una incremento en el número de muestras que requieren otros diseños de muestreo como el aleatorio simple y sistemático
<b>Muestreo Autoritativo</b>			
(Judgmental)	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Útil para generar simples estimativos de concentraciones promedios o propiedades típicas</li> <li>-Para obtener información preliminar sobre la corriente del desecho o sitio para facilitar la planeación o para obtener familiaridad con mezclas de desechos para propósitos analíticos</li> <li>- Para proyectar muestras en el campo para identificar muestras representativas para posteriores análisis en el laboratorio</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Puede ser muy eficiente con suficiente conocimiento del sitio o el proceso de generación del desecho</li> <li>- Fácil para aplicarlo y explicarlo</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- La utilidad del diseño de muestreo es altamente dependiente del conocimiento acerca del desecho</li> <li>- No puede determinar estimativos confiables de probabilidad</li> </ul>
Parcial(Biased)	Útil para estimar las condiciones en el peor caso o en el mejor caso (ej. Para determinar la composición de un escape, derrame o composición desconocida de un desecho		

**ANEXO III**  
**TABLA 2. VALORES TABULADOS DE “t” PARA LA EVALUACION DE DESECHOS SÓLIDOS**

Degrees of freedom (n-1) <sup>a</sup>	Tabulated “t” value <sup>b</sup>	Degrees of freedom (n-1) <sup>a</sup>	Tabulated “t” value <sup>b</sup>
1	3.078	21	1.323
2	1.886	22	1.321
3	1.638	23	1.319
4	1.533	24	1.318
5	1.476	25	1.316
6	1.440	26	1.315
7	1.415	27	1.314
8	1.397	28	1.313
9	1.393	29	1.311
10	1.372	30	1.310
11	1.363	40	1.303
12	1.356	60	1.296
13	1.350	120	1.289
14	1.345		
15	1.341		
16	1.337		
17	1.333		
18	1.330		
19	1.328		
20	1.325		

\*More detailed “t” tables are available in statistics books.

**Statistical Notes:**  
<sup>a</sup> Degrees of freedom (DF) are equal to the number of samples (n) collected from a solid waste less one.  
<sup>b</sup> Tabulated “t” values are for a two-tailed confidence interval and a probability of 0.20 (the same values are applicable to a one-tailed confidence interval and a probability of 0.10).

**ANEXO IV**  
**TABLA 3. CONCENTRACIONES STANDARES - TCLP**

Constituent (mg/L)	RT (mg/L)	Constituent (mg/L)	RT (mg/L)
Arsenic	5.0	Hexachlorobenzene	0.13
Barium	100.0	Hexachloro-1,3-butadiene	0.5
Benzene	0.5	Hexachloroethane	3.0
Cadmium	1.0	Lead	5.0
Carbon tetrachloride	0.5	Lindane	0.4
Chlordane	0.03	Mercury	0.2
Chlorobenzene	100.0	Methoxychlor	10.0
Chloroform	6.0	Methyl Ethyl Ketone	200.0
Chromium	5.0	Nitrobenzene	2.0
o-Cresol	200.0	Pentachlorophenol	100.0
m-Cresol	200.0	Pyridine	5.0
p-Cresol	200.0	Selenium	1.0
Cresol	200.0	Silver	5.0
2,4-D	10.0	Tetrachloroethylene	0.7
1,4-Dichlorobenzene	7.5	Toxaphene	0.5
1,2-Dichloroethane	0.5	Trichloroethylene	0.5
1,1-Dichloroethylene	0.7	2,4,5-Trichlorophenol	400.0
2,4-Dinitro toluene	0.13	2,4,6-Trichlorophenol	2.0
Endrin	0.02	2,4,5-TP (Silvex)	1.0
Heptachlor (and its hydroxide)	0.008	Vinyl Chloride	0.2

**ANEXO V**  
**TABLA 4. GUIA DE SELECCION DEL DISPOSITIVO. MEDIO Y SITIO DE RECOLECCION DE LA MUESTRA**

Medio	Sitio o Punto de recolección de la muestra	Alternativas de Dispositivos	Otras Guías
Líquidos, ninguna capa diferente  Ejemplos: Solventes gastados almacenados, lixiviados u otros líquidos descargados de un tubo o grifo	Barril	COLIWASA Cucharón Tubo hueco Muestreador de Líquidos Simple Bomba peristáltica Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo Jeringa Muestreador Tubo Valvulado	ASTM D 5743 ASTM D 6063 EPA/ERT SOP 2009 (USEPA 1994b)
	Superficies Comprimidas	Muestreador Automático Bomba Bacon Bailer Bomba Bladder Bomba Centrífuga Cucharón Bomba de Desplazamiento Muestreador Kemmerer Muestreador de Líquidos Simple Bomba Peristáltica Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo Jeringa	ASTM D 6538 USEPA (1984, 1985, and 1989c)

Medio	Sitio o Punto de recolección de la muestra	Alternativas de Dispositivos	Otras Guías
Líquidos, ninguna capa diferente (continuación)	Tubos, Puntos de descarga	Muestreador Automático Bomba Bladder Bomba Sumergible Centrífuga Cucharón Bomba de Desplazamiento Muestreador de Líquidos Simples Muestreador Tipo Embolo Contenedor de Muestra Muestreador Oscilatorio	ASTM D 5013 ASTM D 5743 ASTM D 6538 Gy 1998
	Tanques	Bomba Bacon Bailer COLIWASA Cucharón Tubo Hueco Muestreador Kemmerer Muestreador de Líquidos Simples Bomba Peristáltica Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Bomba Sumergible Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo Jeringa	ASTM D 6063 ASTM D 5743 EPA/ERT SOP 2010 (USEPA 1994c)
	Puertos de Muestreo (e.g., spigot)	Beaker, balde, contenedores de muestra Muestreador Oscilatorio	Gy 1998
Líquidos con múltiples capas  Ejemplos: Fases líquidas no acuosas (NAPLs) en un tanque; mezclas de anticoagulantes en un tanque.	Barriles	COLIWASA Muestreador a Niveles Discretos Tubo Hueco Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tubo Valvulado	ASTM D 6063
	Superficies Comprimidas	Muestreador Automático Bomba Bacon Bailer Bomba Bladder Bomba Sumergible Centrífuga Muestreador a Niveles Discretos Bomba de Desplazamiento Bomba Peristáltica Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo Jeringa	ASTM D 6538 USEPA (1989c)
	Tanques	COLIWASA Bomba Sumergible Centrífuga Bomba Bacon Bailer Muestreador a Niveles Discretos Bomba Peristáltica Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo Jeringa Muestreador Tubo Valvulado	ASTM D 6063 ASTM D 5743 EPA/ERT SOP 2010 (USEPA 1994c)
Medio	Sitio o Punto de recolección de la muestra	Alternativas de Dispositivos	Otras Guías

Medio	Sitio o Punto de recolección de la muestra	Alternativas de Dispositivos	Otras Guías
Lodos, fangos suspensiones sólido-liquido  Ejemplos: fangos de pintura, Fango galvanizado, mezclas de ceniza y agua.	Barriles	COLIWASA Cucharón Muestreador de Líquidos Simples Muestreador Tipo Embolo Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo jeringa	ASTM D 6063
	Tanques	COLIWASA Cucharón Muestreador de Líquidos Simples Muestreador Tipo Embolo Dragador Perfilador de Sólidos Fijos Muestreador Oscilatorio Muestreador Tipo jeringa	ASTM D 6063 EPA/ERT 2010 (USEPA 1994c)
	Superficies Comprimidas	Cucharón Muestreador de Líquidos Simples Bomba Peristáltica Muestreador Tipo Embolo Dragador Perfilador de Sólidos Fijos	USEPA (1989c)
	Tubos o Transportadores	Cucharón o balde Cuchara, Pala Muestreador Oscilatorio	ASTM D 5013
Sólidos Granulados – No consolidados Ejemplos:: polvos, suelos excavados(exsitu), cenizas	Tanques	Taladro Bucket Muestreador Tipo Base(con válvula) Muestreador de Base Miniatura Muestrador de Jeringa Modificada Trier Cuchara, Pala	ASTM D 5680 ASTM D 6063 EPA/ERT SOP 2009 (USEPA 1994b)
	Bolsas o Costales	Tubo Hueco Concéntrico Muestreador de Base Miniatura MuestrEador de Jeringa Modificada Cuchara, Pala Trier	ASTM D 5680 ASTM D 6063

**ANEXO V (CONTINUACION)**  
**TABLA 4. GUIA DE SELECCION DEL DISPOSITIVO. MEDIO Y SITIO DE RECOLECCION DE LA MUESTRA**

SELECCIÓN DE REFERENCIAS PARA EL MUESTREO DE OTROS MEDIOS	
<b>Aire</b> Ejemplo: Emisiones BIF	Capitulo Diez SW-846 Manual EISOPQA (USEPA 1996b)
<b>Sedimento</b> Ejemplo: superficies comprimidas	<i>Guía para el Muestreo y Análisis de Sedimentos, Agua QA/QC Para Evaluaciones de Materiales Dragados</i> (USEPA 1995d) <i>Superfund Program Representative Sampling Guidance Volume 5; Water and Sediment, Part I – Surface Water and Sediment, Interim Final Guidance</i> (USEPA 1995e) Región 4 EISOPQA Manual (USEPA 1996b) <i>Muestreo de Sedimentos</i> (USEPA 1994e) ASTM D 4823; ASTM D 5387
<b>Biogás o Vapor</b> Ejemplos: suelos o	<i>Subsurface Characterization and Monitoring Techniques - A Desk Reference</i>



agua subterránea o gas en una zona de disposición de desechos	<i>Guide</i> (USEPA 1993c) <i>ASTM Standard Guide for Soil Gas Monitoring in the Vadose Zone</i> (ASTM D 5314) <i>Soil Gas Sampling</i> (USEPA 1996c)
<b>Agua Subterránea</b> Ejemplo: Agua subterránea de estanque en un terreno grande	<i>RCRA Ground-Water Monitoring Draft Technical Guidance</i> (USEPA 1992c) <i>Low-Flow (Minimal Drawdown) Ground-Water Sampling Procedures</i> (Puls and Barcelona 1996) ASTM D4448-01 Standard Guide for Sampling Ground-Water Monitoring Wells ASTM D 5092-90 <i>Standard Practice for Design and Installation of Ground Water Monitoring Wells in Aquifers</i> ASTM D 6286-98 <i>Standard Guide for Selection of Drilling Methods for Environmental Site Characterization</i> ASTM D 6282 <i>Standard Guide for Direct Push Soil Sampling for Environmental Site Characterizations</i> ASTM D 6771-02 <i>Standard Practice for Low-Flow Purging and Sampling for Wells and Devices Used for Ground-Water Quality Investigations</i>

**ANEXO VI**  
**TABLA 5. DESCRIPCION DEL MEDIO ENUMERADO EN LA TABLA 4**

<b>Medio</b>	<b>Descripción</b>	<b>Ejemplos</b>
Líquidos, ninguna capa diferente	Líquidos (acuosos o no acuosos) que son o no estratificados y muestras sin intervalos de tiempo. Los dispositivos de muestreo para este medio no necesitan ser diseñados para recolectar líquidos a alturas discretas	Lixiviados en contenedores o solventes gastados; lixiviados u otros líquidos en un punto de descarga
Líquidos con múltiples capas	Líquidos (acuosos o no acuosos) que son estratificados por varias capas y recolección de muestras desde diferentes intervalos de tiempo. Los dispositivos de muestreo para este medio no necesitan ser diseñados para recolectar líquidos a alturas discretas	Mezclas de anticoagulante y aceite usado. Fases líquidas no acuosas densas o livianas y agua en un contenedor, como en tanques
Lodos o Fangos	Materiales que son una mezcla de líquidos y sólidos que pueden ser viscosos o aceitosos. Incluye materiales con sólidos suspendidos	Lodos de plantas de tratamiento de agua residual. Lodos creados por la combinación de desechos sólidos, cenizas y agua
Sólidos granulares, no consolidados	Sólidos no cementados, o no requiere de gran presión para separarlos en partes, son comprimidos de partículas relativamente pequeñas o componentes	Suelos excavados, cenizas, polvos frescos de cemento
Otros sólidos no consolidados	Sólidos con partículas grandes que son cubiertas por sólidos granulares.	Catalizadores, agrupaciones de desecho
Sólidos (in-situ) y otro material geológico no consolidado	Sólidos en el sitio donde son perturbados o otros materiales geológicos que no requiere de gran presión para ser separado en partes. Muestreo de suelos in-situ puede ser conducido a alturas superficiales o subterráneas. Suelos superficiales son definidos de 6 a 12 pulgadas bajo la superficie	Suelos superficiales en un sitio de tratamiento, suelos superficiales contaminados por reacciones químicas o suelos cercanos a una fuente de escape
Aire	Incluye emisiones de fuentes estacionarias	Emisiones de calderas e industrias
Sólidos consolidados	Cementados o sólidos densos que requieren de gran presión para ser dividido en partes	Concreto, madera, y escombros
Sedimento	Sólidos fijos no consolidados por debajo de	Sedimento en un cuerpo de

Medio	Descripción	Ejemplos
	una capa líquida en movimiento o fija.	agua superficial
Biogás o Vapor	Gas o vapor en una zona vadosa. Esta es una región hidrogeológica extendida desde la superficie del suelo a la parte superior de la tabla principal del agua	Biogás de un sitio de disposición
Agua Subterránea	Agua presente debajo de la superficie de la tierra en la zona no saturada	Aguas superficiales para el monitoreo de sustancias peligrosas en un sitio de disposición

**ANEXO VII**

**TABLA 6. GUIA DE SELECCION DEL DISPOSITIVO. FACTORES ESPECIFICOS DEL DISPOSITIVO**

Dispositivo de Muestreo	Apéndice E, Sección No.	Otros Guías	Tipo de Muestra	Volumen (Litros por pasada)	Comentarios
Muestreador Automático	E.1.1	ASTM D6538 Manual EISOPQA (USEPA 1996b)	Poca profundidad (25pulg) o compuesta	Ilimitado	Son disponibles para la recolección de muestras para análisis de orgánicos volátiles, suministra una muestra simple o compuesta. Requiere de una fuente de energía/batería. Usualmente usada en plantas de tratamiento de agua residual
Bomba Bacon	E.3.1	USEPA 1984 USEPA 1994c	Altura discreta	0.1 a 0.5	Para parámetros que no requieren de un muestreador de PTFE. Recomendado para el muestreo de lagos, estanques, grandes tanques, o lagunas. Puede ser difícil su descontaminación
Bailer	E.7.1	ASTM D 4448 USEPA 1992c USEPA 1996b	Altura discreta	0.5 a 2.0	No son recomendados para el muestreo de aguas superficiales. No es capaz de recolectar muestras a alturas específicas. Disponible en varios tamaños como también los hay desechables y no desechables
Bomba Bladder	E.1.2	ASTM D 1452 ASTM D 4700 ASTM D 6063 Mason 1992 USEPA 1993c	Altura discreta	Ilimitado	Para el muestreo y purga de estanques, superficies comprimidas, o punto de descarga. Requiere de una fuente de energía, gas comprimido, y un controlador. Difícil de descontaminar
Taladro Bucket	E.5.1	ASTM D 1452 ASTM D 4700 ASTM D 6063 Mason 1992 USEPA 1993c	Superficial o a una altura, perturbada	0.2 a 1.0	Fácil y rápido para muestras subterráneas pero no recomendada para orgánicos volátiles. Requiere considerable fuerza
Bomba Centrífuga	E.1.4	ASTM D 4448	Altura discreta	Ilimitado	Para purga y muestreo de estanques, superficies



Dispositivo de Muestreo	Apéndice E, Sección No.	Otros Guías	Tipo de Muestra	Volumen (Litros por pasada)	Comentarios
Sumergible		ASTM D 4700 USEPA 1992c			comprimidas, o puertos de descarga. Requiere una fuente de energía. Ajustable a bajas concentraciones. No compatible con líquidos con alto porcentaje de sólidos
COLIWASA	E.6.1	ASTM D 5495 ASTM D 5743 ASTM D 6063 USEPA 1980	Poca profundidad, compuesta	0.5 a 3.0	Reutilizable. Económico. Los dispositivos de vidrio pueden ser difíciles de descontaminar.
Tubo Hueco Concéntrico	E.4.3	ASTM D 6063 USEPA 1994d	Superficial, relativamente perturbada, selectiva	0.5 a 1.0	Recomendado para materiales arenosos y granulares o desechos en pilas y bolsas, barriles o contenedores similares.
Muestreador Tipo Base (con o sin válvula)	E.4.6	ASTM D 4823 USEPA 1989c	Superficial o a una altura, perturbada	0.2 a 1.5	Diseñado para sólidos húmedos y lodos. Puede ser equipado con cuerdas y tapas. Puede ser usado para compuestos orgánicos volátiles. Reutilizable y fácil de descontaminar.
Muestreador a niveles discretos	E.3.5		Profundas, discretas	0.5 a 0.5	Fácil de descontaminar. Obtiene muestras de un intervalo de tiempo discreto. Limitado para el muestreo de líquidos con un alto contenido de sólidos.
Muestreador Tipo Embolo	E.6.4	ASTM D 5743	Superficial o profunda, discreta	0.2 hasta ilimitada	Usado para recolectar columnas verticales de líquidos. Puede ser desechable o no desechable.
Bomba Peristáltica	E.1.3	ASTM D 4448 ASTM D 6063 USEPA 1996b	Poca profunda, discreta, o compuesta	Ilimitada	Tullí para recolectar muestras desde múltiples alturas de hasta 25 pies. Su descontaminación no es requerida
Bomba de desplazamiento	E.1.5	ASTM D 4448	Profundas, discretas	Ilimitadas	Puede ser usada para purgar y muestrea estanques, comprimidos. Requiere una fuente de energía y de gas.
Muestreador Tubo Valvulado	E.6.3		Pocas Profundas, compuestas	0.3 a 1.6	Usado para la recolección de columnas verticales de líquidos. Disponible en varios materiales para ser desechables o no. Líquidos de alta viscosidad pueden dificultar el muestreo
Paleta	E.7.5	ASTM D 5633 ASTM D 4700 ASTM D 6063	Superficiales, perturbadas, selectivas	0.1 a 0.6	Usualmente para suelos superficiales y muestras de desechos sólidos. Puede usar un muestreo parcial debido al tamaño de las partículas,
Trier	E.4.4	ASTM D 5451 ASTM D 6063	Superficiales, relativamente no perturbadas, selectivas	0.1 a 0.5	Recomendado para materiales granulares o pulverizados, o desechos en pilas o en bolsas, o contenedores similares. Bueno para materiales pegajosos o húmedos



Dispositivo de Muestreo	Apéndice E, Sección No.	Otros Guías	Tipo de Muestra	Volumen (Litros por pasada)	Comentarios
Tubo de Paredes Delgadas	E.4.5	ASTM D 1587 ASTM D 4823 ASTM D 4700	Superficiales o profundas, no perturbadas	0.5 a 5.0	Útil para la recolección de muestras no perturbadas. Puede requerir de un recolector para retener muestras sólidas.
Muestreador Tipo Jeringa	E.3.3	ASTM D 5743 ASTM D 6063	Pocas profundas, discretas, perturbadas	0.2 a 0.5	Recomendado para líquidos altamente viscosos, lodos. Fácil de descontaminar. Obtiene muestras a alturas discretas pero es limitado por la longitud del dispositivo. El desecho debe ser altamente viscoso para estar en el muestreador
Muestreador Oscilatorio	E.7.4		Pocas profundas, compuestas	0.5 a 1.0	Usado para el muestreo de líquidos, polvos, o sólidos pequeños de hasta 12 pies de altura. No disponible para muestras discretas
Split Barrel Sampler	E.4.2	ASTM D 1586 ASTM D 4700 ASTM D 6063	Discretas, no perturbadas	0.5 a 30.0	Puede ser operado manualmente o manualmente por un taladro fijo y personal entrenado. Puede recolectar muestras a profundidades.
Pala	E.7.5	ASTM D 4700	Superficiales , perturbadas	1.0 a 5.0	Usado para recolectar material superficial o muestras grandes de pilas de desechos. Fácil de descontaminar.
Perfilados de Sólidos Fijos	E.6.5		Profundas, compuestas, Solo sólidos suspendidos	1.3 a 4.0	Típicamente usada en plantas de tratamiento de agua residual, estanques con desechos fijos, para medir y muestrear sólidos fijos.
Cuchara	E.7.5	ASTM D 5633 ASTM D 4700 ASTM D 6063	Superficiales , perturbadas, selectivas	<0.1 a 0.6	Usualmente para suelos superficiales y muestras de desechos sólidos.
Dispositivo de base Giratoria	E.5.2	ASTM D 5679	Superficial o profunda, no perturbada	0.5 a 1.0	Puede obtener corazones de suelos consolidados. Requiere de una fuente de energía y una fuente de agua
Dragador Ponar	E.2.1	ASTM D 4387 ASTM D 4342 USEPA 1994e	Fondo de la superficie, rocas, perturbadas	0.5 a 3.0	Uno de los muestreadores mas efectivos para uso general en todos los tipos de sustrato
Muestreador Penetrante	E.4.1	USEPA 1993c	Discreta, no perturbada	0.2 a 2.0	Usado para el muestreo de biogás, suelos, y aguas subterráneas. Versátil,
Muestreador de Jeringa Modificada	E.4.8	ASTM D 4547	Discreta	0.01 a 0.05	Usado para recolectar muestras de un material superficial o para una submuestra tomada de un corazón de suelo
Muestreador de Base Miniatura	E.4.7	ASTM D 4547 ASTM D 6418	Discreta	0.01 a 0.05	Usado para retirar muestras de superficies sólidas, estanques, o corazones se suelos. No puede ser usado en gravas y suelos rocosos.

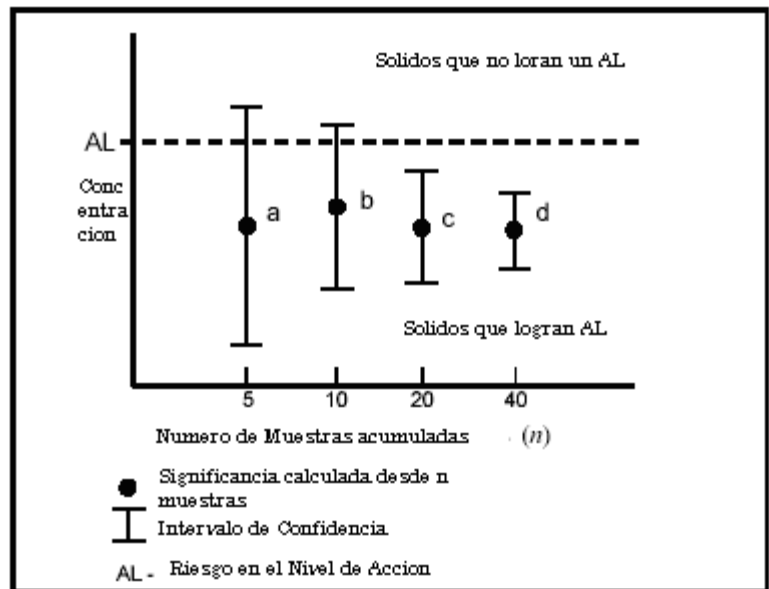


Dispositivo de Muestreo	Apéndice E, Sección No.	Otros Guías	Tipo de Muestra	Volumen (Litros por pasada)	Comentarios
Muestreador de Líquidos Simples	E.7.3		Poca profundidad, discreta, compuesta, solo sólidos suspendidos	0.5 a 1.0	Para el muestreo de líquidos y lodos. Puede ser tapado y sirve como medio de transporte. Fácil de usar. Puede ser bajado a específicas alturas
Lidded sludge/water sampler	E.3.4		Discreta, compuesta	1.0	Una jarra de 1 L situada dentro del dispositivo. Puede muestrear a diferentes alturas y muestrea hasta 40% de sólidos
Muestreador Kemmerer	E.3.2		Profunda, discreta	1.0 a 2.0	Recomendado para lagos, estanques, tanques grandes o lagunas. Puede ser difícil su descontaminación.
Tubo Hueco	E.6.2	ASTM D 6063 ASTM D 5743 USEPA 1994b	Poca profundidad, compuesta	0.1 a 0.5	Su descontaminación puede ser difícil. Limitado por la longitud del muestreador, Recolección de muestras pequeñas, y fluidos viscosos
Cucharón	E.7.2	ASTM D 5358 ASTM D 5013 USEPA 1980	Poca profundidad, compuesta	0.5 a 1.0	Para el muestreo en superficies comprimidas. Económico. No apropiado para el muestreo de desechos estratificados

**ANEXO VIII  
 PROCEDIMIENTO PARA LA APLICACIÓN DE CADA DISEÑO DE MUESTREO**

DISEÑO DE MUESTREO	PROCEDIMIENTO
Muestreo Aleatorio Simple	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Dividir el área de estudio en N cuadrículas de igual tamaño, intervalos (si es sobre tiempo) u otras unidades. El numero total de los posibles puntos de muestreo(N) pueden ser mucho mas que n(numero de muestras a ser recolectadas)</li> <li>2. Asignar series de números consecutivos a cada punto desde 0 a N</li> <li>3. Dibujar n puntos entre 1 y N desde una tabla de números al azar o el uso de una función para escoger números al azar</li> <li>4. Recolectar las muestras en cada n sitios o intervalos</li> </ol>
Muestreo Aleatorio Estratificado	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Usar conocimiento previo del la corriente del desecho o sitio para dividir el blanco en L estratos. El estrato puede representar área, volumen, masa o intervalos de tiempo</li> <li>2. Asignar un peso <math>W_h</math> a cada estrato. El valor de cada <math>W_h</math> puede ser determinado en su importancia relativa o, este puede ser la proporción de volumen, área, masa o área del desecho que esta en el estrato h</li> <li>3. Conducir el muestreo aleatorio dentro de cada estrato</li> </ol>
Muestreo Sistemático	<u>Muestreando sobre Espacio:</u> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Determinar el área del sitio que se va a muestrear</li> <li>2. Denotar el área superficial con A</li> <li>3. Asumir que se esta usando una cuadrícula cuadrada, calcular el espaciamiento entre las esquinas de la cuadrícula(L)</li> </ol>

	$L = \sqrt{\frac{A}{n}}$ <p>Donde n es el número de muestras. La distancia <math>L</math> puede ser redondeada a la unidad mas lejos que puede ser fácilmente medida en campo</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>Para determinar los puntos de muestreo, seleccionar al azar un punto dentro del área de muestreo. Usando este sitio como una intersección de dos líneas de la cuadrícula, construir líneas paralelas a la cuadrícula original separadas por una distancia <math>L</math></li> <li>Recolectar muestras en cada línea de intersección.(13e) Alternamente seleccionar al azar un punto de muestreo dentro de cada bloque de la cuadrícula(Fig. 13G)</li> </ol> <p><u>Muestreando a lo largo de una Línea (ej. Sobre tiempo):</u></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>Determinar el tiempo y punto de inicio y el tiempo total (<math>N</math>) en el cual las muestras van a ser recolectadas</li> <li>Decidir cuantas muestras van a ser recolectadas (<math>n</math>) dentro del periodo de muestreo</li> <li>Calcular un intervalo de muestreo donde <math>k = \frac{N}{n}</math></li> <li>Seleccionar al azar un tiempo de inicio y recolectar una muestra cada <math>k</math>th intervalos hasta que se han obtenido n muestras. Alternamente, seleccionar un punto de muestreo dentro de cada intervalo(fig.13h)</li> </ol>																									
<p>Muestreo de Rangos Fijos</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>Identificar alguna característica auxiliar mediante muestras que pueden ser clasificadas en orden del mas bajo al mas alto</li> <li>Seleccionar al azar <math>m \times m</math> muestras desde la población (por el uso de muestreo aleatorio simple)</li> <li>Colocar esas muestras dentro de m grupos de tamaño m</li> <li>Dentro de cada grupo, clasificar las muestras utilizando información auxiliar en las muestras</li> <li>Seleccionar las muestras que van a ser analizadas de la siguiente manera:       <ul style="list-style-type: none"> <li>En el grupo 1, seleccionar la muestra con la clasificación 1</li> <li>En el grupo 2, seleccionar la muestra con la clasificación 2</li> <li>En el grupo m, seleccionar la muestra con la clasificación m</li> </ul> </li> <li>Repetir los anteriores pasos por r ciclos para obtener un total de <math>n=m \times r</math> muestras para análisis</li> </ol> <div data-bbox="711 1701 1333 2091" style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p><math>m = 4</math> <span style="float: right;">Rank</span></p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 10%;"></th> <th style="width: 20%;">1</th> <th style="width: 20%;">2</th> <th style="width: 20%;">3</th> <th style="width: 20%;">4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Set 1</td> <td style="text-align: center;">●</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">○</td> </tr> <tr> <td>Set 2</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">●</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">○</td> </tr> <tr> <td>Set 3</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">●</td> <td style="text-align: center;">○</td> </tr> <tr> <td>Set 4</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">○</td> <td style="text-align: center;">●</td> </tr> </tbody> </table> <p>● Muestras para el analisis ○ Muestras Ignoradas</p> </div>		1	2	3	4	Set 1	●	○	○	○	Set 2	○	●	○	○	Set 3	○	○	●	○	Set 4	○	○	○	●
	1	2	3	4																						
Set 1	●	○	○	○																						
Set 2	○	●	○	○																						
Set 3	○	○	●	○																						
Set 4	○	○	○	●																						
<p>Muestreo Secuencial</p>	<p>En este procedimiento el muestreo se realiza mediante la toma de una o mas muestras al mismo tiempo hasta que demasiadas muestras hayan sido recolectadas para encontrar un nivel de confianza estadística que no exceda el nivel critico. La siguiente figura muestra como el procedimiento opera:</p>																									



## ANEXO IX ESTRATEGIAS PARA EL MUESTREO DE DESECHOS HETEROGENEOS

### IX.1. INTRODUCCION

“Desechos heterogéneos” incluyen estructuras, escombros, materiales de desecho de construcción, contenedores (barriles, tanques, y envases de pintura), desechos sólidos de laboratorios, procesos de manufactura, y desechos como componentes electrónicos, baterías, y partes de carros. Desechos heterogéneos pueden proponer cambios en el desarrollo e implementación del programa de diseño de muestreo debido a la variedad física en forma, tamaño y composición del material y la falta de herramientas y técnicas para muestrear desechos heterogéneos. La aplicación de técnicas de muestreo convencional en desechos heterogéneos es difícil y a veces no se pueden obtener muestras representativas.

Para desarrollar una estrategia de muestreo para desechos heterogéneos, primero es importante entender la escala, tipo y magnitud de la heterogeneidad.

### IX.2. TIPOS DE HETEROGENEIDAD

La noción de heterogeneidad es relacionada con la escala de observación. Un ejemplo podría ser una pila de arena. Desde una distancia de pocos pies, una pila de arena parece ser uniforme y homogénea, sin embargo, a un rango bajo magnificación es heterogénea. Diferencias sustanciales son encontradas entre granos individuales en sus formas, tamaños, colores, densidades, dureza, composición del material, etc. Para algunos materiales, las diferencias entre granos individuales o partículas no son medibles o no son de relativa significancia para los objetivos del estudio.

A una escala de gran tamaño, como un sitio entero de desecho, rangos largos (escalas largas). Heterogeneidad a larga escala refleja tendencias locales y juega un importante papel en la decisión del uso de una evaluación para identificar patrones espaciales en el sitio, para usar diseños de muestreo estratificado para estimar un parámetro, o para definir los límites de problema del muestreo. Ítems, partículas o fases dentro de un desecho pueden ser distribuidas en varias vías para crear distintamente diferentes tipos de heterogeneidad. Estos tipos de heterogeneidad incluyen:

- Heterogeneidad al Azar: ocurre cuando ítems no similares son distribuidas de manera aleatoria por toda la población
- Heterogeneidad no al Azar: ocurre cuando ítems no similares son distribuidas de manera no aleatoria, resultando en la generación de estrato. El término de

estrato se refiere a subgrupos de una población separados en espacio, en tiempo, o por componentes remanentes de una población.

Las diferencias entre ítems o partículas que resultan de la heterogeneidad son debidas a las diferencia en su composición o propiedades. Una de esas propiedades - tamaño de la partícula - merece especial consideración porque significantes diferencias en el tamaño de la partícula son comunes y pueden complicar el muestreo debido al error fundamental. El error fundamental puede ser reducido solo a través de la reducción del tamaño de la partícula o la recolección de muestras suficientemente grandes.

Existen tres tipos de heterogeneidad que se describen en las normas ASTM: 1) Homogéneo, 2) Heterogéneo al azar, y 3) Poblaciones heterogéneas no al azar. Poblaciones dentro de barriles representan diferentes tipos de distribución espacial mientras que las poblaciones que vienen de una descarga representan tipos de distribución temporal.

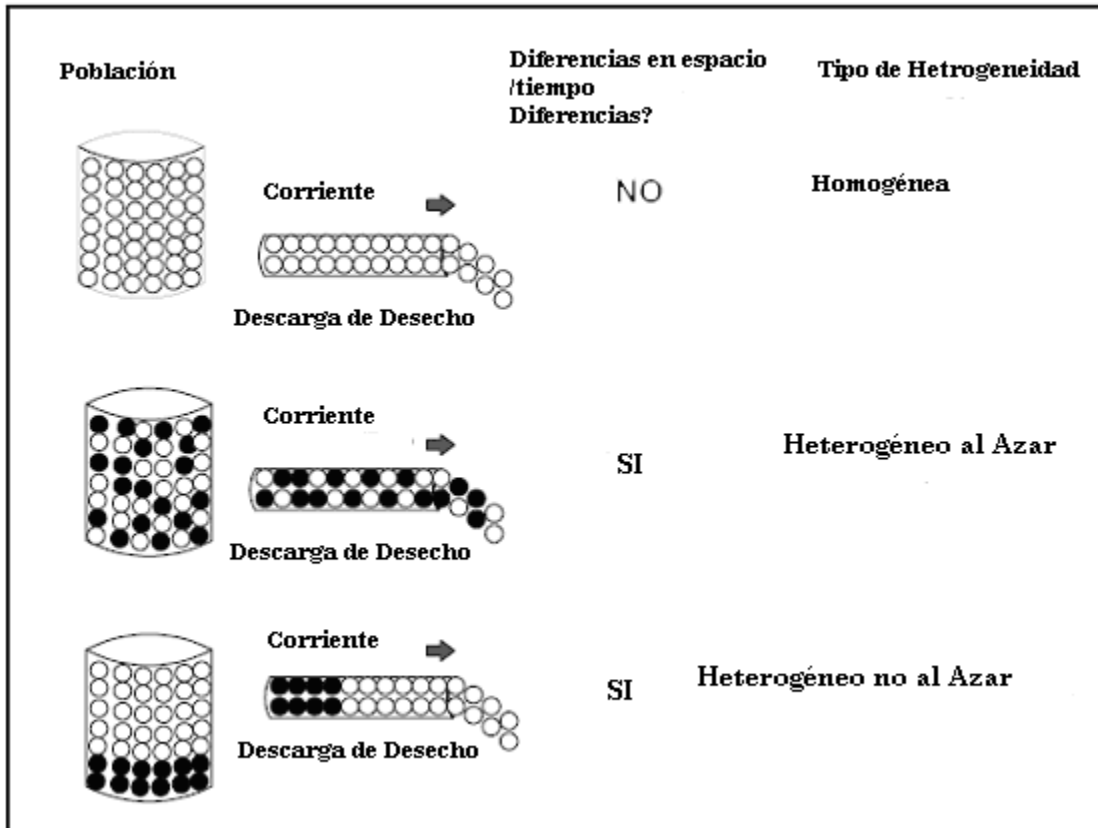


Figura IX.1. Diferentes Tipos de Heterogeneidad Espacial y Temporal

### IX.3. MAGNITUD DE HETEROGENEIDAD

Magnitud de heterogeneidad es el grado de diferencias en las características de interés en los fragmentos, partículas o volúmenes dentro de la población. Pueden clasificarse desde una población donde los ítems son muy similares, siendo prácticamente homogénea, a una población donde los ítems son muy diferentes. Medidas estadísticas de dispersión, la varianza y la desviación estándar, son indicadores útiles de los grados de heterogeneidad dentro de un desecho o un sitio.

Si el desecho exhibe heterogeneidad no al azar y una alta magnitud de heterogeneidad, entonces considerar como segregados (en el punto de generación) o el manejo del desecho como dos o mas unidades separadas. Esta técnica puede requerir conocimiento previo de las porciones del desecho que caen dentro de cada categoría especificada (como escombros peligrosos o no peligrosos).

### IX.4. DISEÑOS DE MUESTREO PARA DESECHOS HETEROGENEOS

La escogencia del adecuado diseño de muestreo para caracterizar desechos heterogéneos depende de los objetivos del estudio (identificación o clasificación del desecho, caracterización del sitio, etc.), los objetivos de los datos de calidad, el tipo y magnitud de heterogeneidad, y consideraciones prácticas como acceso a todas las porciones del desecho, seguridad y la disponibilidad de equipos para la obtención y preparación de las muestras.



Como se dijo anteriormente existen dos categorías de diseños de muestreo: Muestreo Probabilístico que se refiere a diseños de muestreo en el cual todas las partes del desecho o medio bajo un estudio tienen una probabilidad conocida de estar dentro de la muestra.

- Desecho Heterogéneos al Azar: Un diseño de muestreo probabilístico como una muestra al azar o un muestreo sistemático puede ser usado. Al menos una de las dos estrategias de recolección de muestras, sin embargo, también pueden ser usadas para mejorar la precisión del diseño de muestreo: 1) Tomar muestras individuales muy grandes o, 2) Tomar varios incrementos para formar cada muestra individual
- Desechos Heterogéneos no al azar: Una de las dos estrategias pueden ser utilizadas para mejorar el diseño de muestreo: 1) Si el objetivo es estimar un parámetro de la población general (como la distancia media) un muestreo al azar estratificado puede ser usado, 2) Si el objetivo es caracterizar cada estrato separadamente, una técnica apropiada para separar cada estrato en su punto de generación, y caracterizar y manejar cada estrato separadamente.

Si cualquier forma de muestreo estratificado es usada, entonces uno de los tres tipos de estratificación puede ser considerado:

- Estratificación por espacio
- Estratificación por tiempo
- Estratificación por componente

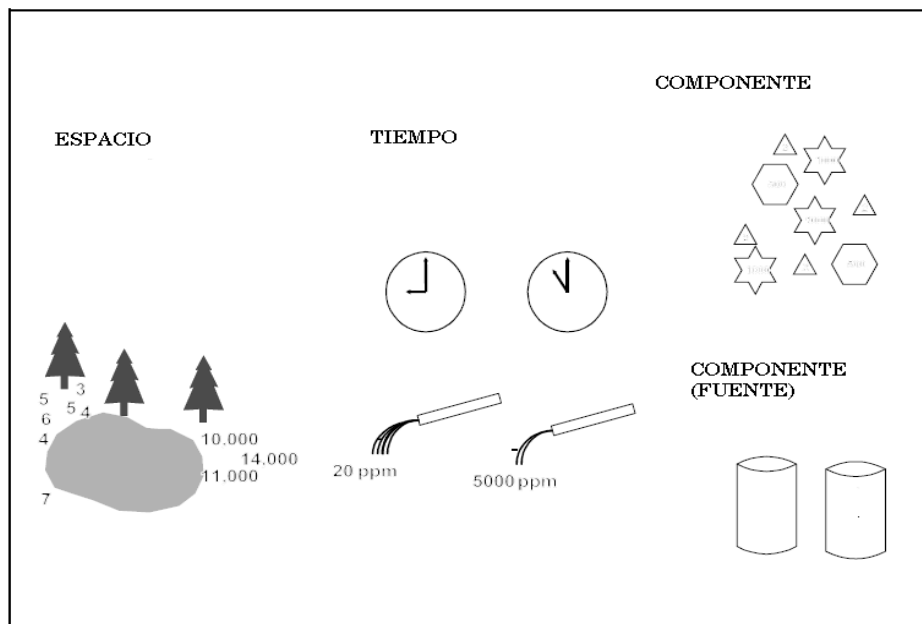


Figura IX.2. Tres diferentes tipos de estrato

### EJEMPLOS DE LOS TRES TIPOS DE ESTRATIFICACION

TIPO DE ESTRATIFICACION	ESCENARIO EJEMPLO
Estratificación a través del espacio	Una acción de limpieza se requiere para remover 2 pies de sólidos en la parte superior del sitio. Antes de la excavación, el transportador del desecho desea conocer la concentración de los constituyentes del sólido que va a ser removido. Las 6 pulgadas superiores del sólido son conocidas para ser de mas alta contaminación que las 18 pulgadas de sólido remanente; el muestreo del sólido puede ser mas eficiente por la estratificación del sólido en dos subpoblaciones- la porción superior de 6 pulgadas y la porción de la parte inferior de 18 pulgadas
Estratificación a lo largo del tiempo	Una descarga de desechos desde varios tubos a lo largo del tiempo
Estratificación por componentes	Escombros cubiertos con pintura en la misma estructura con materiales como vidrio

TIPO DE ESTRATIFICACION	ESCENARIO EJEMPLO
	y madera pueden ser muestreados por componentes.

### IX.5. TECNICAS DE MUESTREO PARA DESECHOS HETEROGENEOS

Algunos métodos usados para muestreo de estructuras contaminadas o escombros son los siguientes:

- Cortar el escombro en piezas, después aplastarlo y molerlo, con esto puede tener un manejo en el laboratorio como una muestra sólida
- Taladrar el molde seguido de la recolección de cortes para luego ser analizados. Esta técnica puede requerir 20 a 50 sitios de perforación en un área local para obtener un volumen suficiente
- Moler una estructura entera en un tubo y después aplicar las técnicas convencionales de muestreo

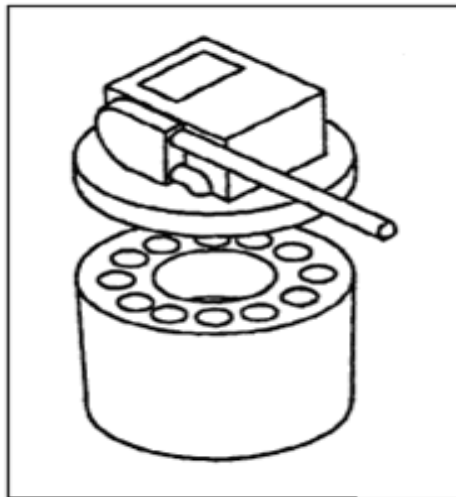
## ANEXO X DISPOSITIVOS DE MUESTREO

### X.1. BOMBAS Y SIFONES

Pueden ser usadas para obtener muestras de desechos líquidos y aguas subterráneas.

**X.1.1. MUESTREADOR AUTOMATICO** Es un tipo de dispositivo de bombeo usado para la recolección de muestras periódicamente. Es recomendado para el muestreo de aguas superficiales y puntos de descarga. Este dispositivo puede ser usado en sistemas de recolección de aguas residuales y plantas de tratamiento e investigaciones de muestreo de corrientes. Se pueden encontrar muestreadores automáticos para análisis de orgánicos volátiles.

Un muestreador automático usa bombas peristálticas como mecanismo de muestreo. Estas pueden ser programadas para obtener muestras en intervalos de tiempo o para obtener muestras continuas



**Figura X.1.** Muestreador automático

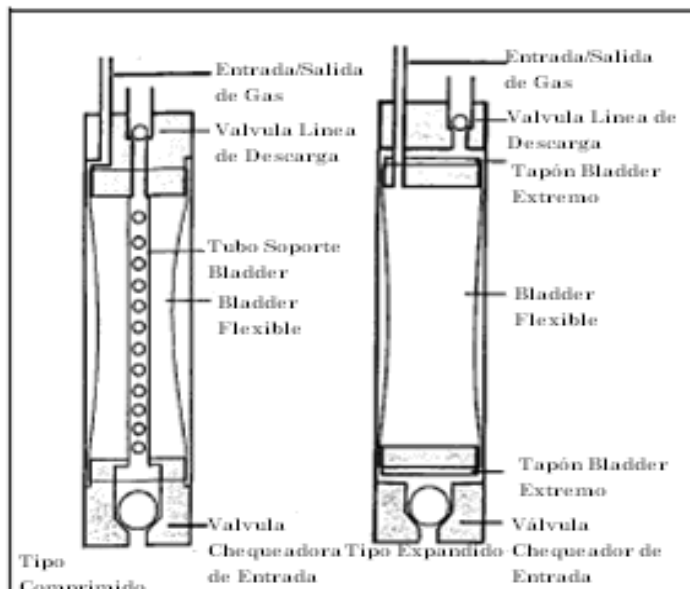
#### Ventajas

- Puede proveer muestras simples o compuestas sobre el tiempo
- Opera sin ser atendida, y puede ser programada para tomar muestras a volúmenes variables en tiempos variables

#### Limitaciones

- Requiere de energía eléctrica para su funcionamiento
- Puede ser difícil su descontaminación
- Puede no operar correctamente cuando existe alto porcentaje de sólidos en una corriente líquida

**X.1.2. BOMBA BLADDER** Recomendada para el muestreo de aguas superficiales, aguas subterráneas y puntos de descarga. También puede ser usada para el muestreo de líquidos en superficies comprimidas. Consiste de una membrana flexible encerrada por un contenedor y puede ser construida de una variedad de materiales como neopreno, caucho, acero inoxidable, nitrilo, etc. Existen dos tipos de bomba Bladder: tipo comprimido y tipo expandido. El de tipo apretado tiene el bladder conectada a la línea de descarga de la muestra. La cámara entre el bladder y la muestra es conectada a una línea de gas. El de tipo expandido tiene el bladder conectado a la línea de gas. En este tipo de bomba bladder, la cámara entre el bladder y la muestra es conectada a la línea de descarga de la muestra. Durante el muestreo, el agua entra al dispositivo mediante una válvula que esta en el fondo del dispositivo. Aire comprimido o gas es entonces inyectado al dispositivo. Esto causa que el bladder se expanda o se comprima dependiendo del tipo de la bomba Bladder. La válvula se cierra y los contenidos del dispositivo son forzados para que entren a una línea de descarga. La parte superior de la válvula previene que le agua se devuelva. Por cambios de presión, el proceso es repetido para recolectar mas muestras.



**Figura X.2.** Bomba Bladder

#### Ventajas

- El conveniente para el muestreo de líquidos conteniendo componentes volátiles
- Puede recolectar muestras de hasta 60m de profundidad

#### Limitaciones

- La operación requiere grandes contenidos de aire comprimido o gas y un controlador
- Requiere de un fuente de energía eléctrica
- Puede ser pesado y difícil de operar
- Su descontaminación puede ser difícil

**X.1.3. BOMBA PERISTÁLTICA** Es una bomba elevada de succión usada en la superficie para recolectar líquidos desde aguas subterráneas o superficies comprimidas. Puede ser usada para el muestreo de agua superficial, agua subterránea, puntos de descargas, líquidos comprimidos, y desechos líquidos de varias capas. Este dispositivo consiste de un rotor con rodillos almohadillados y este tiene una pieza de tubo flexible enroscada alrededor del rotor de la bomba y conectado a dos piezas de politetrafluoroetileno u otro tubo disponible. El otro lado es conectado al contenedor de la muestra. Un tubo de silicona es comúnmente usado dentro de la cabeza de la bomba, sin embargo, para propósitos de muestreo de orgánicos, silicona medica es recomendad evitar la contaminación de la muestra.

Durante la operación el rotor aprieta el tubo flexible, causando un vacío para ser aplicado al tubo añadido. El material de muestra es atraído dentro del tubo añadido y descargado a través del final del tubo flexible. Para muestras líquidas en barriles, la bomba peristáltica es usada primeramente para mezclar la muestra. Ambas puntas del

tubo son situadas en el contenedor y seguidamente se enciende la bomba. Una vez es terminada la mezcla, la muestra es recolectada como se describió anteriormente. Para la recolección de muestras para análisis de orgánicos volátiles el tubo unido al final de la bomba es llenado con la muestra y después es desconectado de la bomba.

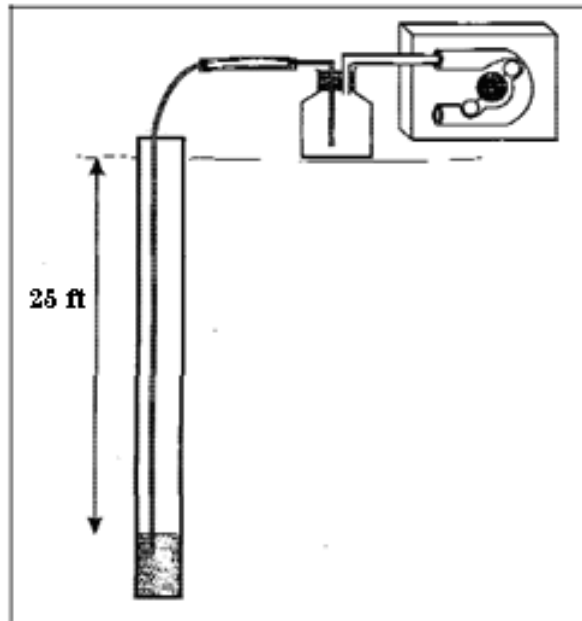


Figura X.3. Bomba Peristáltica

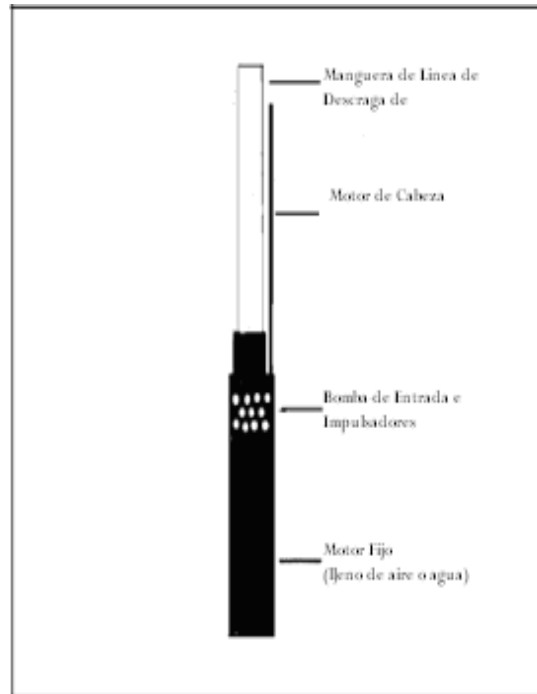
#### Ventajas

- Puede recolectar muestras desde varias profundidades y diámetros pequeños
- Fácil para usar
- La bomba no requiere ser descontaminada. El tubo puede ser descontaminado o reemplazado

#### Limitaciones

- La formación del vacío puede provocar pérdidas de contaminantes volátiles
- Profundidades para el muestreo no pueden exceder los 7.6m
- Requiere un fuente de energía eléctrica
- 

**X.1.4. BOMBA CENTRÍFUGA SUMERGIBLE** Es un tipo de bomba usada para purgar y monitorear el muestreo de pozos. Las partes que están en contacto con el agua pueden ser hechas de PTFE y acero inoxidable. La manguera de la bomba puede ser hecha de PTFE u otro material disponible. La cavidad del motor es llenado de aire o agua desionizada o destilada que puede ser reemplazada cuando sea necesario. Las tasas de flujo de la bomba van desde 100mL por minuto a 9 galones por minuto. Durante la operación el agua es atraída por una leve succión creada por la rotación de los impulsores. Los impulsores trabajan contra los platos fijos y presuriza el agua, la cual es hacia la superficie a través de la manguera de descarga.



**Figura X.4.** Bomba Centrífuga Sumergible

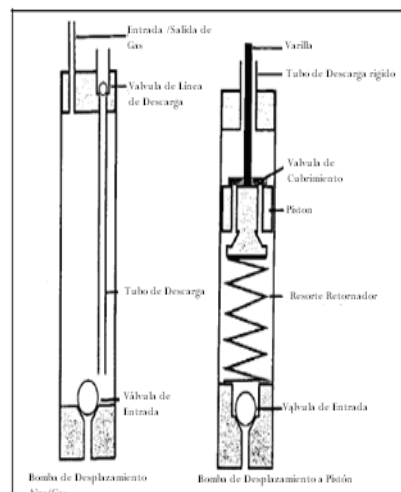
**Ventajas**

- Puede ser construida de materiales que son químicamente resistentes
- Puede ser usada para bombeo de líquidos de hasta 75 m de profundidad
- Las tasas de flujo son ajustables

**Limitaciones**

- Puede ser no compatible con líquidos que contengan alta concentración de sólidos
- No es apropiada para la recolección de muestras para análisis de orgánicos volátiles.

**X.1.5. BOMBAS DE DESPLAZAMIENTO** Es un tipo de bomba para el muestreo de aguas superficiales, aguas subterráneas, puntos de descarga y otros tipos de líquidos. Esta bomba fuerza una columna de agua discreta hacia la superficie con una elevación mecánica. Durante la operación, el agua entra el dispositivo a través de una válvula que se encuentra en la parte inferior del dispositivo. Esta es comúnmente construida de PVC, acero inoxidable o ambas. Dos tipos comunes de bombas de desplazamiento incluyen la bomba de desplazamiento aire/gas y la bomba de desplazamiento pistón. El primer tipo de bomba de desplazamiento usa gas comprimido y opera con la aplicación positiva de presión a la línea de gas. Esto genera que la válvula de entrada se cierre y la válvula de la línea de descarga se abra, forzando el agua hacia arriba por la línea de descarga hasta la superficie. El segundo tipo de bomba de descarga usa una barra accionada desde la superficie o desde un activador eléctrico o de aire. El pistón es operado mecánicamente liberando la muestra a la superficie al mismo tiempo que la cámara es llenada.



**Figura X.5.** Bombas de Desplazamiento

#### Ventajas

- Puede ser construida de PTFE para reducir el riesgo de contaminación

#### Limitaciones

- Puede ser difícil su descontaminación
- Requiere grandes volúmenes de aire o gas para su funcionamiento

### X.2. DRAGADOS

Los sistemas de dragados incluyen equipos que se usa para recolectar material que se encuentra en el fondo de un contenedor (sedimentos) debajo de una capa de líquido en movimiento o un líquido estacionario. Una variedad de dragados son disponibles incluyendo el muestreador Ekman y el Dragador Ponar.

**X.2.1. DRAGADOR PONAR** Es recomendado para el muestreo de sedimentos. Este dispositivo tiene un par de mandíbulas que penetran el sustrato y se cierran para retener la muestra. El rango de volumen de la muestra es de 0.5 a 3.0 Litros (ASTM D 6232). Es bajado lentamente con una velocidad controlada con tal de que el dispositivo se ubique adecuadamente y evitando que la superficie de muestreo sea removida. La poca tensión bloquea la abertura de las mandíbulas y permite que el dispositivo se cierre hasta que se llene en su totalidad. El dispositivo es subido lentamente para evitar disturbios en la muestra.

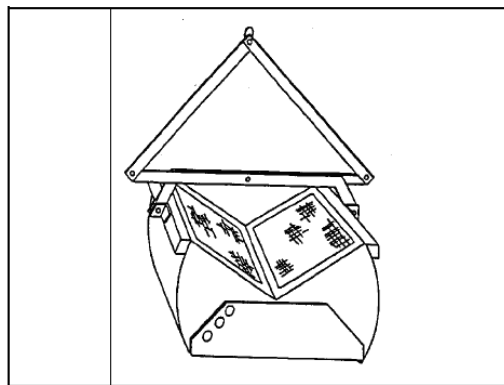


Figura X.6. Dragador Ponar

#### Ventajas

- Reutilizable
- Puede obtener muestras de varios tipos de sedimentos estacionarios extendidos desde fango hasta material granular
- Disponible en diferentes rangos de peso y tamaño

#### Limitaciones

- No adecuado para la recolección de muestras no perturbadas
- Puede ser difícil su descontaminación
- No puede recoger una muestra representativa repetidamente en varias ocasiones a la misma profundidad y posición

### X.3. MUESTREADORES A ALTURAS DISCRETAS

Son dispositivos que pueden recolectar muestras a alturas específicas.

**X.3.1. BOMBA BACON** Es un tipo de muestreador a una altura discreta que provee una muestra desde una altura específica en un cuerpo estacionario de agua o desecho. Es recomendada para el muestreo de aguas superficiales y usualmente usada para recolectar muestras desde un lago o estanque. También se usa para recolectar muestras de desechos líquidos de grandes tanque o lagunas. El rango de volumen de la muestra es desde 0.1 a 0.5 litros (ASTM D 6232). Tiene un cuerpo cilíndrico, el cual es bajado dentro del material por una cuerda de soporte primaria y tiene un tapón interno que actúa como una válvula para admitir la muestra. Una segunda cuerda es atada en la parte superior del tapón para abrir y cerrar la válvula después del muestreo. La bomba permanece cerrada hasta que se acciona para recolectar la muestra. La recolección de la muestra es accionada por el levantamiento del tapón y permitiendo que el dispositivo se llene de la muestra. El dispositivo es entonces cerrado halando la cuerda del tapón. El

dispositivo es retornado a la superficie por la cuerda primaria de soporte, y la muestra es transferida directamente al contenedor.

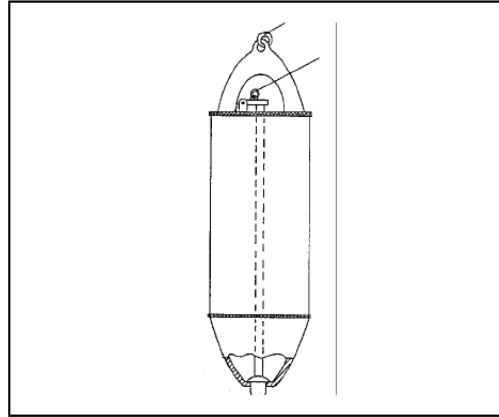


Figura X.7. Bomba Bacon

#### Ventajas

- Recolecta muestras a ciertas distancias, y no es abierta hasta alcanzar la altura deseada
- Fácil uso

#### Limitaciones

- Puede ser difícil su descontaminación
- Máxima capacidad de muestra es solo 500mL
- Materiales de construcción pueden no ser compatibles con parámetros de interés

**X.3.2. Muestreador Kemmerer** Es un tipo de muestreador a una altura discreta que provee una muestra desde una altura específica en un cuerpo estacionario de agua o desecho. Es recomendada para el muestreo de aguas superficiales y usualmente usada para recolectar muestras desde un lago o estanque. También se usa para recolectar muestras de desechos líquidos de grandes tanque o lagunas. El rango de volumen de la muestra es de 1 a 2 Litros.

El dispositivo comprende un brazo cilíndrico con tapones de cauchos en ambas esquinas. Las esquinas son dejadas abiertas mientras el dispositivo es bajado en una posición vertical, permitiendo un paso de agua o aire a través del cilindro. Cuando el dispositivo está a la altura deseada, un mensaje es enviado hacia para que los tapones sean cerrados. El dispositivo es entonces subido y la muestra es removida a través de una válvula hacia un contenedor.

#### Ventajas

- Puede recolectar muestras a alturas discretas
- Provee correcta delimitación y extracción de la muestra
- Fácil uso

#### Limitaciones

- Puede ser difícil su descontaminación
- El muestreador se expone al medio en otras profundidades mientras que es bajado a un punto de muestreo en la profundidad deseada

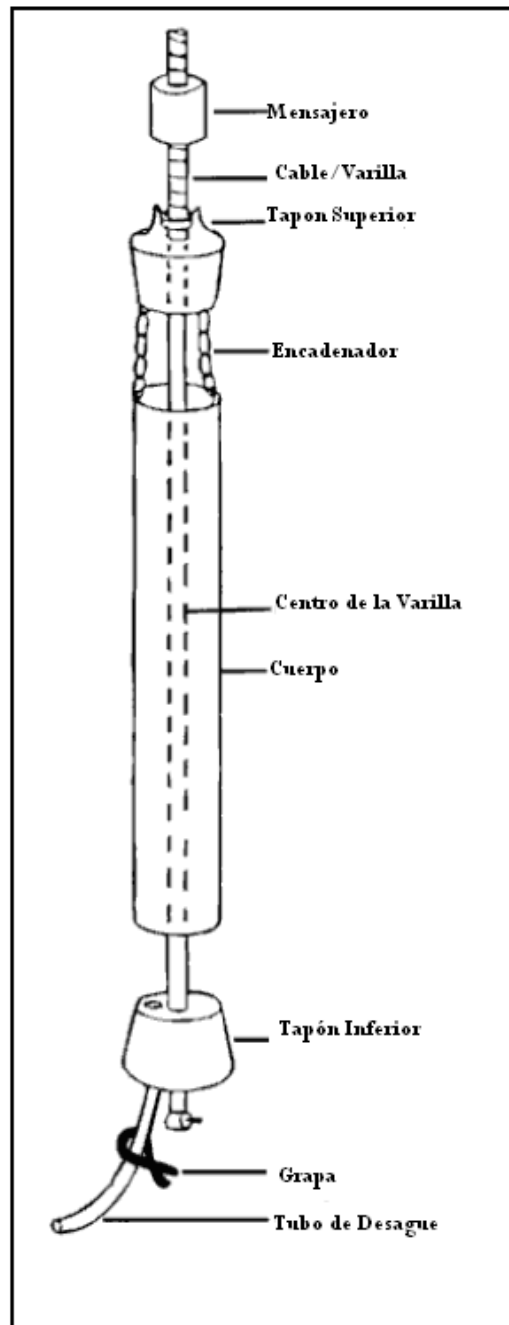


Figura X.8. Muestreador Kemmerer

**X.3.3. MUESTREADOR TIPO JERINGA** En un dispositivo para muestrear líquidos a alturas discretas. Con la opción de la base extrema, puede ser utilizado como dispositivo de base para muestrear líquidos altamente viscosos, lodos, y sustancias grumosas. Es usado para la recolección de muestras desde barriles, tanques, y superficies comprimidas, también puede obtener muestras cuando solo una cantidad pequeña permanece en el fondo del tanque o barril. El rango de volumen de la muestra es de 0.2 a 0.5 Litros.

Este dispositivo es construido de un pistón que comprime una manilla en forma de T, una tuerca de seguridad, una barra de control, un montaje con cuerpo de pistón, un montaje de tubo de muestreo y dos extremidades. Cuando se usa como jeringa, el dispositivo es bajado al punto de muestreo y la manivela en forma de T es gradualmente levantada para recolectar la muestra. Una vez se ha obtenido la muestra deseada, la tuerca de fijación se aprieta para asegurar la barra pistón y la válvula inferior es cerrada apretando muestreador contra el lado o el fondo del envase. Cuando es usado como un dispositivo en una base, el dispositivo es lentamente introducido dentro del material. Cuando se tiene la muestra deseada, la tuerca de fijación se aprieta para asegurar la barra pistón y el dispositivo se retira del medio. El material de muestra es sacado dentro del contenedor abriendo la válvula inferior, aflojando la tuerca de fijación, y presionando el pistón hacia abajo.



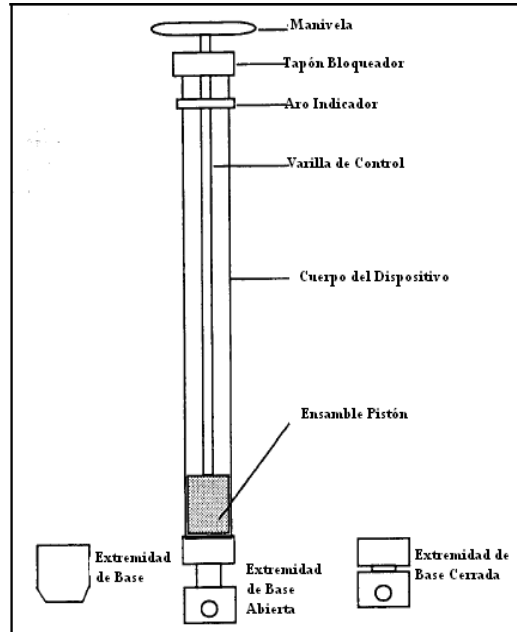


Figura X.9. Muestreador Tipo Jeringa

**Ventajas**

- Es fácil de usar y descontaminar
- Puede muestrear fondos de contenedores

**Limitaciones**

- Se puede utilizar a profundidades de cerca de 1.8 metros solamente

**X.3.4. MUESTREADOR AGUA/LODO TAPADO** Es un dispositivo que proporciona muestras a alturas específicas. Es usado para recolectar lodos o desechos sólidos provenientes de tanque, camiones con tanque, y estanques. Puede muestrear líquidos, desechos líquidos de varias capas, y desechos con fases con mezclas sólidas/liquidas. El volumen de muestra típico es 1.0 Litro.

Comprende una jarra de virio desprendible, algunas veces con un cortador para materiales con contenidos de más de 40% de sólidos que es montado en un dispositivo de acero inoxidable.

El dispositivo es introducido dentro del material que va a ser muestreado y abierto a la altura deseada. La manivela superior es rotada verticalmente a la jarra y abre y cierra la tapa. El dispositivo es retirado del material, la jarra es removida del dispositivo levantándolo desde el contenedor, y la jarra sirve como contenedor de la muestra.

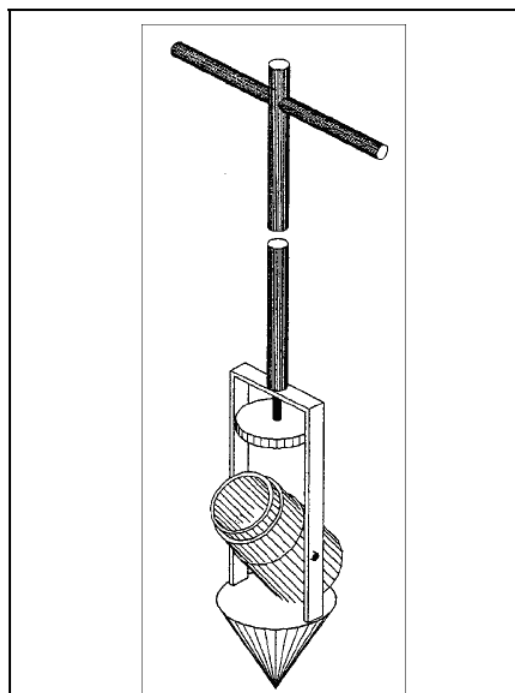


Figura X.10. Lidded Sludge/Water Sampler

#### Ventajas

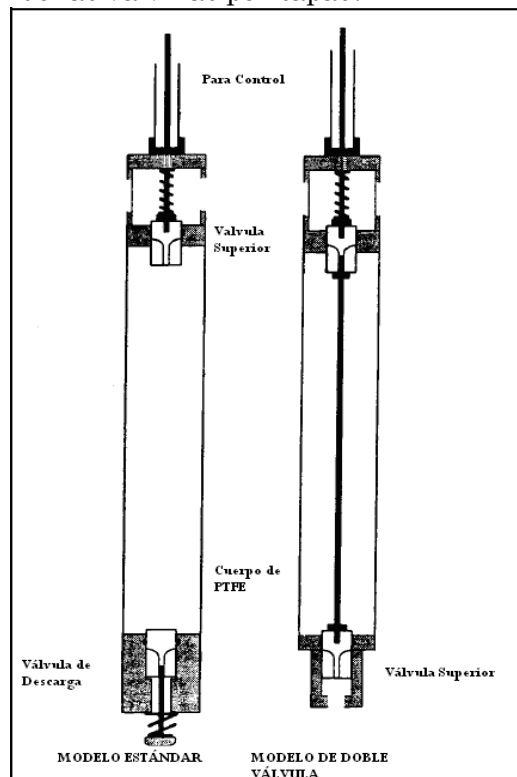
- La jarra del dispositivo también sirve como contenedor
- Las botellas y las tapas son únicas en cada muestra, por lo tanto, la descontaminación de un envase no se requiere

#### Limitaciones

- Pesado y limitado a un tamaño de la botella
- El lodo grueso es difícil de muestrear

**X.3.5. MUESTREADOR A NIVELES DISCRETOS** Es un muestreador cilíndrico desmontable ajustada con una válvula operada manualmente. Es recomendado para el muestreo de aguas superficiales, aguas subterráneas, puntos de descarga, líquidos, líquidos con múltiples capas, y es usado para el muestreo de tanque, contenedores, pozos, y superficies comprimidas. El rango de volumen de muestra típico es de 0.2 a 0.5 Litros. Este dispositivo está compuesto de un tubo ajustado con válvulas operadas manualmente, las cuales son operadas por un montaje de control atado a la parte más alta del dispositivo. Este montaje consiste de un tubo rígido y una vara o tubo flexible y una cuerda interna.

Para recoger una muestra, el dispositivo se introduce dentro del material de la muestra a la profundidad de muestreo deseada. La válvula o las válvulas son abiertas manualmente para recoger la muestra y se cierra antes de recuperar el dispositivo. El modelo estándar es vaciado presionando la válvula de descarga contra el lado del envase de muestra. El muestreador de válvula dual es vaciado abriendo las válvulas manualmente. Alternativamente, la muestra recogida se puede llevar al laboratorio en el dispositivo substituyendo las válvulas por tapas.



**Figura X.11.** Muestreador a Niveles Discretos

#### Ventajas

- Relativamente fácil de descontaminar
- Puede ser usado para muestras líquidas en la mayoría de las situaciones ambientales
- Puede ser operado en ambientes peligrosos
- El cuerpo del dispositivo puede ser usado como dispositivo de almacenamiento y transporte

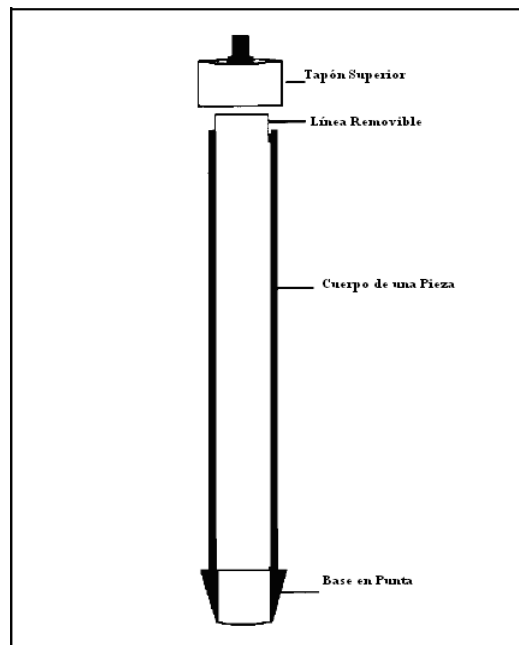
#### Limitaciones

- Limitado para muestrear capacidades de 240-475 ml
- Puede ser incompatible con los líquidos con alto porcentaje de sólidos

#### X.4. DISPOSITIVOS A PRESION

**X.4.1. MUESTREADOR PENETRANTE** Es un dispositivo empujador, por lo tanto, provee un núcleo de muestra. Es recomendado para el muestreo de sólidos. El rango de volumen de la muestra es de 0.2 a 2.0 Litros.

Consiste de uno o varios tubos de acero roscados, una tapa superior, y una extremidad de acero desmontable. Los tubos de acero tiene un diámetro de 1 pulgada o de menos longitud.



**Figura X.12.** Muestreador Penetrante

##### Ventajas

- Fácil de descontaminar y es reutilizable
- Puede proveer muestras para análisis en el sitio de muestreo
- Versátil y puede muestrear 15 a 20 localizaciones al día para cualquier combinación de matrices

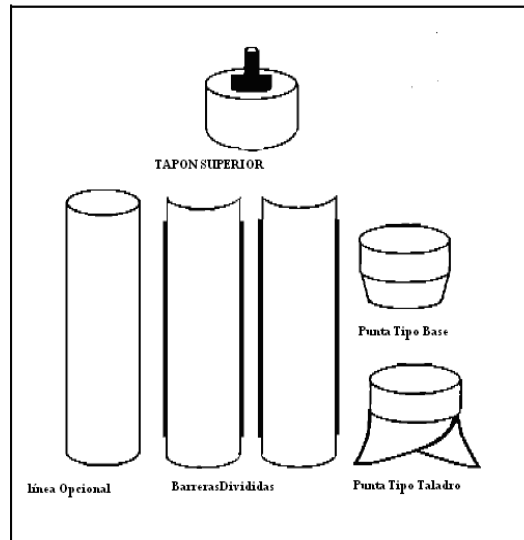
##### Limitaciones

- Puede ser pesado y voluminoso dependiendo del tamaño usado
- Limitado por la composición de materiales subterráneos y accesibilidad a materiales más profundos
- Puede ser inadecuado para los materiales que requieren fuerza mecánica para su penetración

**X.4.2 MUESTREADOR (Split Barrel Sampler)** Es un dispositivo empujador frecuentemente usado con un equipo de taladro para recoger muestras subterráneas. Los materiales que se muestrearán debe ser bastante húmedos permanecer en el muestreador. El rango de volumen de muestra es de 0.5 a 30 Litros.

Consiste de un tubo largo de acero dividido longitudinalmente y equipado con un impulsador hecho de acero y un conductor. El impulsador es desprendido y puede ser reemplazado deformado. Su longitud es típicamente de 18 a 30 pulgadas y su diámetro interior es de 1.5 a 2.54 pulgadas. Puede ser usado para tomar muestras sólidas no alteradas a alturas considerables.

Este dispositivo es situado sobre la superficie del material que va a ser muestreado, empujándolo hacia abajo mientras que se tuerce levemente. Un taladro puede ser adherido al equipo, ya que la presión a mano algunas veces es difícil. Cuando la altura es alcanzada, el dispositivo es torcido para partir el centro de la muestra, entonces el dispositivo es retirado del material. La muestra puede ser removida desde el barril o el medio de transporte para el análisis. Con una cuerda, la muestra puede ser removida con una mínima cantidad de disturbios.



**Figura X.13.** Split Barrel Sampler

#### Ventajas

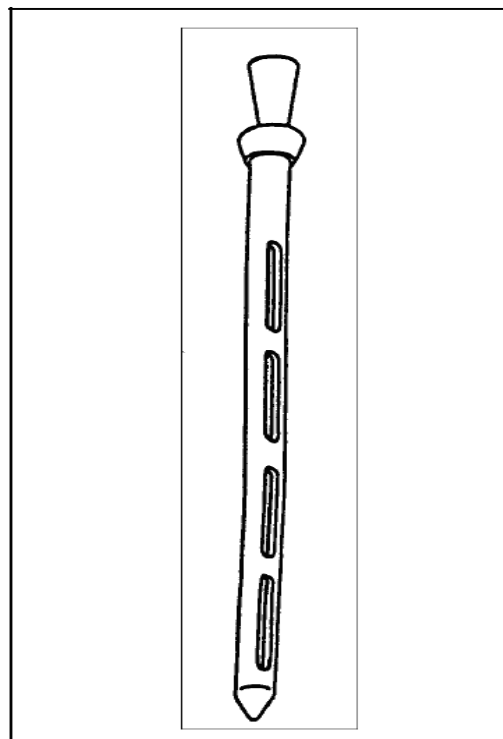
- Reutilizable, fácil de descontaminar y de usar
- Proporciona una muestra relativamente imperturbada, por lo tanto, puede reducir al mínimo la pérdida de compuestos orgánicos volátiles

#### Limitaciones

- Requiere un taladro o un aparato de empuje para las muestras profundas.

**X.4.3. TUBO HUECO CONCENTRICO** Es un dispositivo de empuje que en donde el usuario empuja directamente el material que se muestreará. Puede ser usado para muestras sólidas arenosas o granulares y desechos en pilas o bolsas, tanque o contenedores similares. Los tubos concéntricos son generalmente de 61 a 100cm de longitud y 1.27 a 2.54 cm de diámetro. El rango de volumen de la muestra es de 0.5 a 1.0 Litros.

Consiste en dos tubos con ranuras. El tubo mas exterior tiene un extremo puntiagudo conico en uno de sus extremos el cual permite que el tubo penetre el material que esat siendo muestreado. El tubo es abierto y cerrado por la rotación del tubo interior, y es insertado dentro del material cuando esta cerrado. Una vez insertado, el tubo interior es rotado abiertamente y el dispositivo es meneado para permitir que el material entre por las aberturas. Después el tubo es cerrado y retirado.



**Figura X.14.** Tubo Hueco Concéntrico

Ventajas

- Es un buen muestreador de presión directa para materiales secos no consolidados
- Fácil de usar

Limitaciones

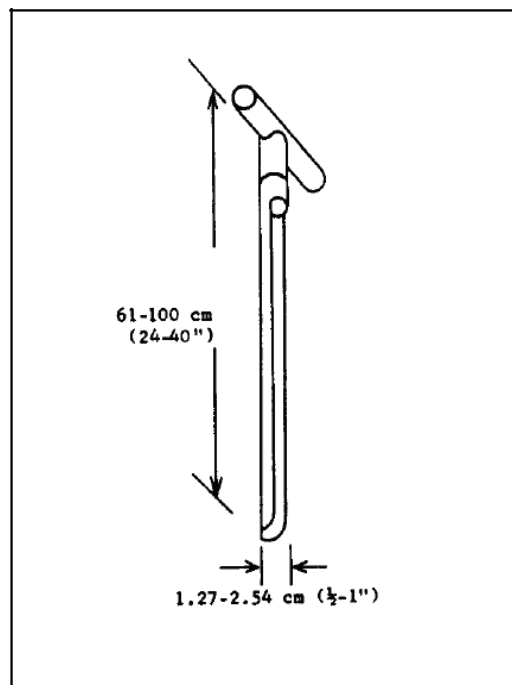
- Puede ser difícil su descontaminación
- No recomendado para el muestreo de materiales húmedos o pegajosos
- No recolecta muestras que contengan todos los tamaños de partícula si el diámetro de la partícula sólida más grande es una mitad mayor que del ancho de la ranura

**X.4.4. TRIER** Es un dispositivo de empuje que asemeja una cuchara alargada y es usada para muestrear sólidos húmedos o pegajosos con un diámetro de partícula menor que una mitad de una porción de diámetro del tubo. Puede ser utilizado para muestrear suelos y materiales cohesivos de grano fino similares. El volumen de rango típico de la muestra es de 0.1 a 0.5 Litros.

Consiste de una manivela conectada a un tubo cortado longitudinalmente, con una extremidad afilada que permite cortar el material.

Típicamente son de 61 a 100cm de longitud y 1.27 a 2.54 cm. de diámetro, usados como un dispositivo de corte vertical, donde una muestra cilíndrica o relativamente completa puede ser extraída.

El dispositivo es empujado dentro del material que va a ser muestreado y girado una o dos veces para cortar el corazón del material. La rotación se para con la abertura abierta señalada hacia arriba. El corazón es removido del hueco, evitando que el material de la sobrecarga se convierta en una parte de la muestra.



**Figura X.15.** Traer

Ventajas

- Es un buen muestreador de presión directa para materiales húmedos o pegajosos
- Liviano, fácil de usar y de descontaminar

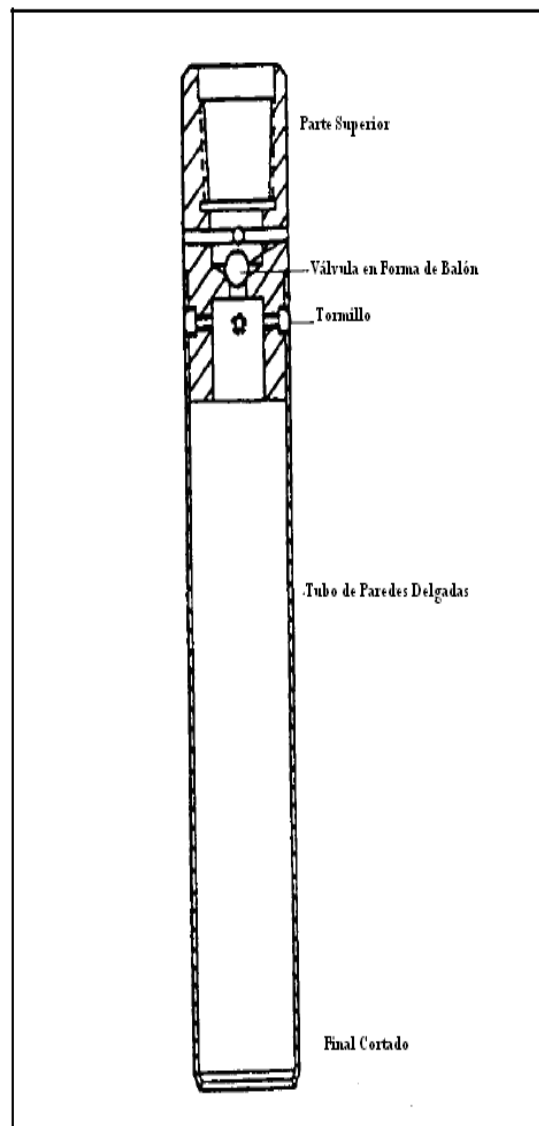
Limitaciones

- Limitado para muestrear tamaños de partícula dentro del diámetro del tubo insertado y no recogerá partículas de mayor tamaño que la anchura de la ranura.
- No recomendado para el muestreo de sólidos secos no consolidados
- Solamente el muestreo superficial, y la profundidad de la muestra es limitado por la longitud del tubo

**X.4.5. TUBO DE PAREDES DELGADAS** Es un dispositivo para el muestreo de sólidos cohesivos, no consolidados, particularmente suelos. No se recomienda para grava o suelo rocoso. El rango del volumen de muestra es de 0.5 a 5.0 litros. Tiene comúnmente 30 pulgadas de largo y con diámetros exteriores de 2, 3, y 5 – pulgadas.

El tubo se une con tornillos de presión a una longitud de una barra sólida o tubular, y el extremo superior de la barra, o la cabeza del muestreador, es enroscada para aceptar una manija o una barra de extensión. El tubo puede ser utilizado conjuntamente con los taladros del mismo tamaño.

El extremo del muestreador se empuja directamente al medio usando una fuerza hacia abajo sobre la manivela. Puede ser empujado hacia abajo con un gato o con un pistón hidráulico. Una vez la profundidad deseada se ha alcanzado, el tubo se tuerce para romper la continuidad del extremo y se retira del medio. El material de la muestra se saca en el envase de muestra forzando una barra a través del tubo.



**Figura X.16.** Tubo de Paredes Delgadas

#### Ventajas

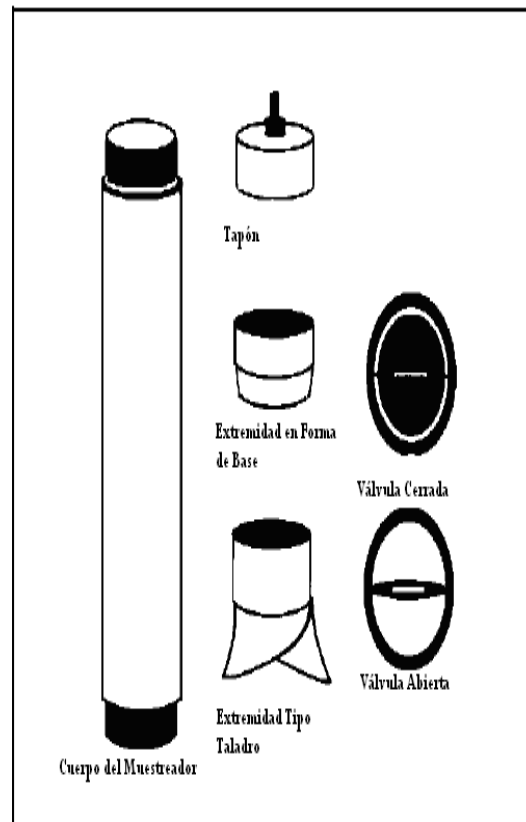
- Disponible fácilmente, económico, y fácil de utilizar
- Reutilizable y puede ser descontaminado
- Obtiene una muestra relativamente imperturbada

#### Limitaciones

- Algunos tubos de paredes delgadas son grandes y pesados
- El material que se muestreará debe ser de una consistencia física (material cohesivo) para ser retirado dentro del tubo. No puede ser utilizado para muestrear grava o suelos rocosos
- Una pérdida volátil es posible cuando la muestra se quita del tubo
- Los materiales con partículas de tamaño mas grande de una mitad del diámetro interno del tubo no se deben muestrear con un tubo de paredes delgadas

**X.4.6. MUSTREADOR TIPO BASE (CON VALVULA)** Es un tipo de dispositivo de base empujador recomendado para suelo mojado, y pueden también ser usado para muestrear desechos sólidos no consolidados, desechos con fases sólida/líquida, y pulverizados. Este dispositivo puede ser usado en tanques y pequeños contenedores como también en tanques, lagunas, y superficies comprimidas. El rango del volumen de la muestra es de 0.2 a 1.5 litros.

El muestreador tipo base con válvula es un muestreador cilíndrico de acero inoxidable con una extremidad como base, una tapa superior, una extensión con una manija cruzada, y una válvula de no retorno en el extremo inferior. La válvula es un dispositivo de retención para almacenar la muestra en el sitio hasta que el dispositivo sea retirado. Las muestras son normalmente en un transportador opcional. Este dispositivo es operado por la unión de una manivela o una extensión con una manija a la tapa del dispositivo. El dispositivo es bajado a la superficie, introduciéndolo dentro del material muestreado y removido.



**Figura X.17.** Muestreador Tipo Base

#### Ventajas

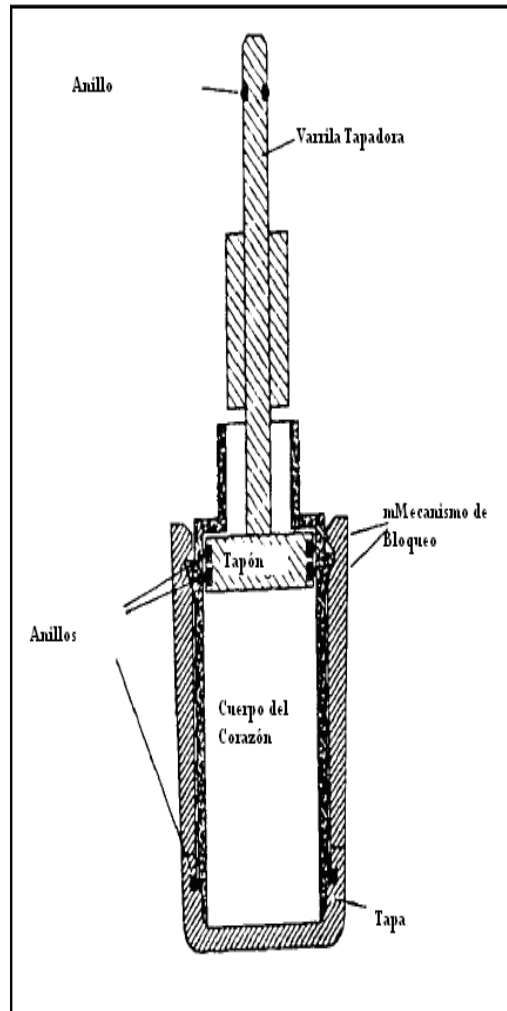
- Reutilizable y es descontaminado fácilmente
- Proporciona una muestra relativamente imperturbada
- Puede ser operada manualmente y no requiere fuerza física significativa

#### Limitaciones

- No puede ser utilizado en grava, grandes partículas de sedimentos, o lodos
- Cuando el muestreo se realiza para compuestos orgánicos volátiles, se debe utilizar con un trazador y una cápsulas para reducir al mínimo la pérdida de volátiles

**X.4.7. MUESTREADOR DE BASE MINIATURA** Puede ser usado para recolectar sólidos y muestras de desechos para análisis de compuestos orgánicos volátiles. Este tipo incluye dispositivos como el Muestreador Sólido atrapado/purgado™, el muestreador EnCore™, o una jeringa plástica. Este dispositivo también puede ser usado como envase hermético del almacenaje y contenedor de la muestra para su envío. Este dispositivo recolecta una pequeña submuestra y es particularmente útil para el muestreo de análisis de componentes orgánicos volátiles.

Es recomendado para el muestreo de sólidos desde el suelo o del lado de una fosa, y puede ser utilizado para el muestreo de sedimentos y desechos sólidos no consolidados. No puede ser utilizado para el muestreo de material cementado, material consolidado, o material que tiene fragmentos bastante gruesos. El muestreador EnCore™ puede ser utilizado para recolectar submuestras de corazones de sólidos y tiene un rango de volumen de muestra de 0.01 a 0.05 Litros. El dispositivo está disponible en dos tamaños para la colección muestras de 5 y 25 gramos. La escogencia del dispositivo se basa en el tamaño de muestra requerido por el procedimiento analítico.



**Figura X. 18.** Muestreador Base Miniatura

#### Ventajas

- Mantiene la estructura de la muestra en un dispositivo que también se puede utilizar para almacenar y para transportar la muestra directamente al laboratorio
- Recomendado para recoger muestras para el análisis de compuestos volátiles. Recoge una muestra relativamente no perturbada que es contenida antes de análisis para reducir al mínimo la pérdida de compuestos volátiles
- Es generalmente compatible con los productos químicos y las características físicas de los medios muestreados
- Ningunas limitaciones físicas significativas para su uso

#### Limitaciones

- No puede ser utilizado para muestrear grava o suelos rocosos
- Las instrucciones se deben seguirse cuidadosamente para su uso apropiado para evitar que el aire choque con la muestra y asegurar que la muestra no comprometa los tapones

**X.4.8. MUESTREADOR DE JERINGA MODIFICADA** Es un dispositivo para muestreo empujador construido de una jeringa modificada. Puede ser utilizado para proveer submuestras de suelos, sedimentos y desechos sólidos no consolidados, también sirve para submuestras de tamaños grandes de suelos. NO es recomendado para el muestreo de sólidos cementados, material consolidado o material con fragmentos de



arena gruesa. A diferencia del muestreador EnCore™, este dispositivo no puede ser usado para almacenar ni para transportar la muestra al laboratorio.

También sirve para muestrear componentes volátiles. El rango de volumen de este dispositivo es de 0.01 a 0.05 Litros.

Se construye por el corte del parte extremo inferior del accesorio de la jeringuilla unida de la aguja. El émbolo es removido del tapón de caucho, y el émbolo se empuja hacia adentro hasta alcanzar el mismo nivel con el extremo del corte. El muestreador es introducido para recolectar la muestra, la cual puede ser dispuesta en un vaso VAO para su almacenamiento y posterior transporte al laboratorio. La muestra es introducida dentro del contenedor presionando el tapón de la jeringa.

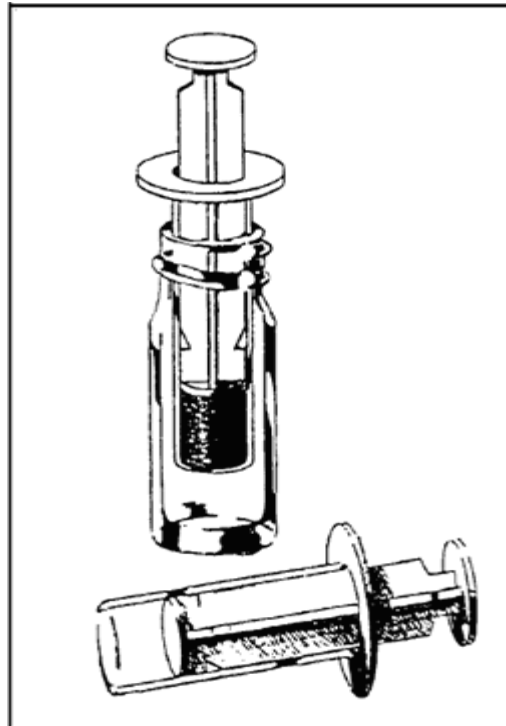


Figura X.19. Muestreador Jeringa Modificada

#### Ventajas

- Obtiene perfiles de muestra no perturbados
- Puede ser usado para la recolección de muestras para el análisis de componentes orgánicos volátiles
- No tiene limitaciones físicas para su uso
- Económico

#### Limitaciones

- No puede ser utilizado para muestrear la grava o suelos rocosos
- El material de la construcción puede ser incompatible con medios altamente contaminados.
- Es necesario asegurarse que el dispositivo esté limpio antes de usarlo

### X.5. DISPOSITIVOS DE BASES ROTADORAS

Incluyen equipos que obtienen columnas verticales de una muestra de sólido por medio de una acción rotativa. Algunos de estos dispositivos (como taladros) también se pueden utilizar para abrir un agujero para la colección de la muestra a cierta profundidad usando otra pieza de equipo.

**X.5.1. TALADRO BUCKET** Es un dispositivo de base rotativa operado manualmente generalmente usado para el muestreo de sólidos, sedimentos, o desechos sólidos no consolidados. Puede ser usado para obtener muestras en tanques, contenedores de almacenamiento, y pilas de desecho. El rango de volumen de muestra es de 0.2 a 1.0 Litros.

La cabeza cortada del taladro es introducida y torcida con la mano con una fuerza descendiente dentro del suelo y removida cuando el dispositivo esta lleno. El taladro vacío es retornado al hueco y el procedimiento es repetido. Es procedimiento es repetido hasta que se logra la altura deseada. Este dispositivo puede ser usado para aumentar el hueco si es una muestra compuesta de varios intervalos de tiempo; sin embargo, muestras discretas simples pueden ser recolectadas en taladros separados.

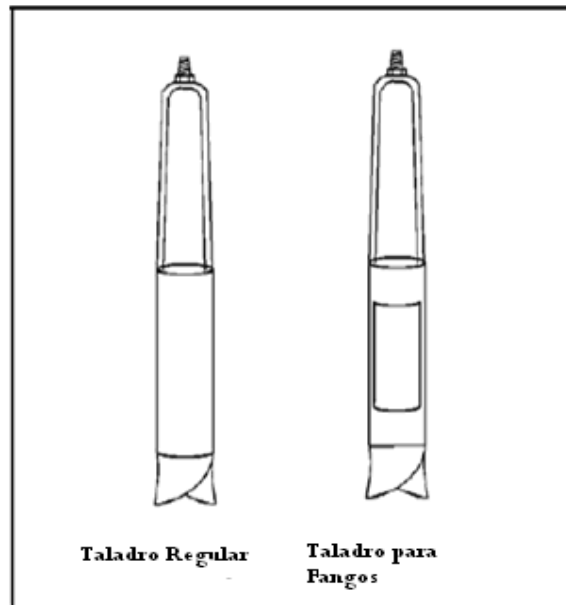


Figura X.20. Taladro Bucket

#### Ventajas

- Reutilizable y fácil de descontaminar
- Efectivo para muestras subterráneas pocas profundas
- Permite el uso de varias cabezas de taladro para muestrear sólidos a diferentes condiciones

#### Limitaciones

- La altura de muestreo es limitada sobre 20 pies(6m) debajo de la superficie
- No útil para muestras no alteradas
- No ideal para el muestreo de componentes orgánicos volátiles

**X.5.2. DISPOSITIVO DE BASE GIRATORIA** Es un dispositivo que recolecta columnas verticales de muestras de sólidas a través de una acción giratoria y puede ser usada para el muestreo de desechos sólidos consolidados, suelos, y sedimentos. El rango de volumen de la muestra es de 0.5 a 1.0 Litros.

Consiste de un cilindro de acero inclinado unido a un taladro eléctrico. Es dispositivo puede ser operado por un taladro manual o con taladro montado en un stand. La longitud del barril es usualmente es de 1 a 1.5 pies y los rangos del diámetro van de 2 a 6 pulgadas. Puede ser usado para muestras a una altura específica o muestras superficiales.

Es situado verticalmente a la superficie del medio que va a ser muestreado, y encendido antes de estar en contacto con la superficie. Una presión continua y uniforme es suministrada al dispositivo hasta que la altura deseada es alcanzada. Una vez lograda la altura, es dispositivo es retirado y la muestra es colocada dentro de un contenedor para el análisis.

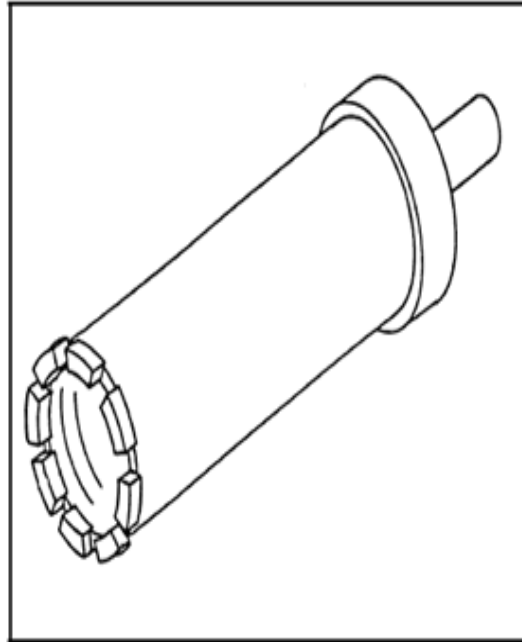


Figura X.21. Dispositivo de Base Giratoria

#### Ventajas

- Fácil de descontaminar
- Reutilizable
- Puede obtener corazones de muestras sólidas

#### Limitaciones

- Requiere de batería u otra fuente de energía
- Requiere un suplemento de agua, usada para refrescar el tubo

No es fácil para operar

## X.6. DISPOSITIVOS PARA PERFILES LIQUIDOS

Son dispositivos que incluyen equipos que pueden recolectar una columna vertical de un líquido, lodo o mezclas de líquidos.

### X.6.1. COLIWASA (MUESTREADOR DE DESECHOS LIQUIDOS COMPUESTOS)

Es usado para obtener una columna vertical del material muestreado. Es recomendado para el muestreo de líquidos, desechos con líquidos de múltiples capas, y desechos con mezclas sólido/líquido y es comúnmente usado para el muestreo de líquidos en contenedores, como tanques y barriles. También sirve para muestrear líquidos estancados.

El rango de volumen de muestra es de 0.5 a 3 Litros. Puede ser construido de PVC, vidrio, metal, PTFE o cualquier otro material compatible con la muestra que va a ser tomada. En general, un COLIWASA consta de un tubo con un final tapado y una varilla en su interior que tiene que en algunos tipos tiene de tapones en las extremidades. Una configuración consta de una válvula pistón atada a una varilla interna para bloquear el mecanismo en el otro extremo. COLIWASA están disponibles en varios diámetros (0.5 a 2 pulgadas) y longitudes (4 a 20 pies).

El COLIWASA es bajado lentamente a un ángulo exacto con la superficie del material. El dispositivo es abierto en ambas extremidades mientras es bajado para permitir que el material entre. Cuando se llega a la altura deseada, el muestreador es cerrado y ambos tubos son removidos del material. El material tomado es entonces transferido a un contenedor.

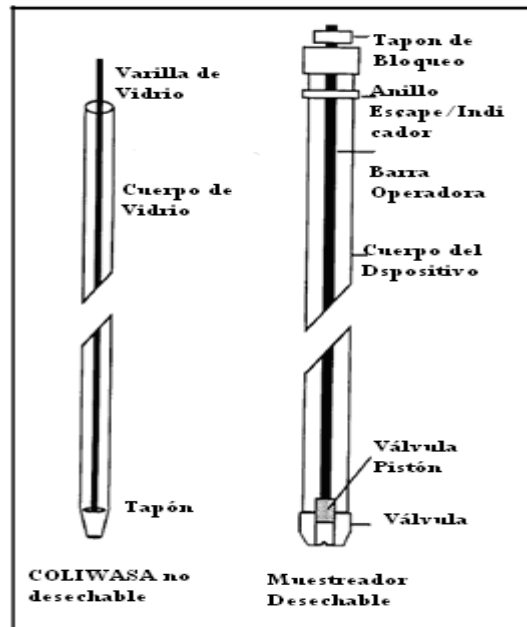


Figura X.22. COLIWASA

**Ventajas**

- Provee correcta relimitación y extracción del desecho
- Fácil de usar
- Económico
- Reutilizable

**Limitaciones**

- Si es de vidrio puede quebrarse
- La descontaminación puede ser difícil
- El tapón puede no permitir la recolección del material en el fondo de un barril
- Fluidos con alta viscosidad son difíciles para muestrear

**X.6.2. TUBO HUECO** Es un dispositivo para la toma de muestras de perfiles líquidos, abierto en las extremidades que proporciona una columna vertical del material muestreado.

Es recomendado para el muestreo de líquidos, desechos líquidos de múltiples capas, y desechos líquidos con mezclas sólido/líquido y puede ser usado para tomar muestras de líquidos en barriles o contenedores similares. Pueden ser hechos de vidrio, acero inoxidable, o cualquier otro material disponible. Son típicamente de 48 pulgadas de longitud y de 6mm a 16mm de diámetro interno. Para muestras líquidas con baja tensión superficial, un bailer estrecho es más adecuado. Para muestras de lodos es mejor el uso de tubos pares. El tubo hueco es bajado verticalmente dentro del material, insertado lentamente para permitir que el nivel dentro y afuera del tubo sea el mismo. Esto evita incorrectas proporciones de muestras. La extremidad superior es sellada con un tapón para mantener la muestra en el tubo mientras es removida al contenedor.

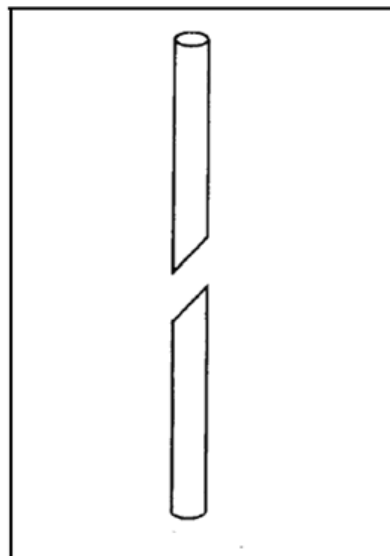


Figura X.23. Tubo Hueco

Ventajas

- De fácil uso y económico

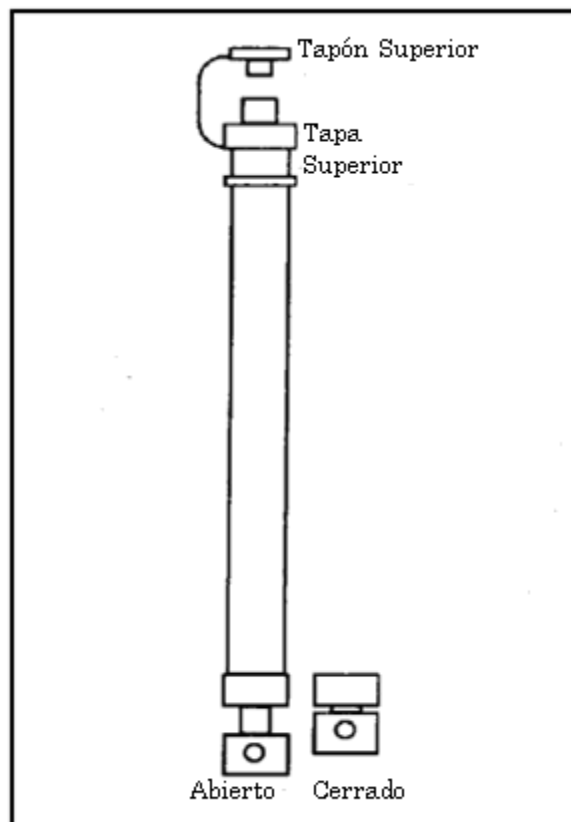
Disponible en modelos desechables y no desechables

Limitaciones

- La altura de muestreo es limitada a la longitud del dispositivo
- Puede no recolectar muestras en el fondo de un barril. La profundidad del material no muestreado depende de la densidad, tensión superficial, y viscosidad del material
- Materiales con viscosidad alta son difíciles de muestrear
- Puede ser difícil retener la muestra en el tubo cuando los líquidos muestreados tienen una alta gravedad específica

**X.6.3. MUESTREADOR TUBO VALVULADO** Es un dispositivo para la toma de muestras de perfiles líquidos, que proporciona una columna vertical del material muestreado. Es recomendado para el muestreo de líquidos, desechos líquidos de múltiples capas, y desechos líquidos con mezclas sólido/líquido y puede ser usado para tomar muestras de líquidos en barriles o contenedores similares. El rango de volumen de muestra es de 0.3 a 1.6 Litros.

Puede ser construido de PTFE para reuso o polipropileno para un solo uso y consta de un tubo equipado con un tapón en la parte superior y una válvula en la parte inferior. Una argolla indicadora resbaladiza permite identificar niveles específicos o interfaces en los fluidos. El dispositivo es abierto en ambas extremidades durante la recolección de la muestra y bajado verticalmente dentro del material. El dispositivo es introducido lentamente para igualar los niveles dentro y fuera del tubo. Una vez se ha recolectado la cantidad e muestra deseada, el tapón y la parte inferior son cerrados. La parte superior es cerrada manualmente y la válvula en la parte inferior es cerrada aplicando una presión.



**Figura X.24.** Muestreador Tubo Valvulado

Ventajas

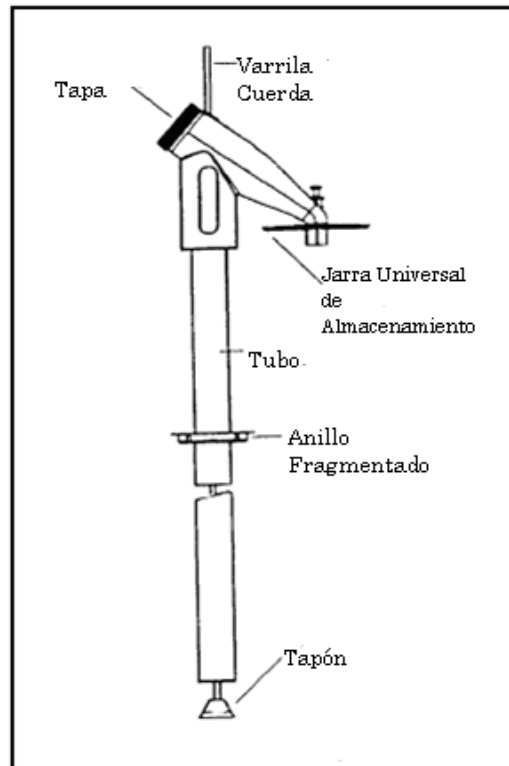
- De fácil uso, económico, e irrompible
- Obtiene muestras a alturas alrededor de 8 pies(2.4m)

Limitaciones

- Algunas veces difícil de descontaminar
- Líquidos con alta viscosidad pueden ser difíciles de muestrear

**X.6.4. MUESTREADOR TIPO ÉMBOLO** Es un dispositivo de muestreo de perfiles líquidos usado para recolectar columnas verticales de líquidos y es recomendado para el muestreo de líquidos con una o varias capas o mezclas de sólidos y líquidos. Puede ser usado para recolectar muestras en barriles, superficies comprimidas, y tanques. El volumen de la muestras es de por lo menos 0.2 litros.¿ y depende en el tamaño del contenedor de la muestra.

Este dispositivo consta de un tubo de muestra, una varilla o cuerda de muestra, una sección superior y un embolo y esta hecho de HDPE, PTFE, o vidrio. Una jarra para la muestra es conectada en la sección superior. El tubo es introducido dentro del líquido a la altura deseada. El embolo es acoplado dentro del tubo para asegurar la muestra dentro del tubo y la cuerda o la varilla es levantada para transferir la muestra directamente dentro de la jarra.



**Figura X.25.** Muestreador Tipo Embolo

#### Ventajas

- Fácil de usar
- Provee un sistema de recolección sellado
- Disponible en varias longitudes

#### Limitaciones

- Cuando se usa tubo de vidrio es indispensable tener cuidado
- Su descontaminación puede ser difícil, particularmente cuando se usa un tubo de vidrio

**X.6.5. PERFILADOR DE SÓLIDOS FIJOS (LODO FIJO)** Es usado para medir o muestrear sólidos fijos (suspendidos) encontrados en plantas de tratamiento de aguas residuales, estanque de desechos y desechos con contenidos comprimidos. El rango de volumen de muestra es de 1.3 a 4.0 Litros.

Es hecho de PVC y tiene marcas cada pie en sus 5 pies secciones de su cuerpo. Tiene una válvula en su sección mas baja y una cuerda en la parte superior y es unida usando las uniones de las secciones para lograr la longitud deseada para el muestreo. El dispositivo es introducido dentro del medio hasta que este se llene. El nivel de los sólidos fijos puede ser medido por las marcas del tubo.

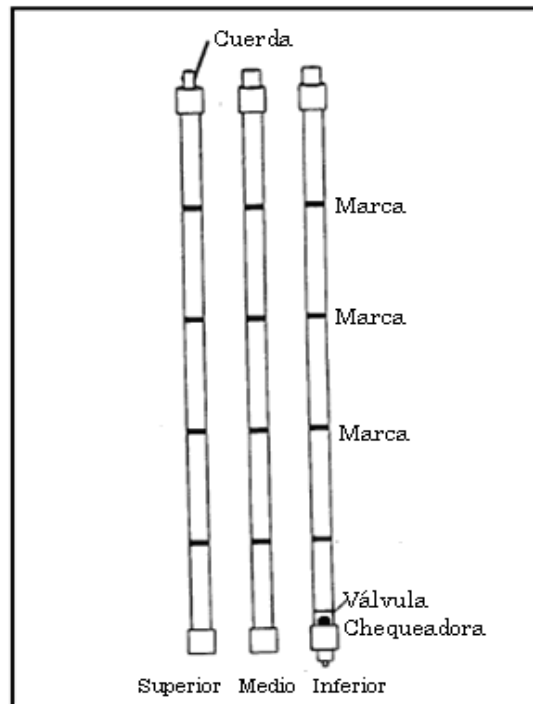


Figura X.26. Perfilador de Sólidos Fijos

Ventajas:

- Permite medir columnas de líquidos y sólidos fijos a cualquier altura
- Fácil de armar y usar
- Reutilizable

Limitaciones

- Pueden ser difícil el muestreo de material con alta viscosidad

## X.7. DISPOSITIVOS PARA MUESTREOS SUPERFICIALES

**X.7.1. BAILER** Son diseñados para obtener muestras de aguas subterráneas; sin embargo, también se pueden usar para obtener muestras de líquidos y desechos líquidos de varias capas en tanques y superficies comprimidas. No son útiles para el muestreo de lodos. El volumen de muestra es de 0.5 a 2 Litros.

Un bailer es un tubo hueco con una válvula chequeadota en la base o válvulas en ambas extremidades. Un bailer puede ser unido en el medio con tubos para lograr su extensión y aumenta el volumen de la muestra. Están construidos de acero inoxidable, PVC, PTFE, o cualquier otro material disponible y esta disponible en varios tamaños. El bailer es atado a una cuerda y es bajado a la muestra. Mientas el tubo es bajado, la válvula en el fondo del tubo permite que el agua entre dentro del tubo. Después el tubo es retirado lentamente hacia la superficie. El peso del agua cierra la válvula.

Ventajas

- De fácil uso, económico, y no requiere de una fuente de energía
- Se puede construir de cualquier material
- Relativamente fácil de descontaminar entre cada toma de muestra

Limitaciones

- No diseñado para obtener muestras desde alturas específicas debajo de líquidos superficiales
- Si se baja rápidamente, puede perturbar la columna de agua
- Contenidos altos de sólidos suspendidos o temperaturas altas pueden perturbar la operación de la válvula

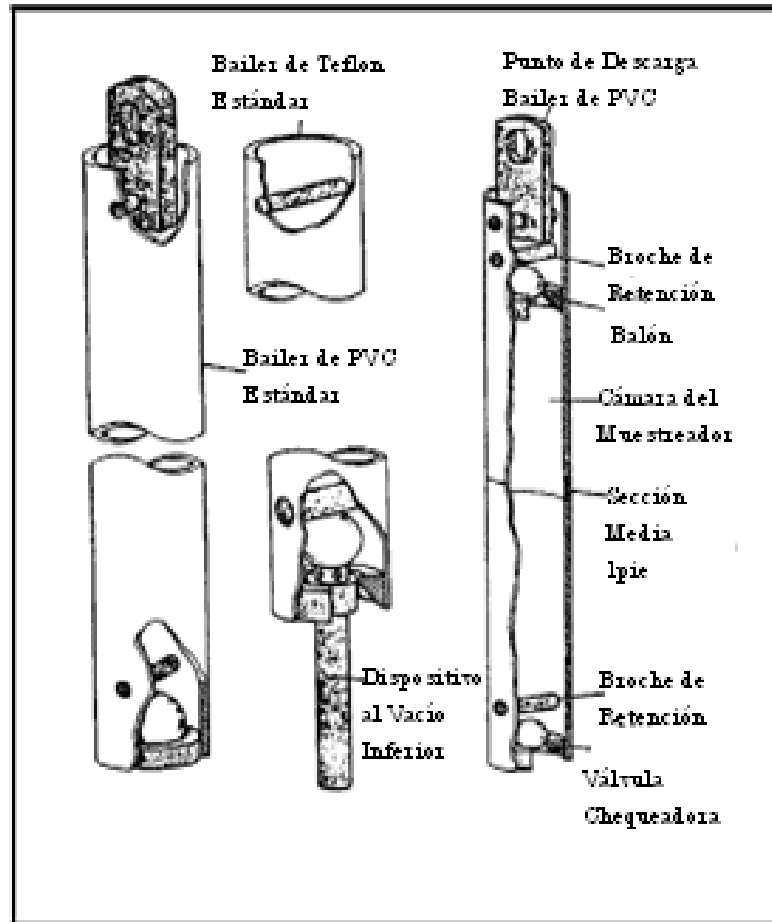


Figura X.27. Bailer

**X.7.2. CUCHARÓN** Es un tipo de dispositivo de muestreo superficial usado para tomar muestras superficiales de barriles, superficies comprimidas, tanques, tubos, y puntos de descarga. Los puntos de muestreo son de poca profundidad (10 pulgadas) y tomadas sobre o debajo de la superficie. El rango de muestra es de 0.5 a 1.0 Litros. Este dispositivo consta de un beaker plástico, metálico o de vidrio sujetado al extremo de un palo largo de aluminio o fibra de vidrio, el cual sirve como un manubrio. Es usado por el sumergimiento del beaker dentro del material. El beaker es llenado y girado, después se retira del medio.

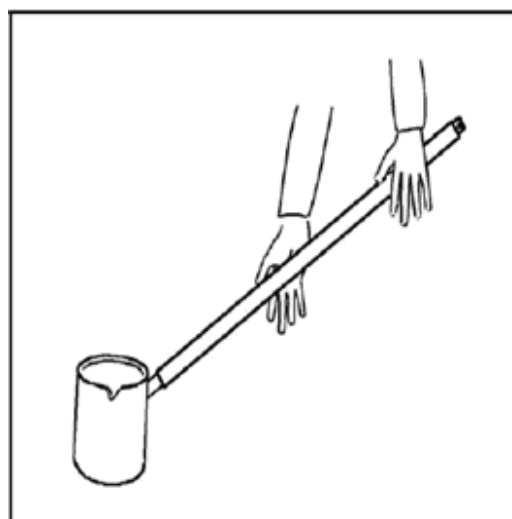


Figura X.28. Cucharón

Ventajas

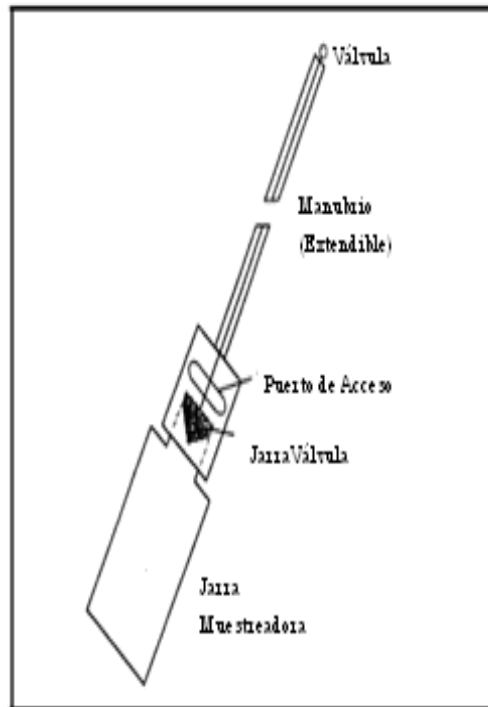
- Económico
- Fácil de manejar

Limitaciones

- No apropiado para el muestreo de capas subterráneas
- Solamente se puede usar para recolectar muestras superficiales



**X.7.3. MUESTREADOR DE LIQUIDOS SIMPLES** Recolecta muestras a pocas profundidades debajo de superficies líquidas. Puede ser usado para recolectar líquidos o lodos en superficies comprimidas, tanques y barriles. El volumen de muestra es de 0.5 a 1.0 Litros. El dispositivo es hecho de polipropileno o PTFE con un manubrio de acero inoxidable. La jarra muestreadora es usualmente hecha de vidrio. Esta se baja introduce dentro de la muestra y allí se abre la válvula para que la jarra se llene. La válvula se cierra antes de retirar el dispositivo.



**Figura X.29.** Muestreador de Líquidos Simples

**Ventajas**

- De fácil uso
- La jarra puede ser tapada y usada como medio de transporte, además minimiza la pérdida de compuestos orgánicos volátiles

**Limitaciones**

- Cuando la jarra es de vidrio se requiere de mucho cuidado para evitar el rompimiento
- Materiales de construcción necesitan ser compatible con el medio muestreado

**X.7.4. MUESTRADOR OSCILATORIO** Recolecta muestras superficiales a distancias alrededor de los 12 pies. Puede ser usado para el muestreo de diferentes tipos de unidades, incluyendo barriles, superficies comprimidas, tanques, tubos/puntos de descarga, puertos de muestreo, y sitios de almacenamiento. Este tiene un rango de volumen de 0.5 a 1.0 Litros.

Es normalmente usado con jarras muestreadoras de polietileno de alta densidad y tiene un manubrio de aluminio extensible con un pivote en la unión del manubrio con la jarra. El pivote permite recolectar muestras a diferentes ángulos.

**Ventajas**

- De fácil uso
- Recolecta muestras a varios ángulos

**Limitaciones**

- No puede recolectar muestras a discretas alturas

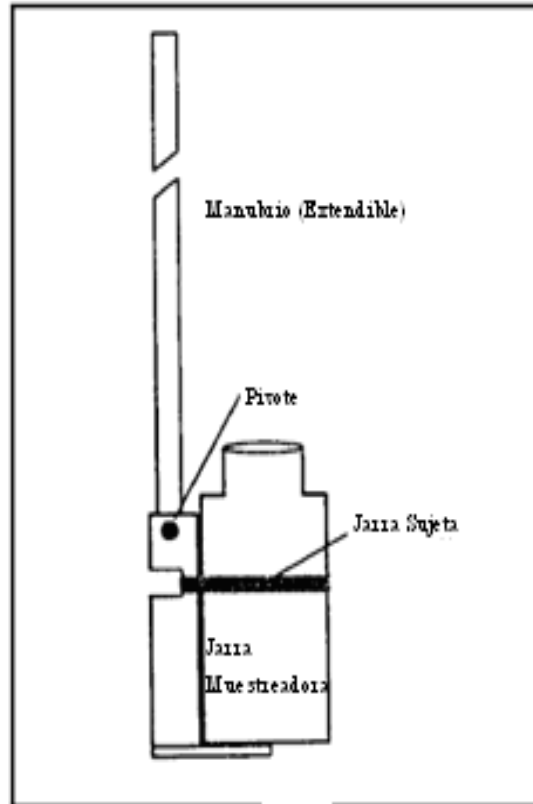


Figura X.30. Muestreador Oscilatorio

**X.7.5. CUCHARAS, CUCHARONES, PALETAS Y PALAS** Son dispositivos de muestreo superficial usados para el muestreo de lodos, sólidos, polvo y desechos sólidos. El rango típico de muestra es de 0.1 a 0.6 litros para cucharas o cucharones y 1.0 a 5.0 Litros para palas. Da mejores resultados cuando el material es uniforme.

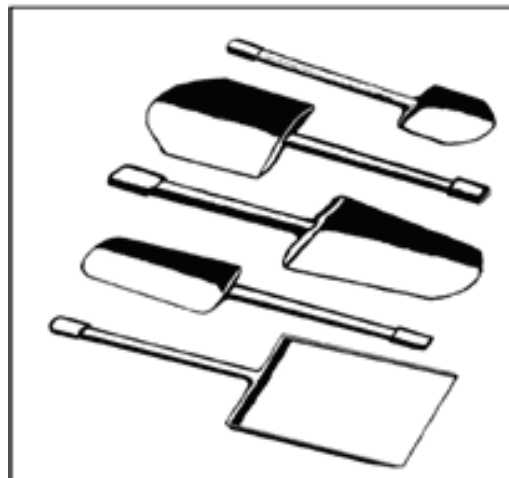


Figura X.31. Cucharas, cucharones, paletas y palas

**Ventajas**

- Es uno de los dispositivos preferidos para el muestreo unidimensional de sólidos
- Fácil de descontaminar y reutilizables
- Económicas

**Limitaciones**

- Limitadas en superficies pocas profundas
- Pueden causar la pérdida de compuestos orgánicos volátiles

## ANEXO XI

### PROCESO DE LIXIVIACION PARA MATERIALES DE DESECHO MONOLITICOS “ENSAYO DE TANQUE” (ENSAYO DE DIFUSION)

Este método es una traducción parcial de la norma EA NEN 7375:2004 de la Agencia Ambiental del Reino Unido, que esta basado en una traducción de la Norma Holandesa NEN 7375 (2004) del Instituto de Estandarización “*Leaching characteristics – Determination of the leaching of inorganic components from moulded or monolithic materials with the difusión test – solid earthy and stony materials*”.

#### X. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método original tiene como objetivo determinar la lixiviación de compuestos inorgánicos de materiales de desecho moldeados o monolíticos, usando el ensayo de difusión referido como ensayo de tanque para determinar la aceptación del desecho en rellenos. Sin embargo en este caso se va a utilizar para evaluar la característica de corrosividad por pH.
- El propósito del ensayo de difusión es determinar la lixiviación de componentes inorgánicos de materiales moldeados y monolíticos bajo condiciones aerobias.
- Este ensayo no es adecuado para materiales que son solubles durante la escala de tiempo del ensayo.
- Este método presenta la forma de obtener el lixiviado de materiales de desecho moldeados o monolíticos, la determinación del pH se deberá realizar siguiendo el procedimiento específico para esta determinación.
- Debido a que el tiempo total del ensayo es de 64 días, se sugiere una evaluación corta a 4 días (esta misma recomendación es admitida por comunidad económica europea para la evaluación de los criterios de aceptación para la disposición de residuos en los diferentes tipos de rellenos).

#### XI. PRINCIPIO DEL METODO

El método simula la lixiviación de componentes inorgánicos bajo condiciones aerobias en un periodo de tiempo de 64 días. El ensayo determina la naturaleza y propiedades de la material bajo investigación localizando una muestra completa en un fluido de lixiviación (agua pH neutro, desmineralizada), reemplazando el eluato en tiempo especificados. Se determinan las concentraciones de los componentes del lixiviado en las fracciones del eluato sucesivas. El pH al cual el lixiviado se genera es determinado por el propio material.

#### XII. INTERFERENCIAS

No se especifican.

#### XIII. EQUIPOS Y MATERIALES

Todos los equipos deben ser verificados antes de usarse para asegurar su apropiada operación y la ausencia de interferencias que puedan afectar los resultados del ensayo. Estos no deben emitir, ni absorber cualquier componente que vaya a ser determinado en el eluato.

- Piezas de ensayo: El ensayo de difusión requiere al menos una pieza a ensayar con la estructura, homogeneidad y composición que sea representativa del material o producto que se va a evaluar. La menor dimensión de la pieza de ensayo (P) debe ser mayor de 4 cm y se debe conocer el volumen [Vp] en litros. Si el material que va a ser probado es producido en un formato de producto del cual la menor dimensión es menor de 4 cm, este producto solo puede ser usado como una pieza de ensayo si uno de los lados tiene un área superficial geométrica [A] mayor de 75 cm<sup>2</sup>.  
Nota: Para incrementar la representatividad del material de ensayo, se acepta agrupar un número de piezas de un bache para el ensayo de difusión. El volumen [Vp] y el área superficial geométrica [A] se toma como el volumen total y el área superficial geométrica total de las piezas colectivas.

- Tanque sellable: Tanque de plástico sin agentes suavizantes de volumen entre dos y cinco veces el volumen  $[V_p]$  y de dimensiones tales que la pieza del ensayo este rodeado al menos por 2 cm de agua por cada uno de los lados.
- Equipo de filtración: Equipo de filtración adecuado para la filtración a alta o baja presión, el cual es enjuagado consecutivamente con ácido nítrico de concentración  $1 \pm 0,1$  mol/l.
- Filtros de membrana: Filtros con tamaño de poro de  $0,45 \mu\text{m}$ .
- pHmetro: equipo calibrado, con una exactitud mejor de  $\pm 0,05$  pH unidades.
- Beaker o balanza: Recipiente con una capacidad de medición de al menos seis veces el volumen  $V_p$  de la pieza de ensayo y una exactitud en la medida mayor a  $\pm 1\%$ , o una balanza con una capacidad de al menos tres veces el peso de la pieza de ensayo y una exactitud mayor de  $\pm 0,1\%$ .

#### XIV. REACTIVOS

- Agua desmineralizada con una conductividad máxima de  $1 \mu\text{S/cm}$
- Ácido nítrico de grado analítico en una concentración de  $1 \pm 0,1$  mol/l.

#### XV. PROCEDIMIENTO

Los pasos para el ensayo son:

- Determinación área geométrica de la pieza a ensayar
- Comportamiento del ensayo de difusión
- Análisis del eluato

##### VI.i. Determinación del área geométrica $[A]$ de la pieza a evaluar

El área geométrica de la pieza es determinada midiendo los parámetros característicos del área superficial geométrica.

#### 2. Determinación del área geométrica de piezas regulares con una dimensión mayor a 4 cm en todas las direcciones medidas perpendicularmente desde cualquier punto en su superficie

- a. Dividir la superficie de la pieza a evaluar en un número de planos o partes curvadas (unidades) de forma tal que el área de cada unidad pueda ser calculada geoméricamente de valores característicos medidos como la longitud, ancho, altura y radio.
- b. Las unidades especificadas en el punto anterior deben ser seleccionadas de forma tal que la distancia entre el área geométrica definida y el material debe ser siempre menor de 3 mm.
- c. Determinar la longitud de los valores característicos con una exactitud mayor de 1 mm.
- d. Usando la medición de las unidades características, calcular el área geométrica de cada una de las unidades seleccionadas. El área geométrica es la suma de las áreas calculadas de cada una de las unidades, se debe expresar en  $\text{m}^2$ .

#### 2. Determinación del área geométrica de piezas con una superficie geométrica parcial o completamente irregular, piezas que son más delgadas de 4 cm, o piezas generadas por corte de piezas más grandes y que estos lados no van a ser objeto de lixiviación

- Cubrir las partes de la superficie:
- Para las piezas en las cuales el área geométrica no puede ser claramente determinada, usando una película resistente al agua.
- Aquellas que hallan sido producidas como superficies cortadas o cizalladas, usando una película resistente al agua.
- De una pieza a evaluar delgada (con un espesor menor o igual de 4 cm), usando una película resistente al agua, de forma tal que las unidades no cubiertas del área geométrica nunca tengan una distancia mutua menor o igual a 4 cm, medidos perpendicularmente en cualquier punto sobre la superficie geométrica descrita.

Para cubrir, se puede usar un material pegante bueno y resistente al agua (por ejemplo resina acrílica o parafina), aplicado a las superficies de las piezas de ensayo. Determinar el área geométrica remanente después del endurecimiento de la resina.

- Dividir la parte no cubierta de la superficie de la pieza a evaluar en un número de planos o partes curvas (unidades), de forma tal que el área de cada unidad pueda ser calculada geométricamente en valores característicos medidos como la longitud, ancho, altura y radio.
- Las unidades especificadas en el punto anterior deben ser seleccionadas de forma tal que el área geométrica definida coincida con el área relevante de la pieza a ensayar, donde la distancia actual entre el material y el área definida de la unidad, en el caso de irregularidades en la superficie, debe ser siempre menor de 3 mm.
- Determinar la longitud de los valores característicos con una exactitud al menos de 1 mm.
- Usando estas, calcular el área geométrica de cada una de las unidades seleccionadas. El área geométrica es la suma de las áreas calculadas de cada una de las unidades; se debe expresar en  $m^2$

### 3. Piezas a evaluar muy irregulares con ningún lado regular identificable

- a. Cubrir cada superficie de la pieza a evaluar tan ajustadamente como sea posible con una pieza de papel. Use para esto un tipo de papel que no tenga propiedades absorbentes.
- b. Mantener el papel alrededor de los bordes de cada una de las superficies de la pieza a evaluar y cortar el papel junto a los pliegues tan exacto como sea posible. También remover cualquier pieza del papel que pueda sobresalir más allá de la superficie.
- c. Determinar el peso total de la pieza de papel obtenida del punto anterior.
- d. Determinar el peso de la hoja de papel de área conocida y propiedades similares al papel usado en el primer paso.
- e. Determinar el área superficial de la pieza a evaluar de la relación de pesos del papel del punto c) y del punto d).
- f. Repetir los pasos a) al e) si el ensayo de difusión se va a realizar sobre cuatro o más piezas agregadas juntas como un bache. Determinar el promedio de las mediciones obtenidas. Esta es el área superficial geométrica determinada de acuerdo al método del papel.

Nota: En la determinación usando el método del papel, se puede usar papel para impresora o para fotocopadoras (hojas A4). Es importante que el papel no tenga cualquier propiedad absorbente al agua. Si la pieza a evaluar es humedecida puede ser necesario secar el papel antes de pesar en el paso c).

### VI.ii. Ensayo. Comportamiento del ensayo de difusión

El ensayo se realiza en ocho etapas a una temperatura que puede variar entre los 18 y 22°C.

Enjuagar el tanque antes de iniciar el ensayo con ácido nítrico y luego enjuagar con agua desmineralizada. Después colocar la pieza a evaluar en el tanque. Si se coloca más de una pieza en el tanque, el espacio entre las piezas debe ser como mínimo de 2 cm.

#### 1. Etapa 1.

- a. Llenar el tanque con una cantidad de agua  $V$  determinada con una exactitud de 1% de forma tal que:  
Si ninguna parte de la superficie es cubierta:

$$2 \times V_p \leq V \leq 5 \times V_p \quad \text{o}$$

Si partes de la superficie están cubiertas:

$$50 \times A \times f \leq V \leq 200 \times A \times f$$

donde,

$V$  es el volumen de fluido lixivante en litros,

$V_p$  es el volumen de la pieza a evaluar P en litros,  
 A es el área geométrica de la pieza a evaluar P en  $m^2$ ,  
 f es un factor de conversión: 1 l/ $m^2$

La pieza a evaluar debe estar localizada de tal forma que todos sus lados estén en contacto con el agua y las partes no cubiertas de las piezas estén sumergidas como mínimo 2 cm.

- b. Sellar el tanque
- c. Después de  $6 \pm 0,5$  h, drenar todo el eluato. Esta es la fracción del periodo 1. No secar o enjuagar la pieza de ensayo.
- d. Filtrar sobre un papel filtro de membrana la cantidad de eluato requerido para análisis.
- e. Medir el pH ( $\pm 0,05$ )

Nota: El valor del pH y la conductividad son requeridos para determinar si la matriz se ha disuelto durante el ensayo. El valor del pH da una indicación de la alcalinidad de la pieza que se esta evaluando, y el cambio de pH durante el ensayo de difusión da una indicación de la estabilidad del material que se esta investigando. Grandes variaciones en el pH del eluato apuntan hacia que el material no ha alcanzado aún el equilibrio (p.e. no se ha estabilizado aún).

## 2. Etapa 2 a la 8

Inmediatamente después del drenaje de la etapa 1, llenar el tanque de nuevo con agua desmineralizada. Usar la misma cantidad V, determinada con una exactitud de 1%, como se usó en la etapa 1.

Repetir el procedimiento descrito en la etapa 1 por siete veces como se muestra en la Tabla A.1 (los tiempos aplican desde el momento de la inmersión).

**Tabla A.1.** Tiempos en los cuales el agua debe ser reemplazada.

Periodo (n)	Tiempo (días)
1	$0,25 \pm 10\%$
2	$1 \pm 10\%$
3	$2,25 \pm 10\%$
4	$4 \pm 10\%$
5	$9 \pm 10\%$
6	$16 \pm 10\%$
7	$36 \pm 10\%$
8	$64 \pm 10\%$

Determinar el tiempo de reabastecimiento (el tiempo en el cual el tanque ha sido vaciado) de cada periodo n, hasta 15 minutos de exactitud.

Al completar el ensayo, pesar el material sólido que puede haberse perdido de la pieza durante el ensayo y que permanezca en el tanque. Este material sólido primero debe ser secado.

Si durante el reabastecimiento se encuentra que relativamente grandes cantidades del material se han perdido de la pieza de ensayo, es recomendado no esperar hasta el final del ensayo; remover el material sólido durante uno o más de los reabastecimientos, secarlo y pesarlo.

Calcular las pérdidas de peso  $m_v$  ( $g/m^2$ ) del material que se ha perdido de la pieza durante el ensayo ( $g/A$  ( $m^2$ ) donde A es el área (no cubierta) de las piezas) en dos fases:

- 1) pérdidas de peso  $m_{va}$  ( $g/m^2$ ) en la etapa 1 a la 2 del ensayo,
- 2) pérdidas de peso  $m_{vb}$  ( $g/m^2$ ) en las etapas 2 a la 8 del ensayo.

Nota: estos dos parámetros dan una visión de las características del material. Grandes pérdidas de peso  $m_{va}$  comparadas con  $m_{vb}$  indican que la pérdida es una consecuencia de la manera en la cual la pieza ha sido hecha o preparada (por ejemplo, pérdidas de un curado inadecuado de la pieza al inicio del ensayo, o pérdidas como resultado de la manera de corta la pieza). Grandes pérdidas de peso  $m_{vb}$  comparadas con  $m_{va}$  indican que a largo plazo la integridad del material (p.e. pérdidas actuales del material indican moderados enlaces en un material compuesto o pérdidas de efectividad del agente aglomerante bajo la influencia del agua).

### XVI. RESULTADOS

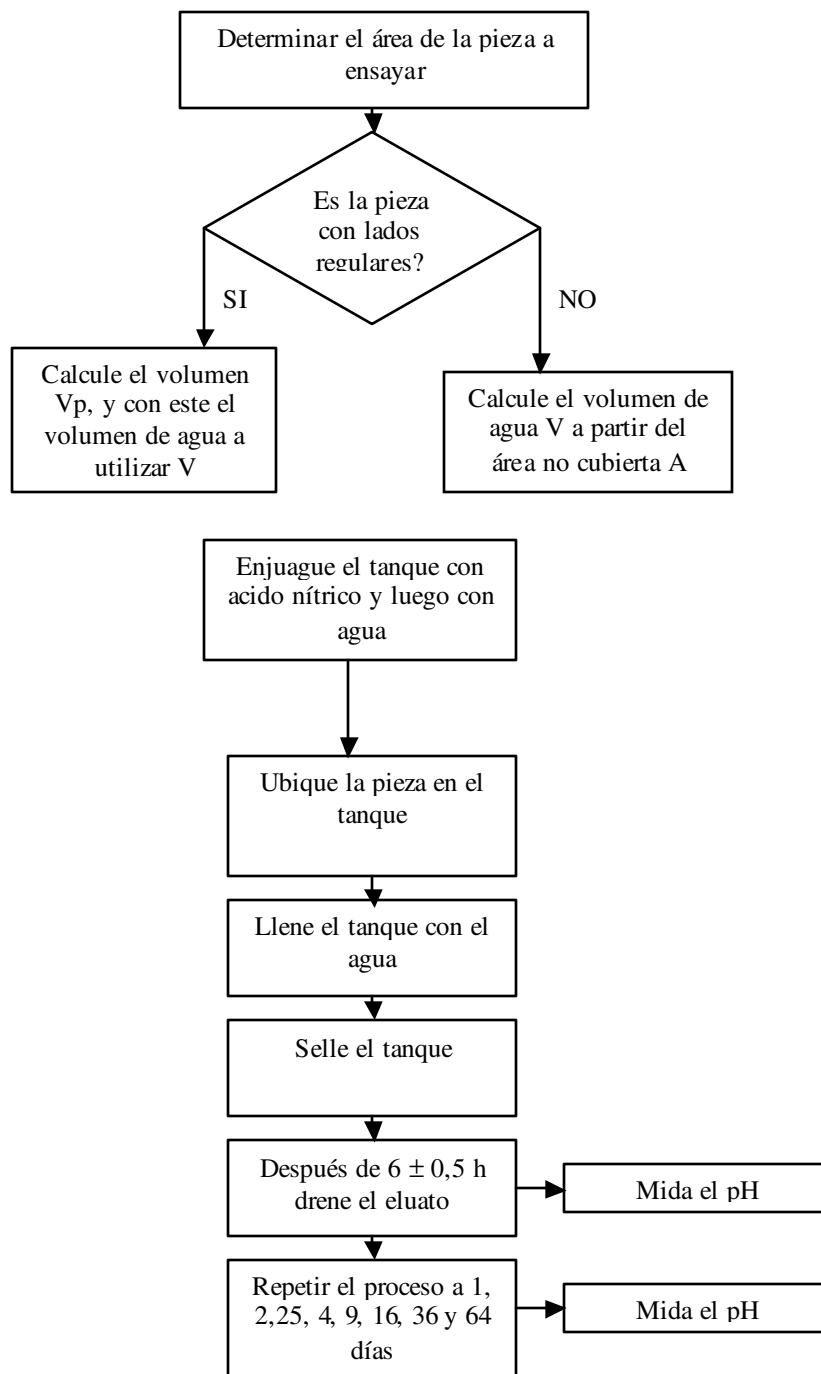
A través de este método se presenta la forma de obtener un lixiviado o eluato para residuos monolíticos, se debe medir el pH a dicho lixiviado como se mencionó en el método de medición de pH electrométricamente.

### XVII. INFORMACION ESTADISTICA

La información de validación que presenta el método se basa en determinaciones diferentes al pH, ya que como se mencionó el método está basado para la verificación del cumplimiento de los criterios de aceptación de residuos para los diferentes tipos de rellenos de la Unión Europea y no para la determinación de la característica de corrosividad para residuos peligrosos, por tal razón se considera que no son de relevancia los resultados en este caso que se está implementando este método solo para la medición de pH.

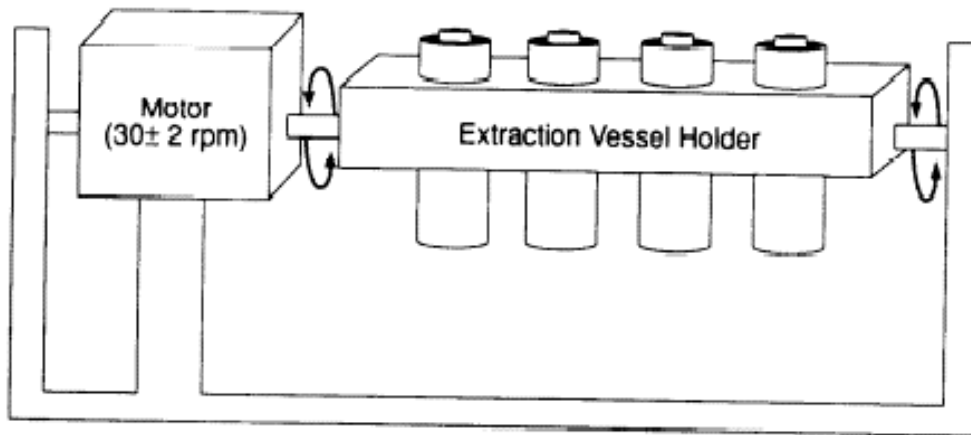
### XVIII. REFERENCIAS

EA NEN 7375:2004 “Leaching Characteristics of moulded or monolithic building and waste materials. Determination of leaching of inorganic components with the diffusion test – The Tank Test”. Agency Environmental (UK) Based on a translation of the Netherlands Normalisation Institute Standard. Versión 1.0 April 2005.



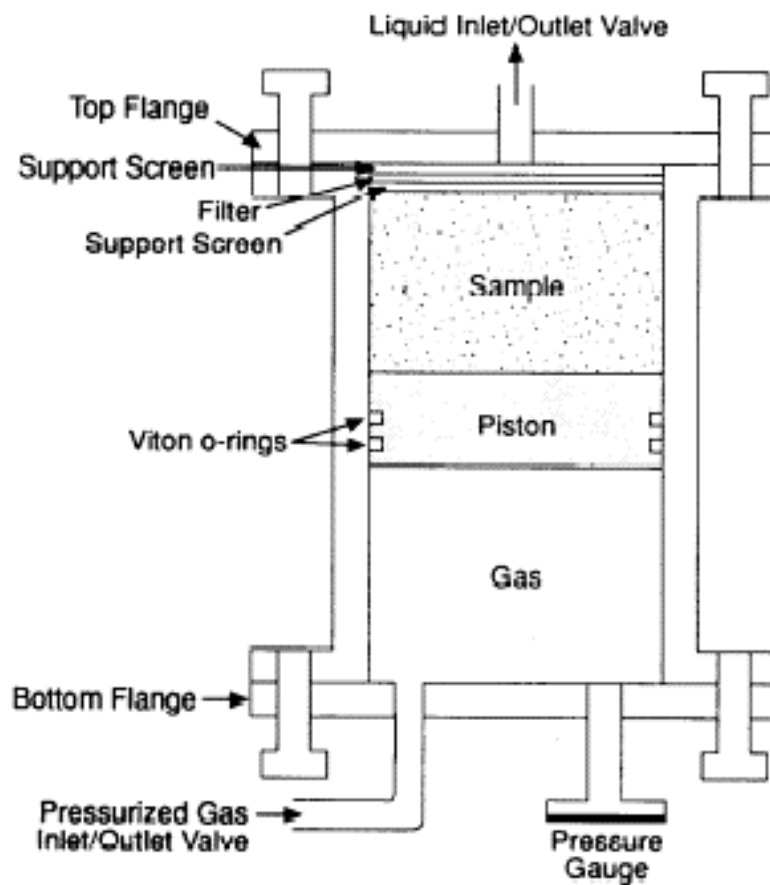
**Figura XI.1.** Diagrama de Flujo procedimiento lixiviación materiales monolíticos

ANEXO XII  
FIGURA EQUIPO EXTRACCIÓN – TCLP/SPLP



Fuente: Figura 1. SW 846 Método 1311

ANEXO XIII  
Figura ZHE – TCLP/SPLP



Fuente: Figura 2. SW 846 Método 1311



**ANEXO XIV**  
**EQUIPOS CONOCIDOS POR LA EPA, PARA FILTRACIÓN, ZHE – TCLP/SPLP**

**Aparatos rotatorios de agitación**

Compañía	Ubicación	Modelo No.
Analytical testing and consulting services, inc.	Warrington, PA, EUA	Extractor 4 contenedores (DC20S) Extractor 8 contenedores (DC20) Extractor 12 contenedores (DC20B) Extractor 24 contenedores (DC24C)
Associated design and manufacturing company	Alexandria, VA, EUA	2 contenedores (3740-2-BRE) 4 contenedores (3740-4-BRE) 6 contenedores (3740-6-BRE) 8 contenedores (3740-8-BRE) 12 contenedores (3740-12-BRE) 24 contenedores (3740-24-BRE)
Environmental machine and design, Inc	Lynchburg, VA, EUA	8- contenedores (08-00-00) 4 – contenedores (04-00-00)
IRA machine shop and laboratory	Santurce, PR, EUA	8- contenedores (011001)
Lars lande manufacturing	Whitmore Lake, MI, EUA	10- contenedores (10VRE) 5- contenedores (5VRE) 6- contenedores (6VRE)
Millipore Corp	Bedford, MA, EUA	4 – ZHE ó 4 Extractor de botella de 2 litros (YT310RAHW)

**Extractores de cero espacio de cabeza - ZHE**

Compañía	Ubicación	Modelo No.
Analytical testing and consulting services, inc.	Warrington, PA, EUA	C102, equipo de presión mecánico
Associated design and manufacturing company	Alexandria, VA, EUA	3745-ZHE, equipo de presión a gas
Environmental machine and design, Inc	Lynchburg, VA, EUA	VOLA-TOX1, equipo de presión a gas
Lars lande manufacturing	Whitmore Lake, MI, EUA	ZHE-11, equipo de presión a gas
Millipore Corp	Bedford, MA, EUA	YT30090HW, equipo de presión a gas
Gelman Science	Ann Arbor, MI, EUA	15400, equipo de presión a gas

**Equipo de filtración**

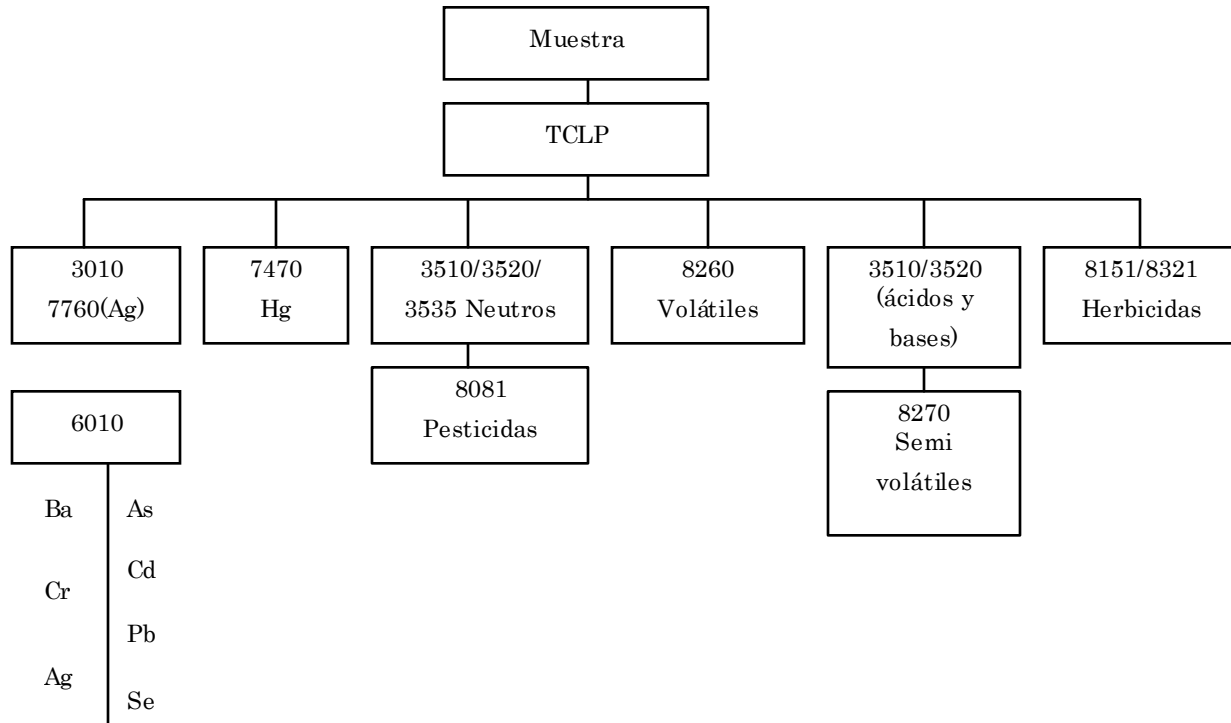
Compañía	Ubicación	Modelo No.
Nucleopore corporation	Pleasanton, CA, EUA	425910 (142 mm) 410400 (47 mm)
Micro Filtration systems	Dublin, CA, EUA	302400 (142 mm) 311400 (47 mm)
Millipore Corp	Bedford, MA, EUA	YT30142HW (142 mm) XX1004700 (47 mm)

**Medios de filtración**

Compañía	Ubicación	Modelo No.
Nucleopore corporation	Pleasanton, CA, EUA	211625
Micro Filtration systems	Dublin, CA, EUA	GF75
Millipore Corp	Bedford, MA, EUA	AP40
Gelman Science	Ann Arbor, MI, EUA	66256 (90 mm) 66257 (142 mm)
Whatman Laboratory Products, Inc	Clifton, NJ, EUA	GFF

## ANEXO XV MÉTODOS APROPIADOS PARA ANÁLISIS DE ANALITOS EN EXTRACTOS

### Métodos SW-846 de análisis recomendados para los Extractos TCLP



**3010** Digestión acida de muestras acuosas y extractos para metales totales por análisis por absorción atómica llama ó espectroscopia ICP

**3510** Extracción líquido líquido por separador por balón.

**3520** Extracción líquido líquido continua

**3535** Extracción de fase sólida (SPE)

**6010** Espectroscopia de emisión atómica acoplada a plasma inductivo

**7470** (Ag) Mercurio en desechos líquidos (técnica manual de vapor frío)

**8081** Pesticidas organoclorados por cromatografía de gases

**8151** Herbicidas clorados por cromatografía de gases usando metilación o derivatización con pentafluorobenzilación

**8260** Compuestos orgánicos volátiles por cromatografía de gases con detector selectivo de masas (GC/MS)

**8270** Compuestos orgánicos semi volátiles por cromatografía de gases con detector selectivo de masas (GC/MS)

**8321** Compuestos no volátiles extractables con solvente por cromatografía líquida de alto comportamiento / termoaspersión / espectrometría de masas (HPLC/TS/MS) o detección ultravioleta (UV)

## ANEXO XVI AGUA RECONSTITUIDA

*Ejemplo de un agua de dilución adecuada (de acuerdo a ISO 6341)*

Todos los reactivos químicos deben ser grado analítico.

El agua debe ser agua destilada de buena calidad, o desionizada con una conductividad menor de 5  $\mu\text{S cm}^{-1}$ .

El equipo para la destilación del agua no debe contener ninguna parte hecha de cobre.

Soluciones stock

- Cloruro de calcio dihidratado ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ): Disolver 11,76 g en agua y llevar a 1 litro.
- Sulfato de magnesio heptahidratado ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ): Disolver 4,93 g en agua y llevar a 1 litro.
- Bicarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$ ): Disolver 2,59 g en agua y llevar a 1 litro.
- Cloruro de potasio (KCl): Disolver 0,23 g en agua y llevar a 1 litro.

Agua de dilución reconstituida:

Mezclar 25 mL de cada una de las cuatro soluciones stock y llevar a 1 litro con agua.

Airear hasta que la concentración de oxígeno disuelto sea igual al valor de saturación en aire.

El pH debe ser  $7,8 \pm 0,2$ .

Si es necesario ajustar el pH con hidróxido de sodio [NaOH] o ácido clorhídrico [HCl].

El agua de dilución preparada de esta forma es dejada aparte por 12 horas y no necesita aireación adicional.

La suma de iones calcio y magnesio en esta solución es de 2,5 mmol por litro. La relación de iones calcio a magnesio Ca:Mg es de 4:1 y la de iones sodio a potasio Na:K es de 10:1.

La alcalinidad total de esta solución es de 0,8 mmol por litro.

Cualquier desviación en la preparación del agua de dilución no debe cambiar la composición o propiedades del agua.

## ANEXO XVII SUSTANCIAS DE REFERENCIA

Resumen de resultados de un ensayo realizado en 1978.

Precaución: el propósito de este ensayo fue la determinación de  $\text{EC}_{50}$  en 24 horas.

Sustancias usadas:

- 1) Dicromato de potasio,
- 2) Acido tetrapropilbencenosulfónico
- 3) Acido tetrapropilbencenosulfónico, sal de sodio
- 4) Acido tricloro -2,4,5- fenoxiacético, sal de potasio.

Sustancia	No. De laboratorios participando	No. De resultados de calculo	$\text{EC}_{50} - 24 \text{ h}$ promedio mg/L
1	46	129	1,5
2	36	108	27
3	31	84	27
4	32	72	770

### Ejemplo de un procedimiento para el cultivo de algas

#### Observaciones generales

El propósito descrito a continuación es obtener un cultivo de algas para ensayo de toxicidad.



Se deben utilizar métodos adecuados para asegurar que los cultivos de algas no estén infectados con bacterias (ISO 4833). Monocultivos estériles pueden ser deseables pero cultivos de unialgas son esenciales.

Todas las operaciones deben ser realizadas en condiciones estériles para evitar la contaminación con bacterias y otras algas. Cultivos contaminados se deben rechazar.

#### Procedimiento para la obtención de cultivos de algas

Preparación de la solución de nutrientes (medio):

El medio puede ser preparado diluyendo las soluciones stock concentradas de nutrientes. Para medio sólido se adiciona 0,8% de agar. El medio usado debe ser estéril. La esterilización con autoclave puede producir pérdidas de amoníaco.

#### Cultivo stock

Los cultivos stock son pequeños cultivos de algas que son regularmente transferidos a medio fresco para actuar como material de ensayo inicial. Si el cultivo no se ha usado regularmente rayar sobre tubos de agar inclinados. Estos deben ser transferidos a medio fresco al menos una vez cada dos meses.

Los cultivos stock deben crecer en recipientes cónicos conteniendo medio apropiado (aproximadamente 100 mL). Cuando las algas son incubadas a 20°C con iluminación continua, se requiere transferencia semanal.

Durante la transferencia, una cantidad de cultivo viejo es transferido con una pipeta estéril a un recipiente con medio fresco, de forma tal que para especies de rápido crecimiento la concentración inicial es alrededor de 100 veces menor que en el medio de cultivo viejo.

La tasa de crecimiento de una especie puede ser determinada de la curva de crecimiento. Si esta es conocida, es posible estimar la densidad en la cual el cultivo debe ser transferido al nuevo medio. Esto se debe realizar antes que el cultivo alcance la fase de decaimiento.

#### Pre-cultivo

El pre-cultivo tiene como objetivo dar una cantidad de algas adecuadas para la inoculación de los cultivos de ensayo. El pre-cultivo es incubado bajo las condiciones del ensayo y usado cuando se está en fase de crecimiento exponencial, normalmente después de un periodo de incubación de alrededor de tres días. Se deben descartar las células anormales o deformadas presentes en el cultivo.

### **ANEXO XVIII RESULTADO DE ENSAYOS INTER-LABORATORIOS CON SUSTANCIA DE REFERENCIA**

La ISO 8692- Calidad de agua – Ensayo de inhibición del crecimiento de algas en agua fresca con *Scenedesmus subspicatus* y *Selenastrum capricornutum* reporta los siguientes resultados para un estudio inter-laboratorios entre 16 laboratorios, evaluando dicromato de potasio.

	<b>Media (mg/L)</b>	<b>Rango (mg/L)</b>
$E_r C_{50}$ (0-72h)	0,84	0,60 a 1,03
$E_b C_{50}$ (0-72h)	0,53	0,20 a 0,75



- ARTÍCULO SEGUNDO.-** Ordénese la remisión de copia de la presente Resolución al Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, para su conocimiento, a la Oficina de Informática del IDEAM, para su divulgación en la página web del Instituto y al Grupo de Documentación, Archivo y Correspondencia del IDEAM, con el fin de que repose en la biblioteca como documento de consulta.
- ARTÍCULO TERCERO.-** Ordénese la publicación del presente acto administrativo en el Diario Oficial.
- ARTÍCULO CUARTO.-** La presente resolución rige a partir de la fecha de su publicación.

**PUBLIQUESE Y CUMPLASE**

Dada en Bogotá, D.C., a 30 MAR 2007

**CARLOS COSTA POSADA**  
Director General