

Figura 3.9. Sistema de ignición para sólidos equipo para realización de prueba tiempo/presión

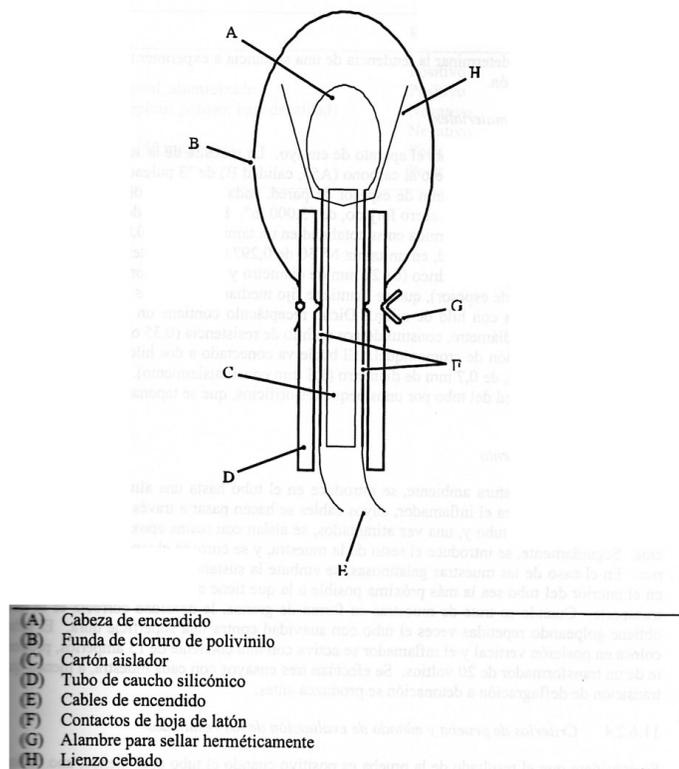


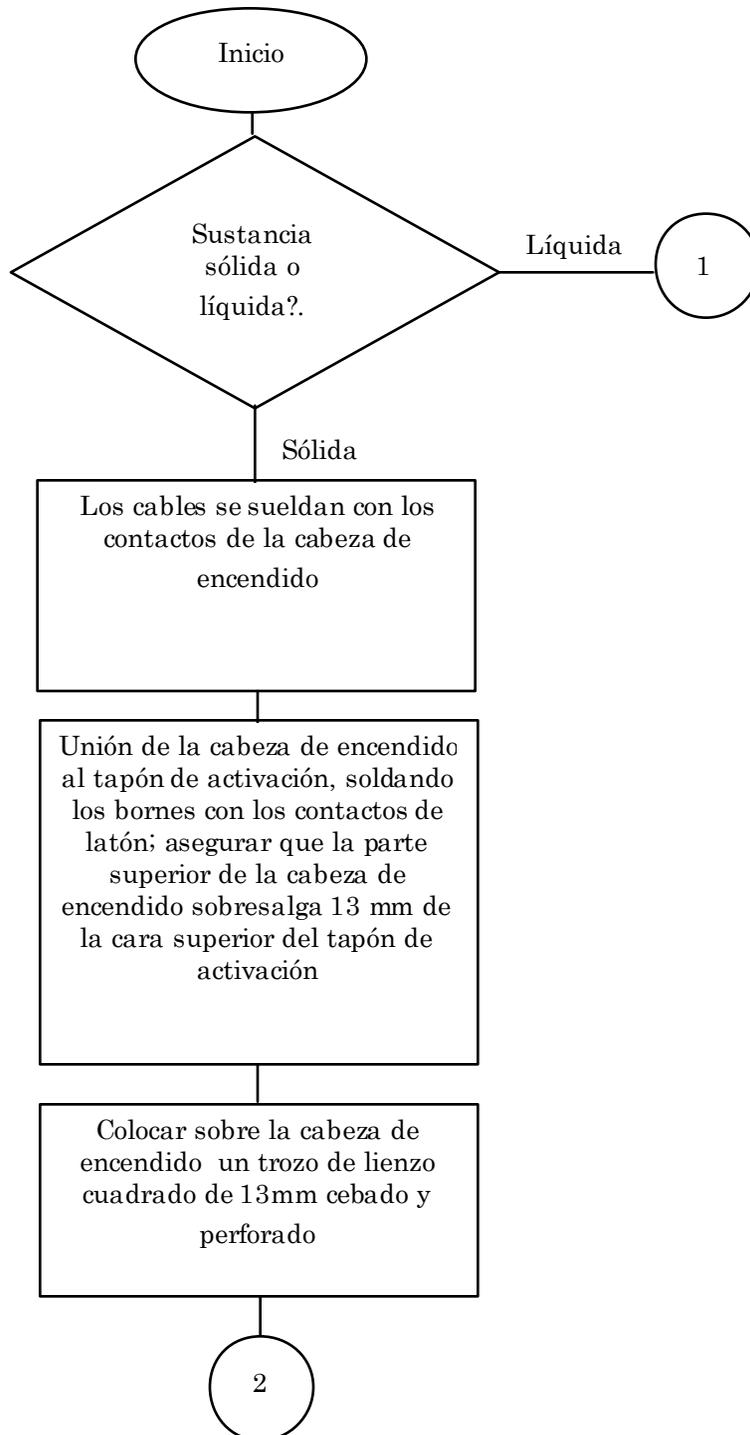
Figura 3.10. Sistema de ignición para líquidos equipo para realización de prueba tiempo/presión

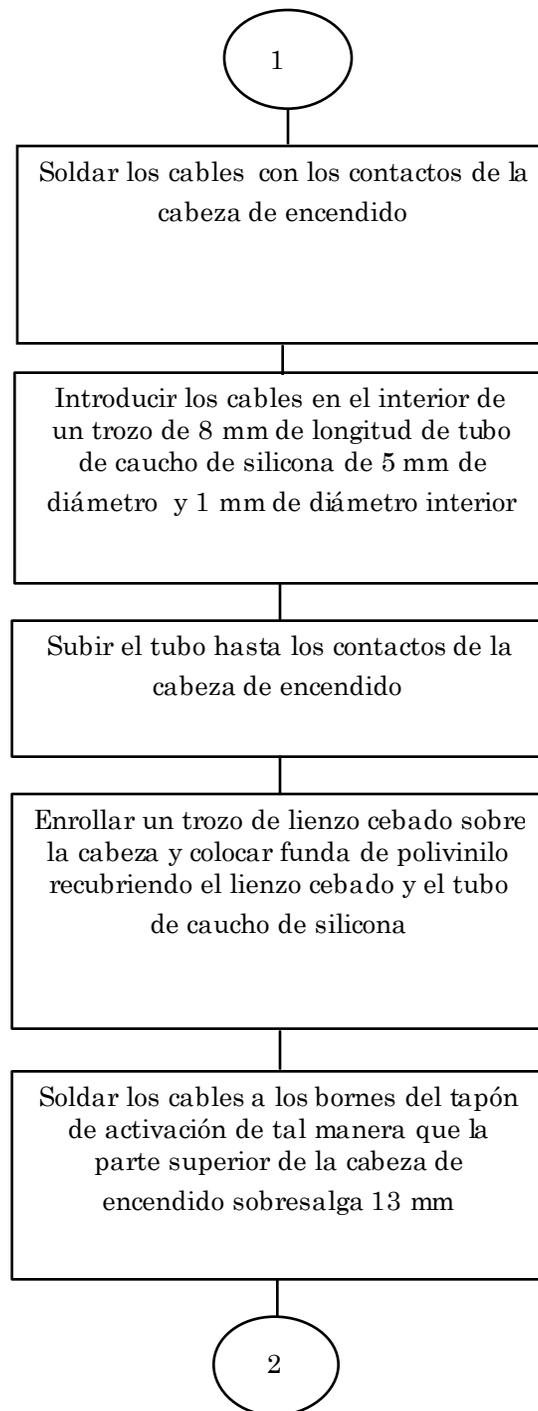
coloca sobre la cabeza de encendido y se enrolla sobre ella sujetándola con un hilo fino de algodón.

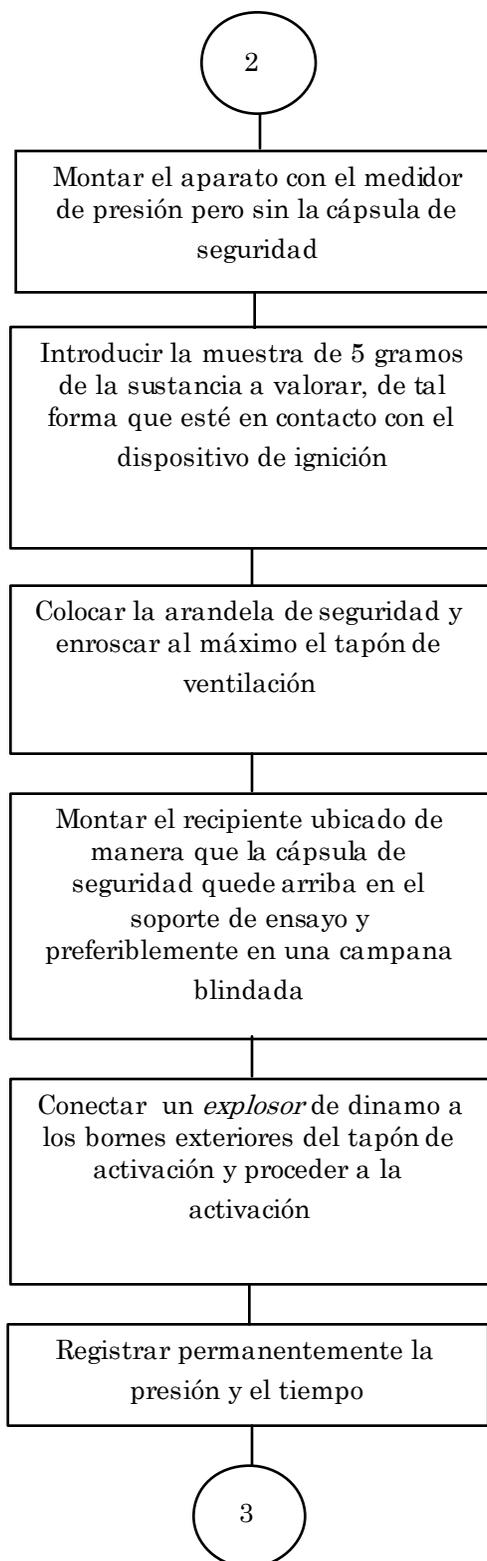
- Para sustancias líquidas, los cables se sueldan con los contactos de la cabeza de encendido. De manera posterior, se introducen los cables en el interior de un trozo de 8 mm de longitud de tubo de caucho de silicona de 5 mm de diámetro y 1 mm de diámetro interior. A continuación se hace subir el tubo hasta los contactos de la cabeza de encendido. Posteriormente, el trozo de lienzo cebado se enrolla sobre la cabeza y se utiliza una funda de cloruro de polivinilo o material equivalente para recubrir el lienzo cebado y el tubo de caucho de silicona. La funda se fija herméticamente enrollando un alambre fino sobre el tubo y la funda. Luego, se sueldan los cables a los bornes del tapón de activación de tal manera que la parte superior de la cabeza de encendido sobresalga 13 mm sobre la cara superior del tapón.
- Una vez montado el aparato con el medidor de presión pero sin la cápsula de seguridad y sujetándolo con el tapón de activación hacia abajo, se introduce la muestra de 5 gramos de la sustancia a valorar de tal forma que esté en contacto con el dispositivo de ignición.
- Posteriormente se coloca la arandela de seguridad y se enrosca al máximo el tapón de ventilación. Se monta el recipiente ubicado de manera que la cápsula de seguridad quede

arriba en el soporte de ensayo, que se aloja por razones de seguridad en una campana blindada o en un cubículo a propósito.

- Se conecta un *explosor* de dinamita a los bornes exteriores del tapón de activación y se procede a la realización de ésta.
- La señal producida por el transductor de presión se capta mediante el dispositivo para analizar la curva tiempo/presión y obtener un registro permanente de esta.
- El ensayo se realiza tres (3) veces. Se anota el tiempo que tarda la presión en cambiar de 690 KPa a 2070 KPa por encima de la presión atmosférica. Se considera el valor más pequeño.







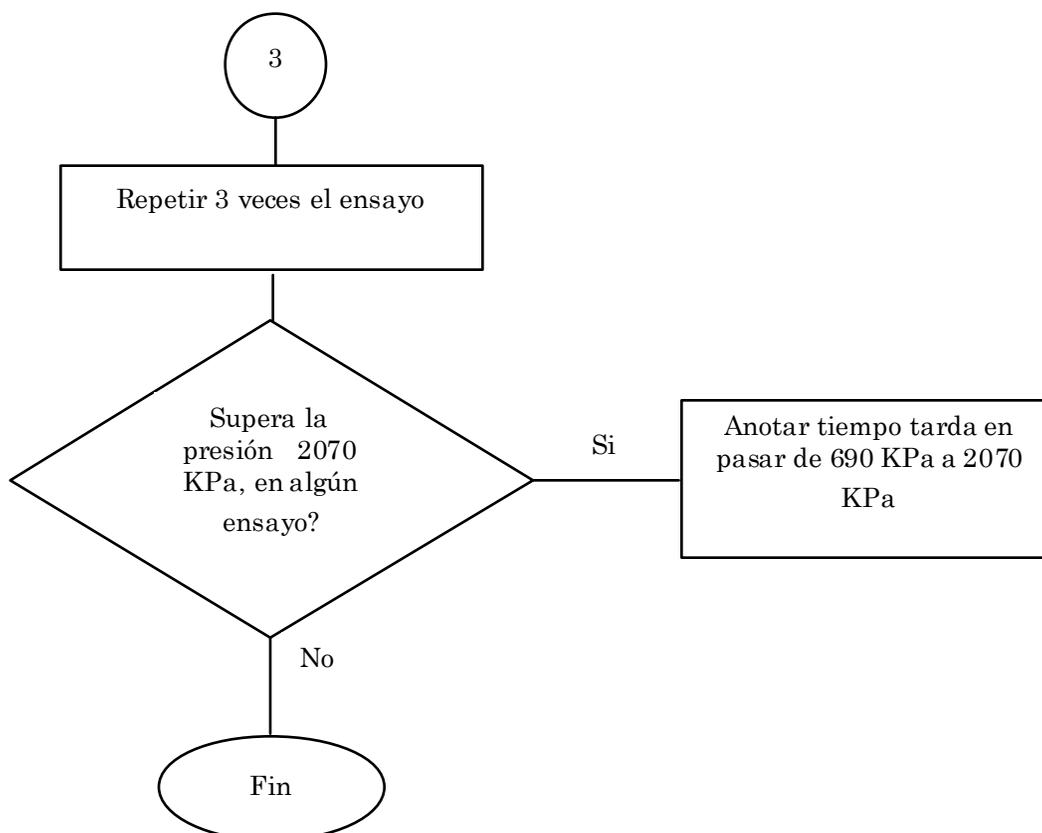


Figura 3.11. Diagrama de flujo procedimiento para prueba tiempo/presión

VII. RESULTADOS

Se considera que el resultado es positivo y que la sustancia es capaz de deflagrar si la presión máxima alcanzada en la prueba es igual o superior a 2070 KPa. Se considera que el resultado es negativo y que no es probable que se produzca deflagración si la presión alcanzada en cualquiera de los ensayos es inferior a 2070 KPa.

VIII. INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX. REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba N.4.

3.4. PRUEBA PARA DETERMINAR EL EFECTO DE LA INFLAMACION EN ESPACIO LIMITADO - PRUEBA DE INFLAMACION INTERIOR

I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias sólidas y sustancias en estado coloidal.
- Permite determinar la tendencia de una sustancia a experimentar una transición de deflagración a detonación.

II. PRINCIPIO DEL METODO

En este método, una sustancia en estado sólido o coloidal es introducida en un ambiente confinado (tubo de acero) y puesta en contacto con un inflamador de pólvora negra, activado mediante corriente eléctrica. Se evalúa el tipo de fragmentación que sufre el tubo con el fin

de determinar si la sustancia es explosiva, o no presenta tendencia a experimentar una transición de deflagración a detonación.

III. INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias en la determinación.

IV. EQUIPOS Y MATERIALES

- El equipo utilizado en el ensayo (Figura 3.12), consta de un tubo de acero al carbono (A53, calidad B) de 3 pulgadas, ficha 80", con diámetro interno de 74 mm y 7.6 mm de espesor de pared. Los extremos del tubo se encuentran cerrados con un tapón hembra roscado de acero forjado de 3000 lb. En el centro del tubo se ubica un inflamador de pólvora negra de tamaño de partícula menor a 0.297 mm (pasa tamiz No 20 de 0,297 mm). El inflamador consiste en un recipiente cilíndrico de 21 mm de diámetro y 64 mm de largo elaborado en acetato de celulosa de 0.54 mm de espesor. Este se mantiene fijo mediante dos capas de cinta del mismo material reforzadas con hilos de nylon. El recipiente contiene un circuito en bucle de 0.30 mm de diámetro, constituido por un hilo de 25 mm de longitud y resistencia de 0.35 Ω , fabricado en una aleación de cromo-níquel. El bucle se encuentra conectado a dos hilos conductores aislados de 0.7 mm de diámetro, cuyo material es cobre estañado. Los hilos sobresalen del tubo a través de dos orificios pequeños que se taponan con resina epóxica.
- Transformador de 20 V

V. REACTIVOS

- No se requieren

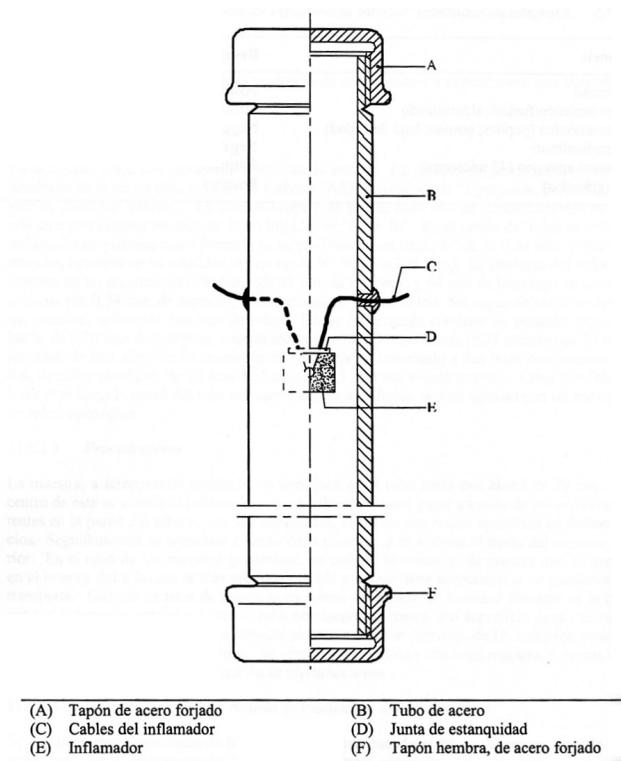


Figura 3.12. Equipo de prueba para determinación de inflamación interior

VI. PROCEDIMIENTO

- Se introduce la muestra en el tubo hasta una altura de 23 cm
- Se dispone el inflamador en el centro del tubo y se hacen pasar los cables de éste a través de los orificios en la pared
- Se tensionan los cables y se aíslan con resina epóxica
- Se introduce la parte restante de la muestra. En el caso de sustancias granulares, al introducir la muestra, se golpea suavemente en varias oportunidades el tubo de manera que se logre su compactación

- Se pone el tapón superior del tubo
- Se pone el tubo en posición vertical
- Se activa el inflamador con una corriente de 15 A procedente de un transformador de 20 V
- Se realizan tres (3) ensayos con cada muestra a no ser que la transición de deflagración a detonación se produzca en una prueba anterior

VII. RESULTADOS

Se considera que la sustancia es explosiva si el tubo o uno de los tapones roscados se fragmentan en dos partes. Se considera que la sustancia no presenta tendencia a experimentar una transición de deflagración a detonación, mas no que la sustancia no sea explosiva, en caso que el tubo se abra o se agriete o cuando el tubo o los tapones se deformen hasta el punto que estos últimos se desprendan.

VIII. INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX. REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba 1 c) ii.

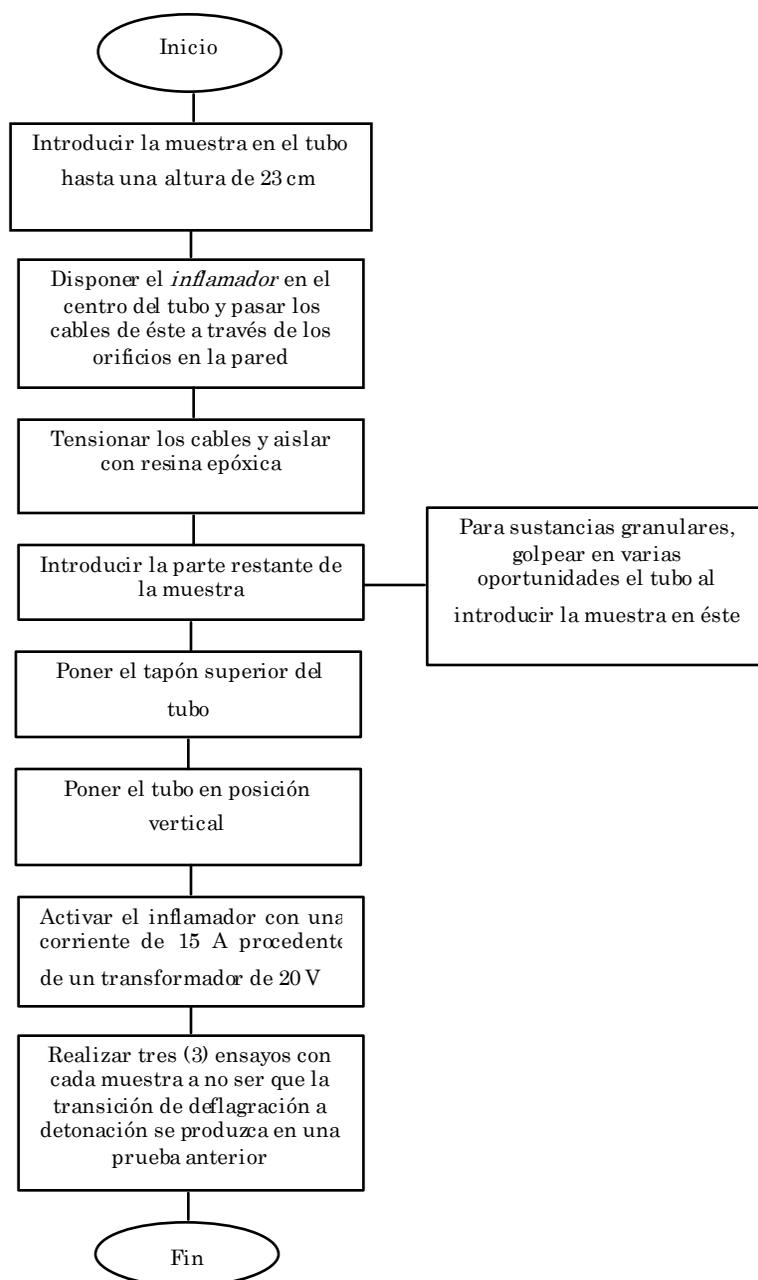


Figura 3.13. Diagrama de flujo procedimiento para determinación del efecto de la inflamación en espacio limitado – prueba de inflamación interior

3.5. SENSIBILIDAD A ESTIMULOS MECANICOS – CHOQUE Y FRICCIÓN

I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias líquidas, sólidas y pastosas.
- El método permite determinar si una sustancia en estos estados presenta peligro de explosión al ser sometida a estímulos mecánicos consistentes en choques y fricción para el caso de sólidos y choques en el caso de sustancias líquidas.

II. PRINCIPIO DEL METODO

El método determina la posibilidad de explosión de sólidos al ser sometidos al efecto de choque o fricción (sensibilidad mecánica), y el peligro de explosión de líquidos al ser sometidos a choques. La sensibilidad a los choques implica el sometimiento de la muestra al choque de un objeto de masa específica que cae desde una altura determinada. La sensibilidad a la fricción es determinada al someter a la muestra sólida o pastosa a fricción entre superficies estándar bajo condiciones específicas de carga y movimiento relativo.

III. INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias en la determinación.

IV. EQUIPOS Y MATERIALES

Sensibilidad mecánica – choque

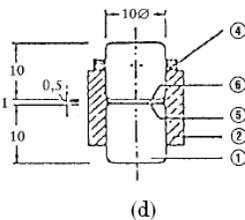
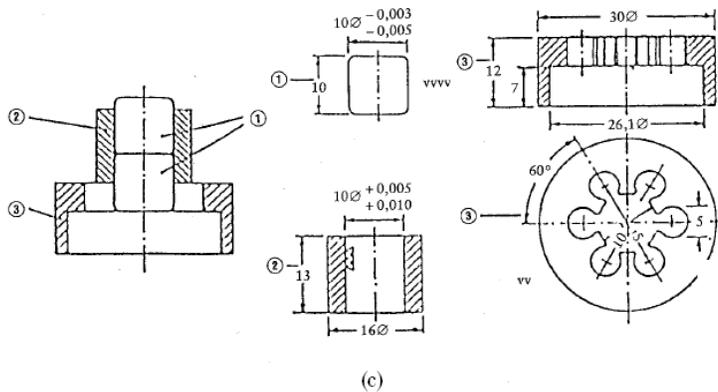
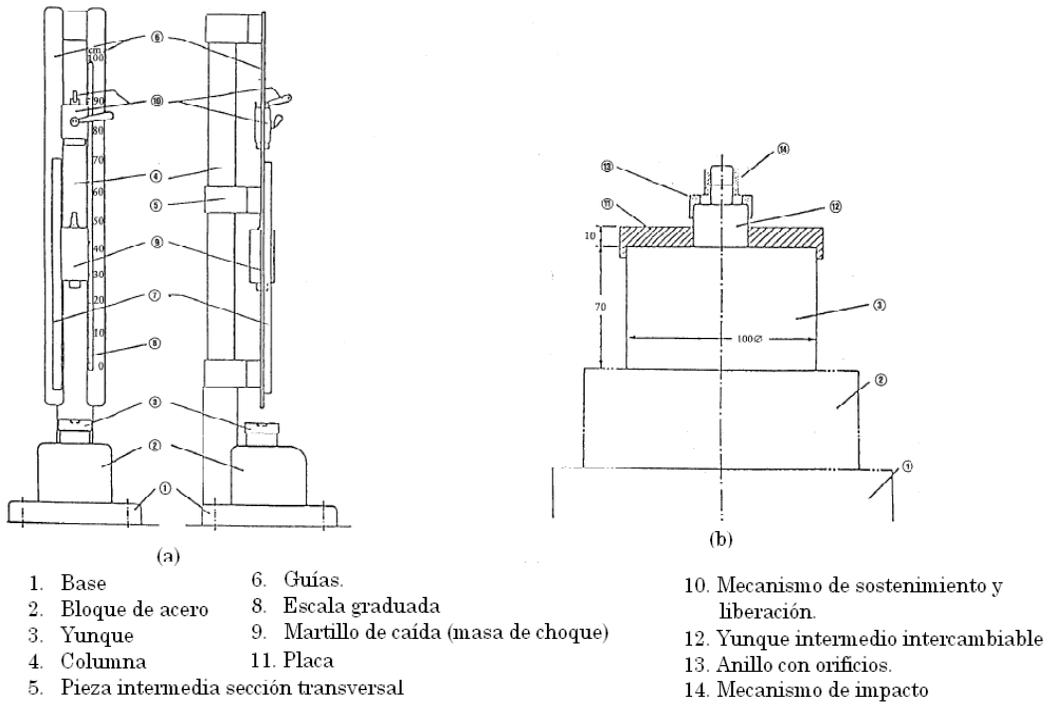
La Figura 3.14 (a) y (b), presenta las partes constitutivas y características del equipo necesario para la realización de la prueba. Este consta de bloques de acero ubicados en una base, yunques del mismo material, columnas, guías, pesos de 5 y 10 kg utilizados como cargas para la sustancia bajo estudio (Figura 3.14 (e)), un mecanismo de liberación y uno para el sostenimiento de la muestra. El yunque tiene 100 mm de diámetro y 70 mm de altura y se encuentra sujeto a la parte superior del bloque de acero mediante tornillos instalados para tal fin. El bloque de acero presenta las siguientes dimensiones: 230 mm de longitud, 250 mm de ancho y 200 mm de altura con un molde que sirve como base, con 450 mm de longitud, 450 mm de ancho y 60 mm de altura. Una columna construida en acero se encuentra sujeta a la parte inferior del bloque de acero y el equipo se encuentra ubicado en un bloque de concreto sólido de 60 x 60 x 60 cm. La sustancia es introducida en un mecanismo de choque, (2.14 (c) y (d)), que consta de dos (2) cilindros coaxiales fabricados en acero macizo pulido, con bordes redondeados, ubicados uno sobre el otro. El diámetro de los cilindros es de 0.003 a 0.005 mm y su altura es de 10 mm. Para el caso de sustancias sólidas, los cilindros se encuentran juntos, mientras que el mecanismo de choque para líquidos debe tener una separación de 1.0 mm entre los cilindros.

Sensibilidad mecánica - fricción

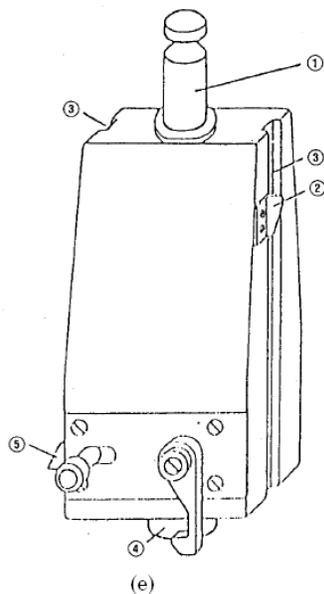
El equipo utilizado para evaluar la sensibilidad a la fricción de una muestra, es presentado en la Figura 3.15. Está constituido por un cilindro de porcelana fijo y una placa móvil del mismo material. La placa de porcelana se encuentra sostenida en una carrocería que se desplaza sobre dos guías. Esta carrocería está conectada a un motor eléctrico de manera que la placa es movida solo una (1) vez hacia atrás y hacia delante una distancia de 10 mm. El cilindro de porcelana aplica generalmente fuerzas de 120 o 360 N. La placa de porcelana de 25 mm de longitud y 5 mm de altura y el cilindro, están elaborados de porcelana técnica blanca (rugosidad 9 a 32 μm). Las dimensiones del cilindro son 15 mm de largo y 10 mm de diámetro, con bordes redondeados de radio de curvatura igual a 10 mm.

V. REACTIVOS

No se requieren



- | |
|---|
| 1. Cilindros de acero |
| 2. Anillo guía para cilindros |
| 3. Localización de anillo con orificios |
| 4. Anillo de caucho |
| 5. Sustancia líquida |
| 6. Espacio libre de líquido |



- | |
|------------------------------------|
| 1. Llave de suspensión |
| 2. Señalador de altura |
| 3. Ranura de posicionamiento |
| 4. cabeza cilíndrica sobresaliente |
| 5. Pasador |

Figura 3.14. Equipo de prueba para determinación de explosividad por sensibilidad al choque. (a). Vista frontal. (b). Vista de la parte inferior del equipo. (c). Detalles mecanismo de choque para sustancias sólidas y pastosas. (d). Detalles mecanismo de choque para sustancias líquidas. (e). Detalles martillo de caída (masa de choque).

VI. PROCEDIMIENTO

Sensibilidad mecánica – choque

- Tomar una muestra de 40 mL de la sustancia bajo prueba. En el caso de sustancias sólidas, someterlas a secado y tamizado para la selección de partículas que pasen tamiz de malla 0.5 mm. Si la sustancia se encuentra en gránulos es necesaria su pulverización y posterior tamizado. Para sustancias pastosas se debe realizar un procedimiento de secado, pulverización y tamizado antes de realizar la prueba
- Ubicar la muestra en el espacio entre los dos cilindros de acero. Para el caso líquidos este espacio debe ser de 1.0 mm
- Ajustar el equipo con la carga de 10 kg
- Dejarla caer desde una altura de 0.40 m
- Realizar seis (6) pruebas utilizando estas condiciones
- En caso que se presente explosión, repetir el procedimiento, empleando la carga de 5 kg desde un altura de 0.15 m
- Realizar una serie de seis (6) pruebas

Sensibilidad mecánica – fricción

- Tomar una muestra de 10 mL de la sustancia bajo prueba. En el caso de sustancias sólidas, someterlas a secado y tamizado para la selección de partículas que pasen tamiz de malla 0.5 mm. Si la sustancia se encuentra en gránulos es necesaria su pulverización y posterior tamizado. Para sustancias pastosas se debe realizar un procedimiento de secado, pulverización y tamizado. En caso que no sea posible el secado de la sustancia, se realiza la formación de láminas de 0,5 mm de espesor, 2 mm de ancho y 10 mm de longitud
- Ubicar la muestra en la placa de porcelana
- Ubicar el cilindro de porcelana justo sobre la muestra, verificando que se encuentren en contacto
- Permitir el movimiento de la placa de porcelana 10 mm hacia delante y hacia atrás en un tiempo de 0.44 s
- Realizar seis (6) pruebas utilizando una carga de 360 N, teniendo en cuenta que cada una de las partes de la superficie de la placa y el cilindro solo puede ser utilizada en una (1) ocasión, por lo que los dos extremos del cilindro servirán para dos pruebas y las dos superficies de la placa podrán ser usadas en un número igual de ensayos
- En caso que se presente explosión, repetir el procedimiento, empleando la carga de 120 N
- Realizar una serie de seis (6) pruebas

VII. RESULTADOS

Se considera que la sustancia es explosiva por sensibilidad al choque, si en alguna de las pruebas correspondientes realizadas se presenta una explosión. En caso contrario, se cataloga la sustancia como no explosiva por sensibilidad al choque.

De la misma manera, se considera que la sustancia es explosiva por sensibilidad a la fricción si en alguna de las pruebas correspondientes realizadas se presenta una explosión. En caso contrario, se cataloga la sustancia como no explosiva por sensibilidad a la fricción.

Sensibilidad mecánica – choque

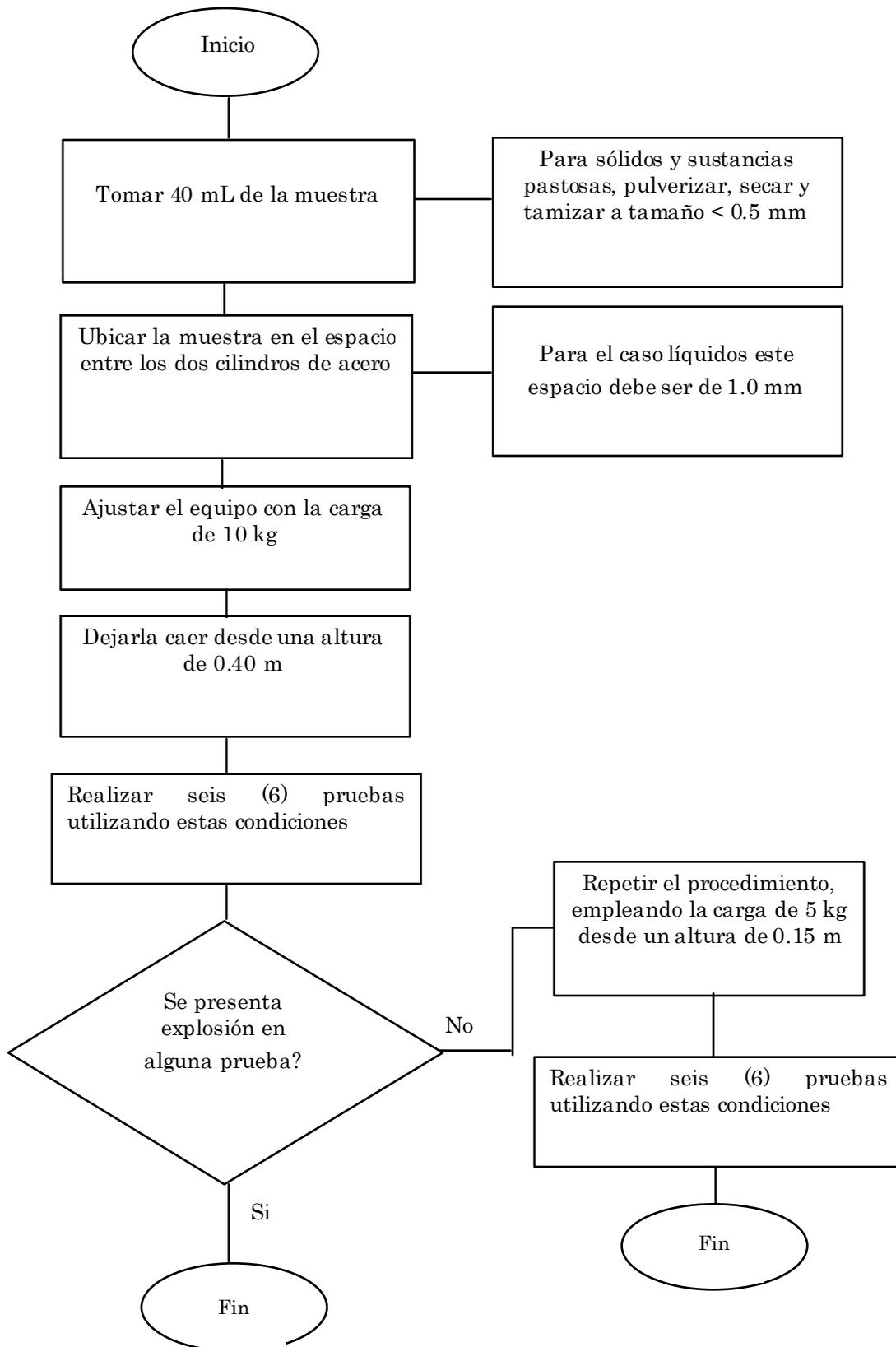


Figura 3.15. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sensibilidad mecánica al choque

Sensibilidad mecánica – fricción

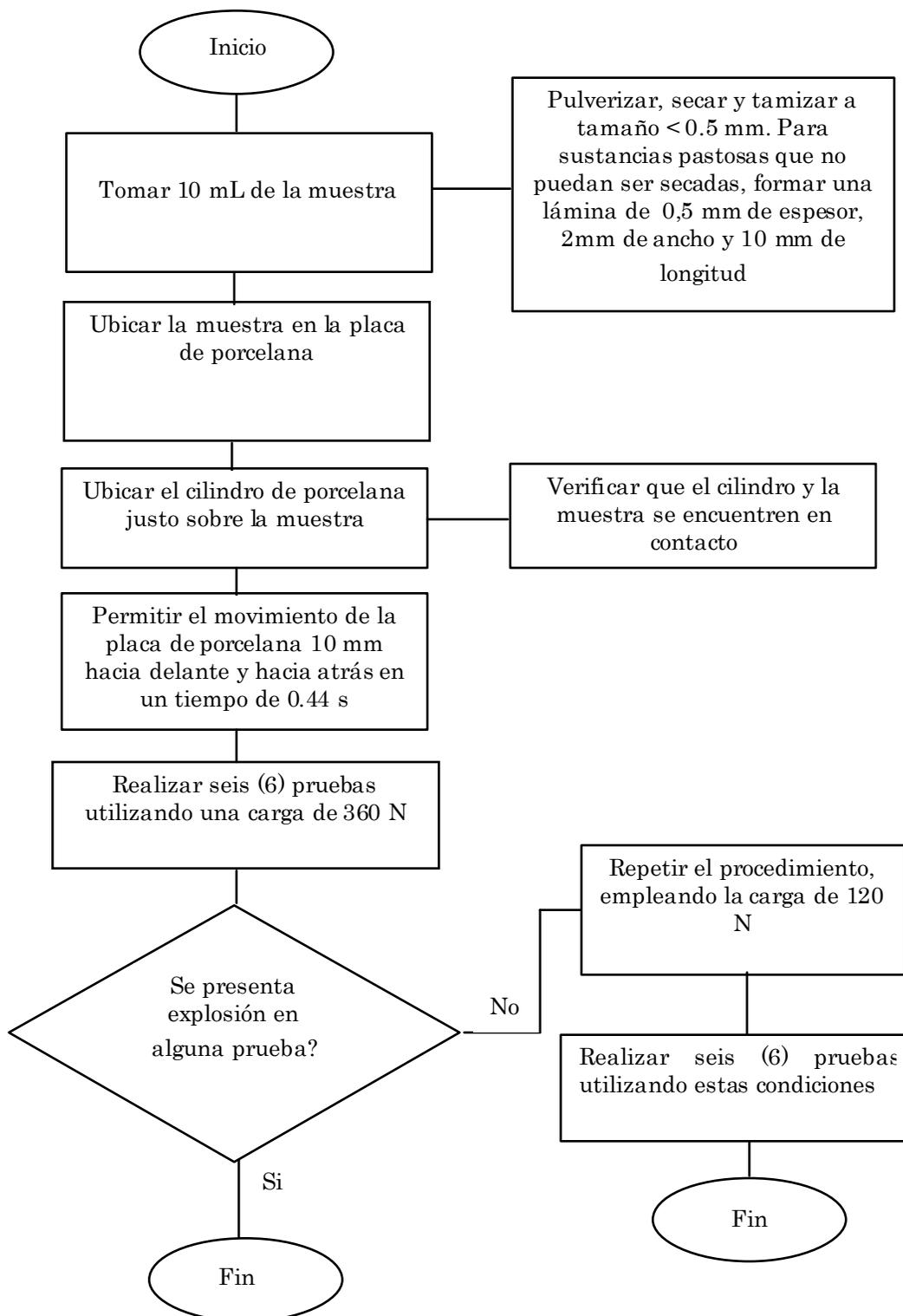


Figura 3.16. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sensibilidad mecánica a la fricción

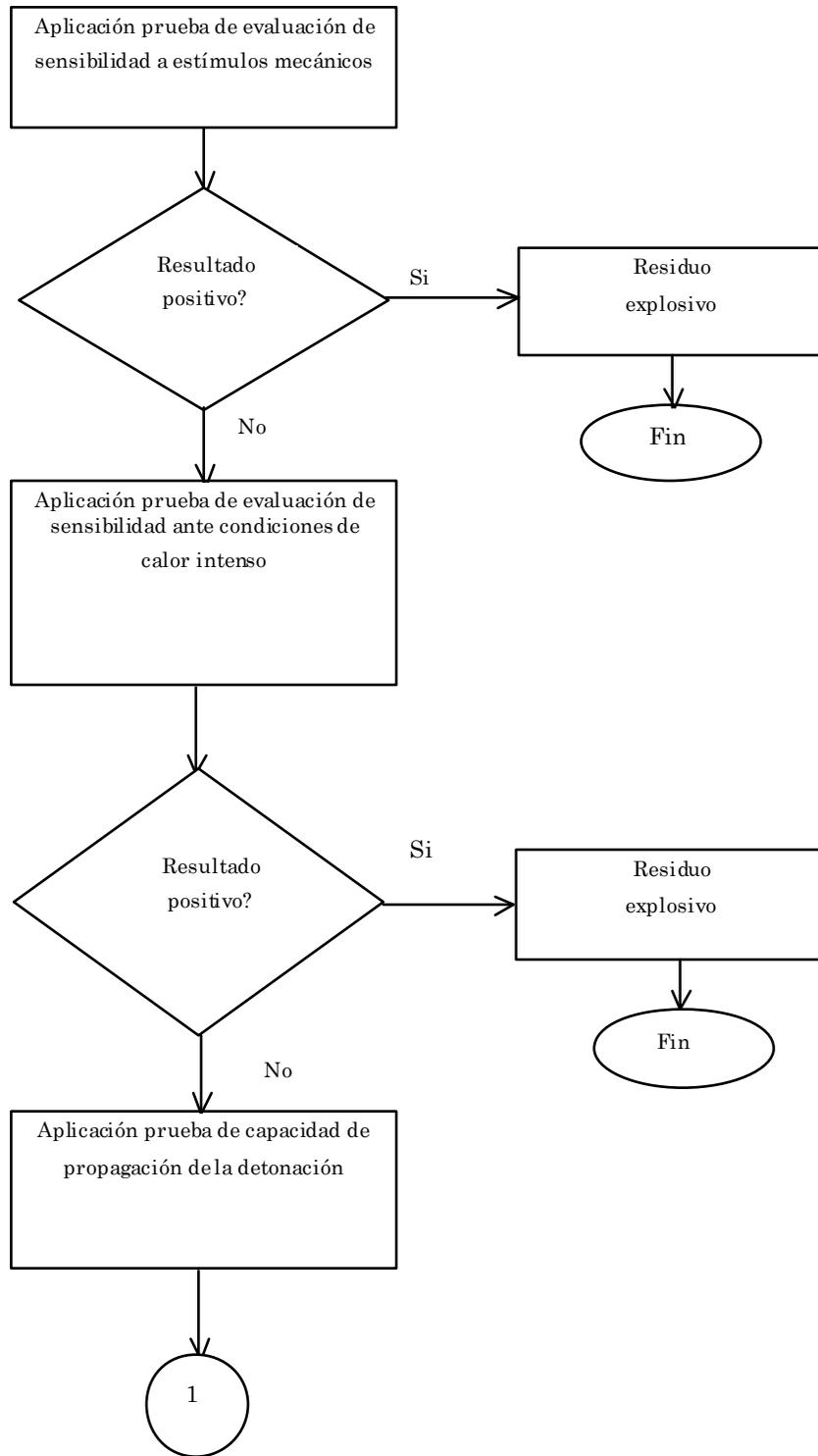
VIII. INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX. REFERENCIAS

Directiva de la Comunidad Europea. EC Directive 92/62/EEC. Método A14

3.6. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE EXPLOSIVIDAD



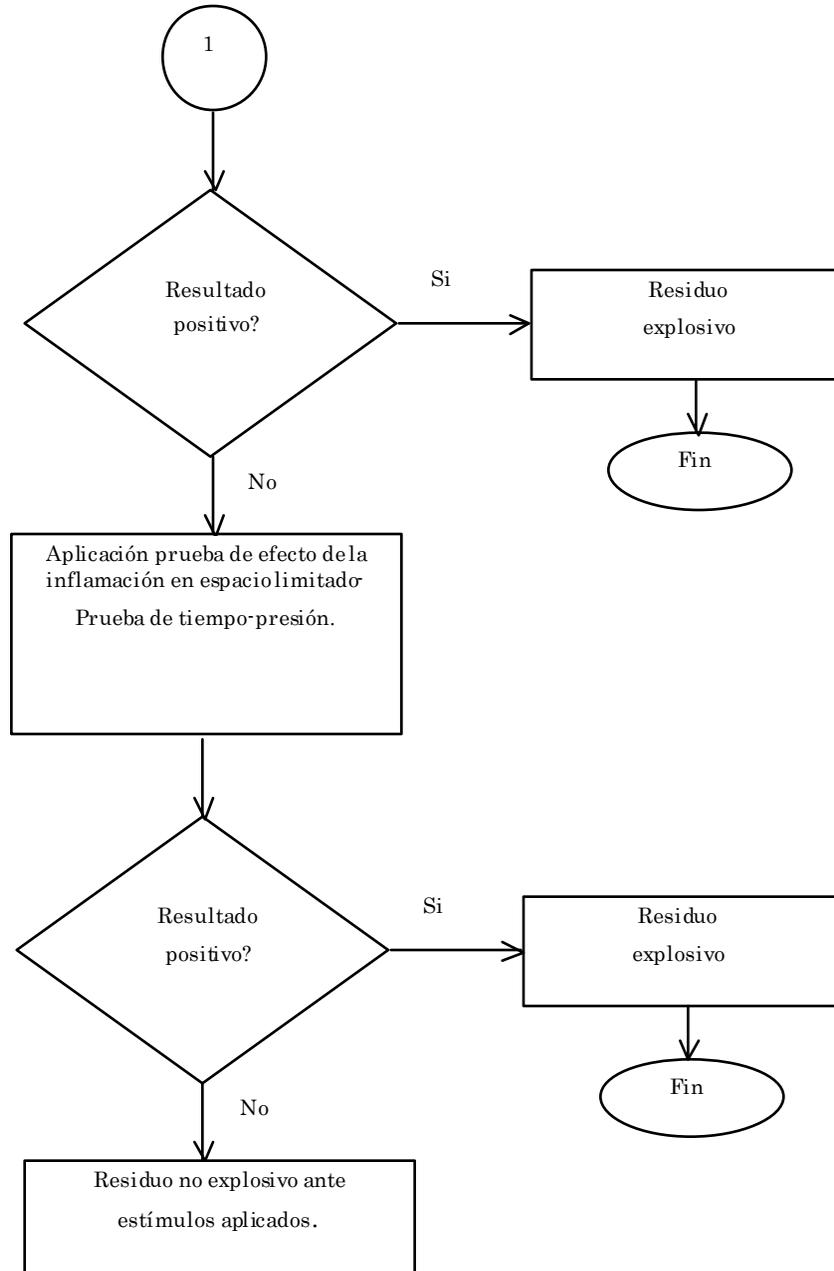


Figura 3.17. Árbol de decisión para ejecución de pruebas relativas a clasificación de residuos explosivos.

4. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA INFLAMABILIDAD

Para la determinación de la inflamabilidad de un residuo, se cuenta con tres (3) procedimientos diferentes cuya aplicación depende del estado en el que se encuentre la sustancia a analizar (líquido, sólido o gaseoso).

Por lo tanto, para la evaluación de esta característica de peligrosidad la primera etapa consiste en la identificación del estado del residuo, continuando con la aplicación de la prueba correspondiente. La Figura 4.5 presenta un esquema global del procedimiento a emplear en el análisis de la inflamabilidad de un residuo.

A continuación se presentan los tres (3) protocolos seleccionados para la determinación de la inflamabilidad de sustancias en estado líquido, sólido o gaseoso.



4.1. INFLAMABILIDAD DE LIQUIDOS

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias en estado líquido, principalmente derivados del petróleo
- Permite determinar el punto de inflamabilidad (*flash point*) de una sustancia en un rango de temperatura de 40 a 360 °C
- La determinación puede realizarse siguiendo dos (2) procedimientos: A y B. El primero es aplicable a sustancias como aceites destilados (diesel, queroseno, aceite térmico y combustible de turbina), aceites lubricante nuevos y otros líquidos del petróleo no incluidos en el alcance del procedimiento B. El procedimiento B tiene aplicabilidad en residuos de aceites usados, aceites lubricantes usados, mezclas de líquidos del petróleo y sólidos, líquidos del petróleo que tienden a formar una película en la superficie bajo las condiciones de la prueba o líquidos del petróleo de tal viscosidad cinemática que no son calentados uniformemente bajo las condiciones de agitación y calentamiento utilizadas en el procedimiento A

II TERMINOS Y DEFINICIONES

Punto de inflamabilidad (*flash point*): corresponde a la mínima temperatura corregida a presión barométrica 101.3 kPa a la cual la aplicación de una fuente de ignición causa que los vapores producidos por la muestra ardan bajo condiciones específicas de la prueba utilizada para la determinación

III PRINCIPIO DEL METODO

El método permite la determinación del punto de inflamación de una sustancia mediante el calentamiento progresivo de ésta y la puesta en contacto con una fuente de ignición a intervalos de tiempo determinados. El procedimiento se realiza utilizando un equipo de Pensky-Martens de copa cerrada automático o manual y el rango de la determinación se encuentra entre 40 a 360 °C

IV INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación

V EQUIPOS Y MATERIALES

- Equipo de Pensky-Martens de copa cerrada automático o manual
- Mecanismo para medición de la temperatura: termómetro o mecanismo electrónico tal como un termómetro de resistencia o una termocupla. En el caso de termómetros, la Tabla 4.1 presenta el número indicado de instrumento

Tabla 4.1. Termómetro a utilizar en determinación de punto de inflamabilidad

Rango de temperatura	Número de termómetro	
	ASTM	IP
-5 -110°C	9C	15C
10 – 200°C	88C	101C
90 – 370°C	10C	16C

- Fuente de ignición: llama de gas natural, llama de gas propano o fuente de ignición eléctrica (espira caliente)

iii. Solventes de limpieza: tolueno o acetona

VI REACTIVOS

No se requieren

VII PROCEDIMIENTO

Procedimiento A - Equipo manual¹⁹

Primera etapa

- Ubicar el equipo en una superficie plana
- Preparar el equipo para la prueba de acuerdo a las instrucciones del fabricante respecto a calibración y revisión
- Limpiar y secar todas las partes y accesorios del equipo utilizando los solventes de limpieza indicados
- Ajustar de acuerdo a las instrucciones del fabricante el sistema de detección automático de flash point en caso que vaya a ser utilizado²⁰
- Introducir en el recipiente para muestra, mínimo 75 mL de la sustancia bajo prueba. En el caso de muestras de aceites usados, el recipiente para muestra debe llenarse hasta un 85 o 95% de su capacidad. Para otro tipo de muestras, el recipiente deberá contener muestra entre un 50 y 85% de su capacidad
- Introducir en la cápsula de prueba la cantidad de muestra necesaria para alcanzar la marca que se encuentra en su interior
- Colocar la cubierta en la cápsula y ubicar el conjunto en el equipo, asegurándose que el mecanismo de seguridad se encuentre adecuadamente ajustado
- Ubicar el mecanismo de medición de temperatura en el sitio apropiado
- Encender la llama de prueba y ajustar su diámetro a una medida de 3.2 a 4.8 mm o encender la fuente de ignición eléctrica y ajustar su intensidad de acuerdo a las instrucciones del fabricante del equipo
- Iniciar el calentamiento de la muestra a una velocidad tal que la temperatura se incremente entre 5 y 6°C cada minuto
- Encender el sistema de agitación a una velocidad de 90 a 120 rpm ubicando el agitador en dirección perpendicular
- Calentar la muestra hasta $15 \pm 5^\circ\text{C}$,²¹ e iniciar la aplicación de la fuente de ignición
- Aplicar la fuente de ignición cada vez que la temperatura se eleve 1°C
- La aplicación de la fuente de ignición se realiza mediante la suspensión de la agitación y la operación del mecanismo en la cubierta de la cápsula de prueba que permite la obstrucción, de tal forma que la fuente de ignición se ubique en el espacio del vapor de la cápsula de prueba en 0.5 s, permanezca allí durante 1 s y regrese a su posición superior
- Registrar como la temperatura de inflamación aquella indicada en el mecanismo de medición de temperatura en el momento en que la aplicación de la fuente de ignición causa una llama en el interior de la cápsula de prueba y ésta se extiende sobre toda la superficie de la muestra²²
- Cuando se utiliza una llama de gas como fuente de ignición, su aplicación puede causar un halo azul o un aumento en su tamaño, previos al flash point, por lo que al no corresponder a la temperatura de interés, estos efectos no deben ser considerados
 - Si el flash point se detecta en la primera aplicación de la fuente de ignición, la prueba debe ser descartada y realizada nuevamente utilizando una muestra diferente y realizando la primera aplicación de la fuente de ignición a una temperatura de $23 \pm 5^\circ\text{C}$ por debajo de la temperatura a la cual se presentó la inflamación
 - Si el flash point detectado se encuentra 28°C por encima de la temperatura a la cual se inicia el contacto con la fuente de ignición o a menos de 18°C a partir de esta temperatura, se considera que el resultado es aproximado y la prueba se debe repetir con una muestra diferente

¹⁹ En el caso de los equipos automáticos, el procedimiento descrito es realizado por el equipo y el manejo del mismo debe realizarse acorde con las instrucciones del fabricante

²⁰ Igualmente por lo menos una (1) vez al año debe realizarse la verificación del mecanismo de medición de la temperatura mediante la determinación del *flash point* de un material de referencia certificado

²¹ Si la muestra presenta una viscosidad alta a esta temperatura, debe realizarse un calentamiento previo en el recipiente para muestra antes de su introducción en la cápsula de prueba

²² En el caso de compuestos halogenados como el cloruro de metileno o el tricloroetileno, no se presenta un *flash point* distinguible por estos efectos, sino que ocurre una extensión de la llama de la fuente de ignición y un cambio en su color de azul a amarillo naranja



- Atendiendo a que las sustancias estudiadas tienen un rango de flash point que no se conoce con anterioridad, los resultados obtenidos son aproximados y en caso de requerirse una determinación exacta, debe realizarse de manera posterior a la primera determinación el procedimiento presentado en la segunda etapa
- Una vez se ha registrado el flash point, se permite el enfriamiento del equipo
- Se remueve la cubierta de prueba y se realiza la limpieza del equipo de acuerdo a las instrucciones del fabricante

Segunda etapa

- Si el flash point determinado en la primera etapa se encuentra por debajo de 100°C, se realiza el calentamiento de la muestra y se aplica por primera vez la fuente de ignición cuando la temperatura se encuentra a $23 \pm 5^\circ\text{C}$ por debajo del punto de inflamación esperado
- Aplicar la fuente de ignición cada vez que la temperatura se eleve 1°C
- La aplicación de la fuente de ignición se realiza mediante la suspensión de la agitación y la operación del mecanismo en la cubierta de la cápsula de prueba que permite la obstrucción, de tal forma que la fuente de ignición se ubique en el espacio del vapor de la cápsula de prueba en 0.5 s, permanezca allí durante 1 s y regrese a su posición superior
- Registrar la temperatura a la cual se presenta la inflamación
- Si el flash point determinado en la primera etapa se encuentra por encima de 110°C, se aplica la fuente de ignición de la manera descrita anteriormente iniciando cuando la temperatura se encuentra a $23 \pm 5^\circ\text{C}$ por debajo del punto de inflamación esperado y a intervalos de aumento en la temperatura de 2°C

Procedimiento B - Equipo manual

Corresponde a la misma secuencia y etapas del procedimiento A con la diferencia que el agitador es puesto en funcionamiento a una velocidad de 250 ± 10 rpm antes de iniciar el calentamiento de la muestra y el calentamiento posterior se realiza a una velocidad tal que la temperatura incrementa de 1 a 1.6°C cada minuto.

VIII RESULTADOS

La temperatura determinada como punto de inflamación, debe ser corregida a la presión de 101.3 kPa en caso que las condiciones de presión en la realización de la prueba no correspondan a este valor. La corrección se realiza mediante la ecuación:

$$\text{Punto de inflamación corregido} = C + 0.25(101.3 - K) \quad (2)$$

donde,

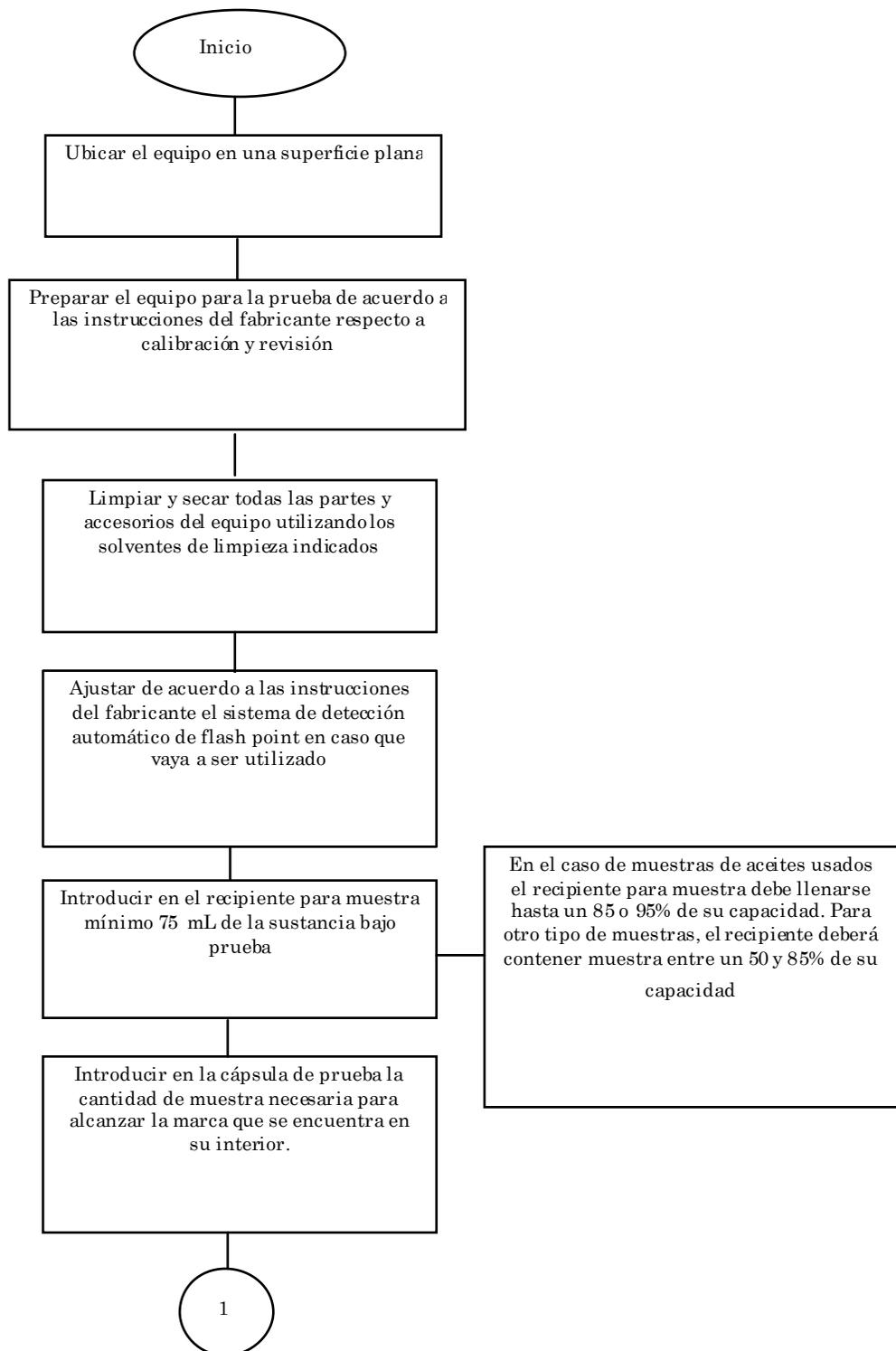
C = punto de inflamación observado ($^\circ\text{C}$)

K = presión atmosférica del sitio de realización de la prueba (kPa)

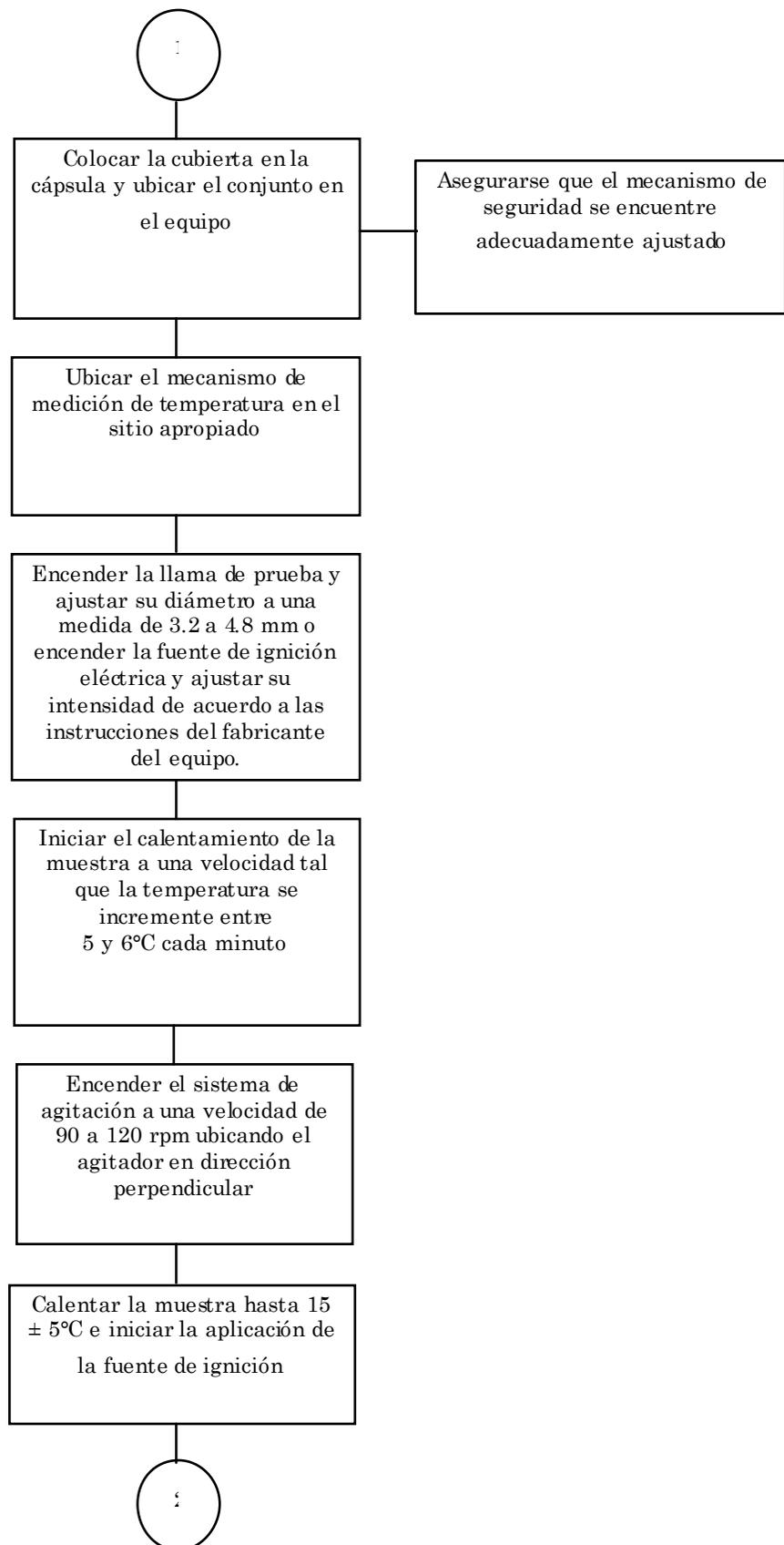
El reporte de los resultados debe indicar el procedimiento utilizado A o B y la temperatura de inflamación corregida a 101.3 kPa y redondeada a 0.5°C .

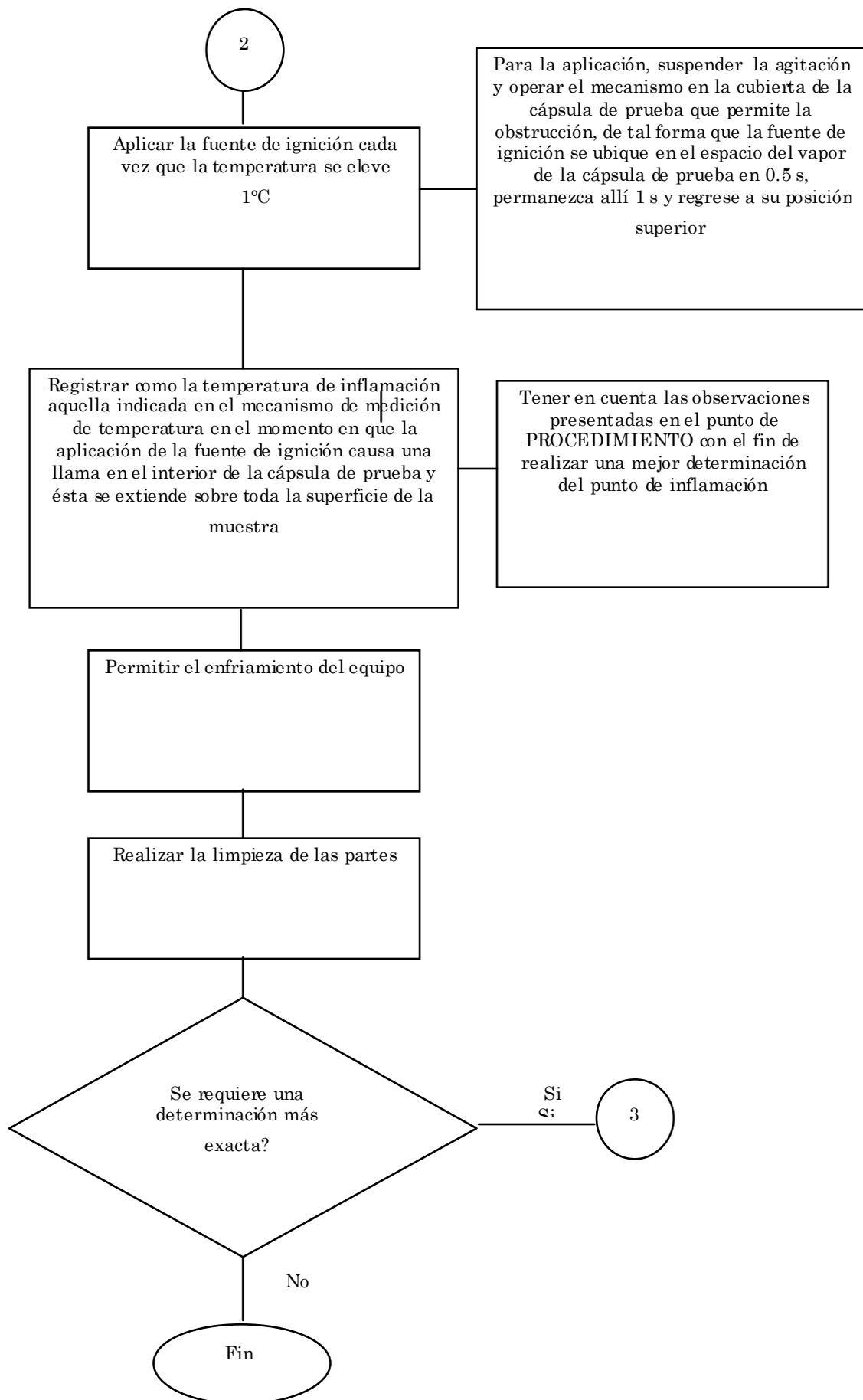
Con base en el resultado se compara con el límite establecido, que para el caso de Colombia es de 60°C , y se determina si la sustancia puede considerarse como inflamable.

Procedimiento A²³



²³ En caso de sustancias a las que se deba aplicar el procedimiento B, realizar los ajustes necesarios al diagrama presentado en las etapas de agitación y calentamiento de la muestra





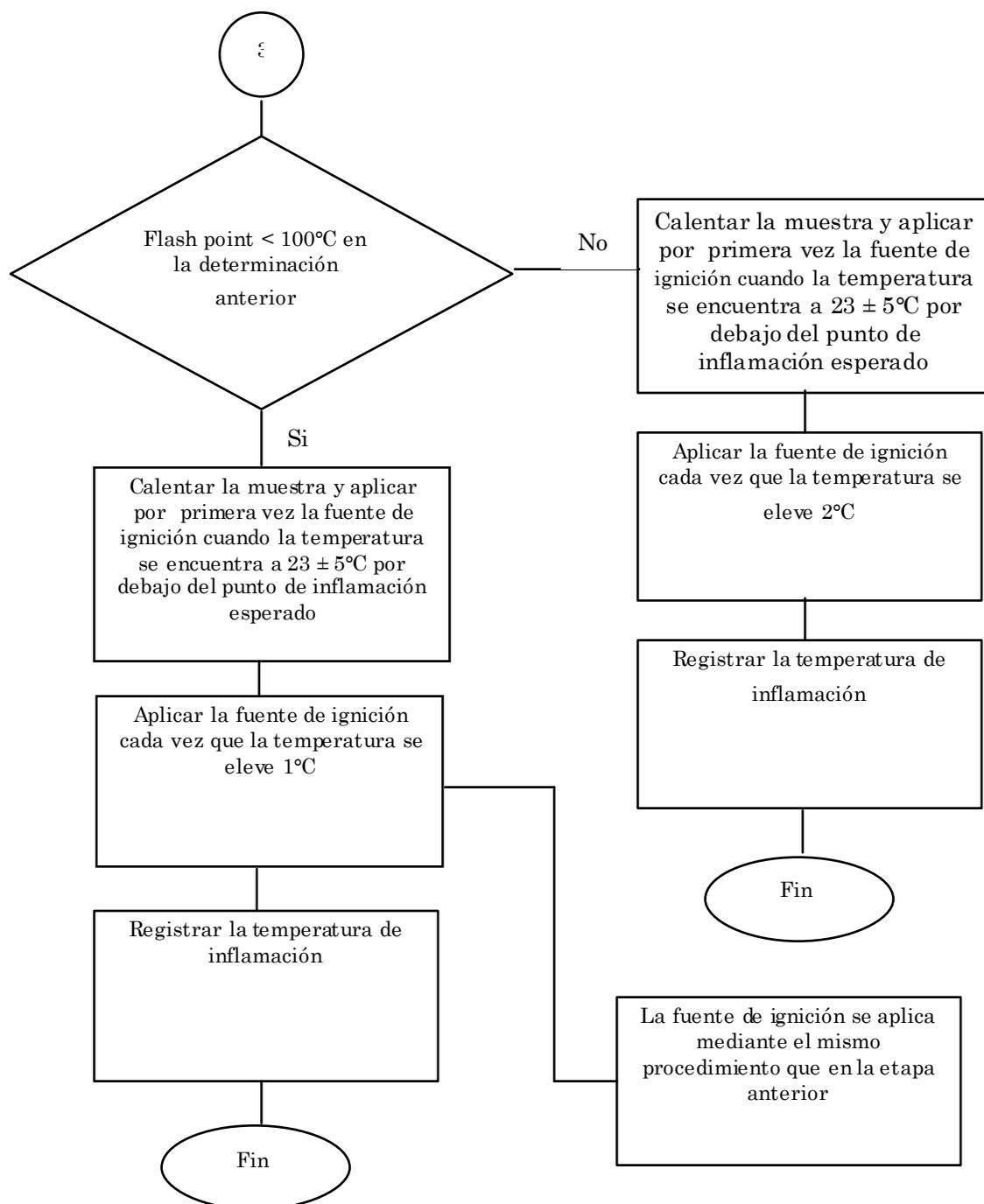


Figura 4.1. Diagrama de flujo procedimiento para determinación líquidos inflamables

IX INFORMACION ESTADISTICA

Repetibilidad

Para el procedimiento A, ésta resulta ser: $0.029X$, donde X corresponde al punto de inflamación determinado expresado en °C. Para el procedimiento B, la repetibilidad es de 2°C para aceites combustibles residuales y 5°C para otro tipo de sustancias.

Reproducibilidad

Para el procedimiento A, ésta resulta ser: $0.071X$, donde X corresponde al punto de inflamación determinado expresado en °C. Para el procedimiento B, la reproducibilidad es de 6°C para aceites combustibles residuales y 10°C para otro tipo de sustancias.

X REFERENCIAS

Norma ASTM D:93 -02^a

4.2. INFLAMABILIDAD DE SÓLIDOS

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias sólidas en polvo, en forma granular o pastosa.
- Permite determinar la capacidad de una sustancia en este estado para propagar la combustión.

II PRINCIPIO DEL METODO

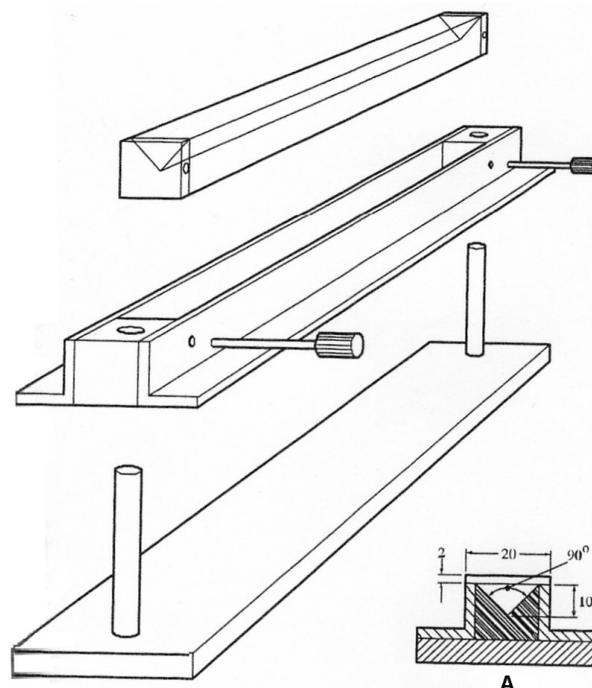
En el método, la sustancia se somete a inflamación y se determina la duración y velocidad de la combustión, evaluando con base en parámetros establecidos si la sustancia puede considerarse como inflamable

III INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación

IV EQUIPOS Y MATERIALES

- El método emplea un molde de sección triangular de 250 mm de longitud, con dimensiones interiores de 10 mm de altura y 20 mm de ancho (Figura 4.2). A los lados del molde de manera longitudinal se encuentran fijas láminas de metal que sobresalen 2 mm por encima del borde superior de la sección triangular
- Placa de material no poroso, incombustible y de baja conductibilidad térmica, que sirve como soporte para la muestra
- Quemador de gas con diámetro mayor o igual a 5 mm
- Gas combustible
- Pantalla de protección
- Campana extractora
- Cronómetro
- Flexómetro



A. SECCION TRANSVERSAL MOLDE DE 250 mm DE LONGITUD

Figura 4.2. Molde para determinación de inflamabilidad en sólidos

V REACTIVOS

No se requieren

VI PROCEDIMIENTO

Prueba preliminar

- Una muestra de la sustancia es dispuesta en una tira de aproximadamente 250 mm de longitud, 20 mm de ancho y 10 mm de altura sobre la placa que sirve como soporte
- Mediante el quemador de gas, se aplica una llama a un extremo de la tira del material a una temperatura de llama mayor a 1000°C
- Se mantiene la aplicación de la llama hasta que se presente inflamación o por un tiempo máximo de 2 minutos o 5 minutos en el caso de polvos metálicos y aleaciones de metales
- Se observa si la combustión se propaga a lo largo de los 200 mm iniciales de la tira durante 4 minutos o 40 minutos en el caso de polvos metálicos y aleaciones de metales
- Si no se presenta este efecto se da por terminada la prueba
- En caso de observarse la propagación de la combustión dentro de los límites establecidos se sigue el procedimiento presentado en la prueba de velocidad de la combustión

Prueba de velocidad de la combustión

- Si la muestra corresponde a una sustancia en polvo o gránulos, se llena el molde con la cantidad de muestra necesaria. En caso de sustancias pastosas, no se realiza la etapa de moldeo, sino que se forma sobre una superficie incombustible, un cordón de 250 mm de longitud y aproximadamente 100 mm² de sección transversal
- Se deja caer el molde en tres (3) oportunidades desde una altura de 20 mm sobre una superficie sólida
- Se retiran las láminas laterales del molde y se coloca sobre el molde la lámina utilizada como soporte de la muestra
- Se invierte la posición del sistema molde-lámina y se retira el molde de manera que la muestra quede depositada sobre el soporte
- Se rodea el soporte con una pantalla de protección y se ubica en una campana extractora
- A 30 o 40 mm de los 180 mm iniciales del molde formado con la sustancia se aplica por goteo 1 mL de una solución humectante^{24,25} de manera que la sección transversal del molde se humedezca totalmente sin pérdida lateral de líquidos²⁶
- Se enciende la muestra por su extremo inicial utilizando un medio adecuado como una llama pequeña o un hilo metálico muy caliente a 1000°C como mínimo
- Cuando la muestra ha ardido hasta una distancia de 80 mm, se mide la velocidad de la combustión a lo largo de los 100 mm siguientes
- Se realizan seis (6) pruebas utilizando en cada caso una placa de soporte limpia y fría

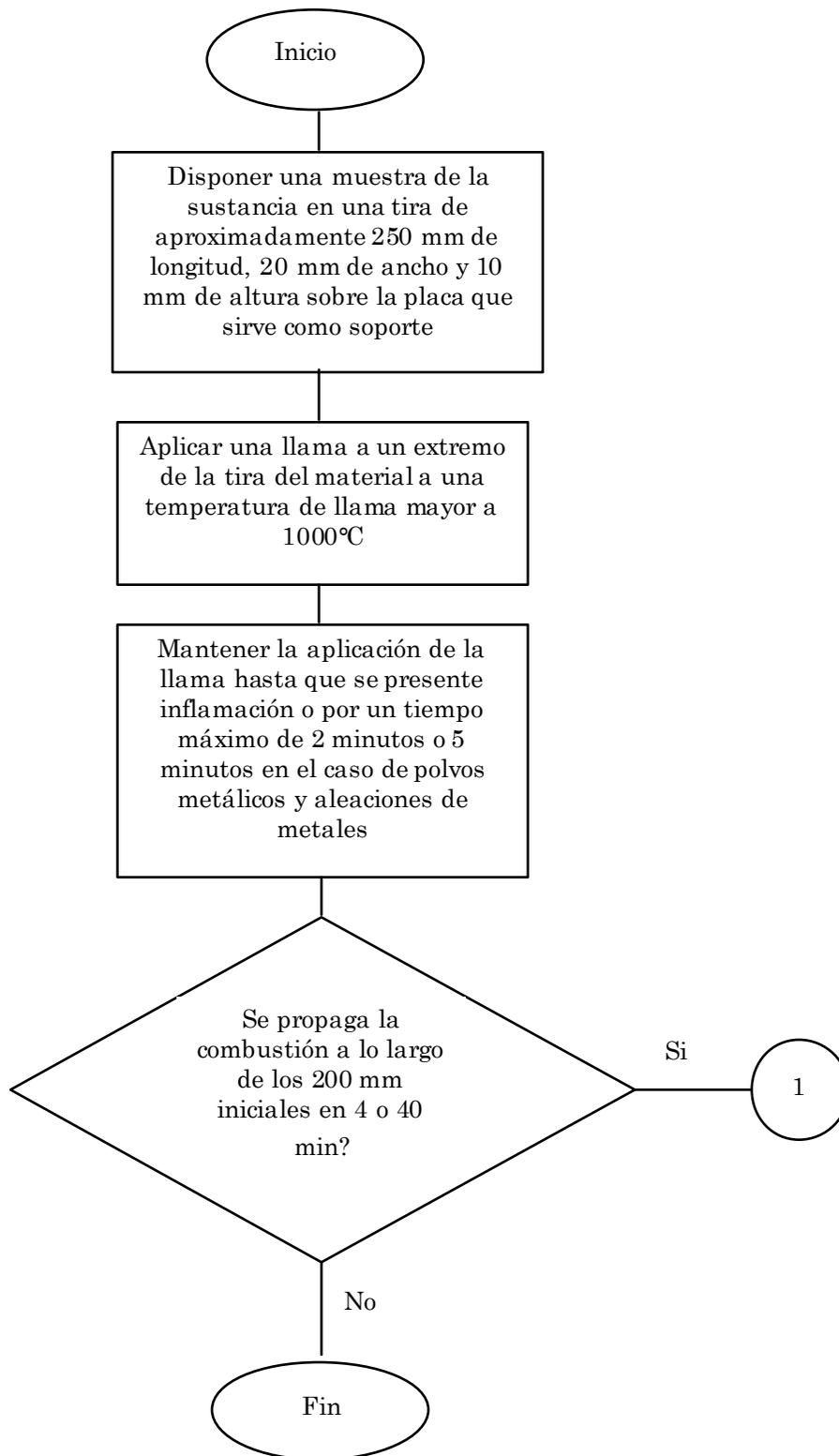
VII RESULTADOS

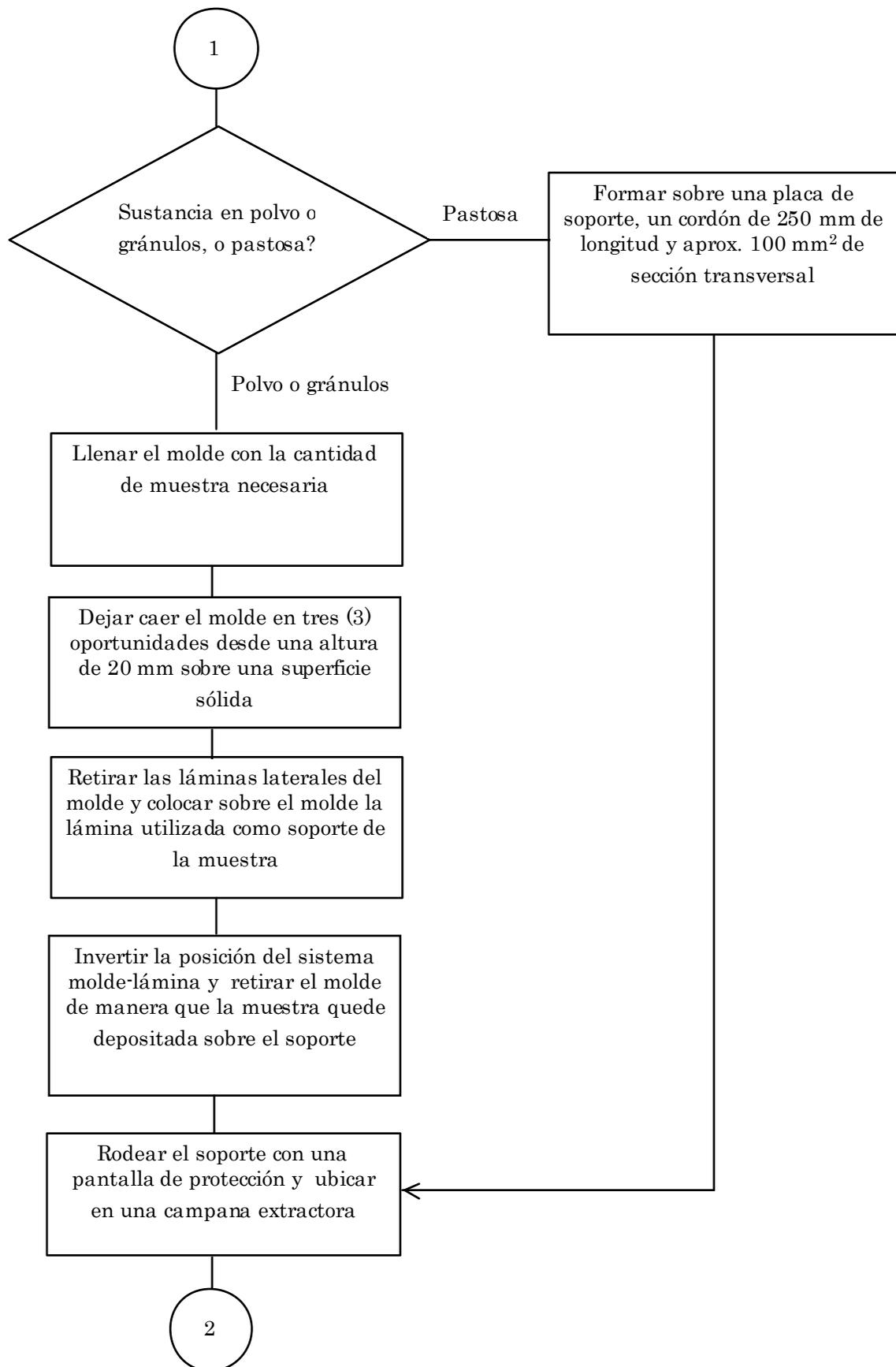
Se considera que la sustancia no es inflamable si en la prueba preliminar no se inflama, ni se propaga la combustión con o sin llama durante los cuatro (4) minutos establecidos (40 para el caso de aleaciones de metales o polvos metálicos). La sustancia se cataloga como inflamable si la velocidad de combustión en los 100 mm analizados, resulta ser mayor a 2.2 mm/s. En el caso de polvos metálicos y aleaciones de metales, se considera que son inflamables cuando la reacción se propaga a toda la longitud de la muestra en un tiempo menor o igual a 10 minutos.

²⁴ En el caso de muestras que correspondan a polvos metálicos o aleaciones de metales, se omite esta etapa de la prueba

²⁵ La solución puede estar formada por agua y agentes humectantes y el contenido de sustancia activa no debe exceder el 1% en la solución

²⁶ Para la adición de la solución, puede abrirse un pequeño agujero de hasta 3 mm de diámetro y 5 mm de profundidad en la parte superior de la muestra





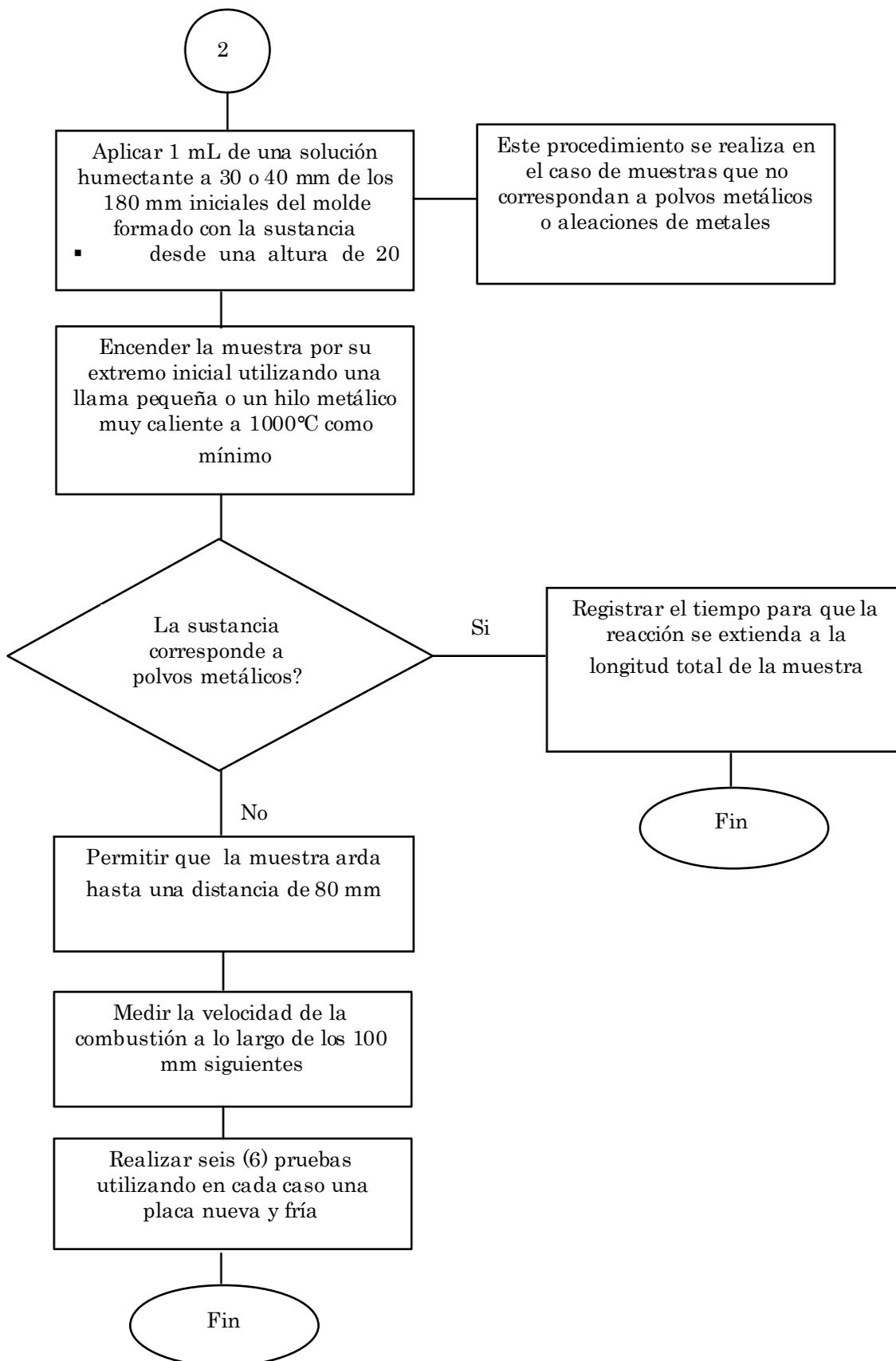


Figura 4.3. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sólidos inflamables

VIII INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba N.1.
 Directiva de la Comunidad Europea. EC Directive 92/62/EEC. Método A10

4.3 INFLAMABILIDAD DE GASES

I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias en estado gaseoso.
- Permite determinar si un gas mezclado con aire resulta inflamable a una temperatura de 20°C y presión atmosférica.

II. TERMINOS Y DEFINICIONES

Rango de inflamabilidad: rango de concentración de gas entre los límites de explosividad

Límites de explosividad: Límites de concentración de un gas inflamable en mezclas con aire a los cuales no ocurre la propagación de una llama

III. PRINCIPIO DEL METODO

En el método, se realizan mezclas de gas y aire a concentraciones crecientes, a temperatura de 20°C y presión ambiente, y se determina si son inflamables poniéndolos en contacto con una chispa eléctrica y determinando si ocurre una ignición

IV. INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación

V. EQUIPOS Y MATERIALES

- Recipiente de prueba: cilindro de vidrio con diámetro interno de 50 mm y altura mínimo de 300 mm, acoplado con mecanismo de liberación de presión y aislado para restringir cualquier daño por explosión
- Electrodo de ignición, ubicados 60 mm por encima del fondo del reactor dentro de éste y separados una distancia de 3 a 5 mm
- Transformador con salida de 10 a 15 kV y máxima potencia de entrada de 300 W, que permite la generación de una chispa de inducción de 0.5 s de duración
- Bomba proporcional

VI. REACTIVOS

No se requieren

VII. PROCEDIMIENTO

- Utilizando una bomba proporcional se introduce una mezcla gas-aire con concentración de 1% v/v de gas en el cilindro de vidrio
- Se hace pasar una chispa a través de la mezcla
- Se observa si se presenta una ignición en el recipiente y si se propaga de manera independiente
- Se varía la concentración de gas en intervalos de 1% v/v y se repite el procedimiento
- Se realiza el procedimiento hasta alcanzar una concentración de 13% v/v de gas en la mezcla en caso de que no se haya producido inflamación en una prueba anterior

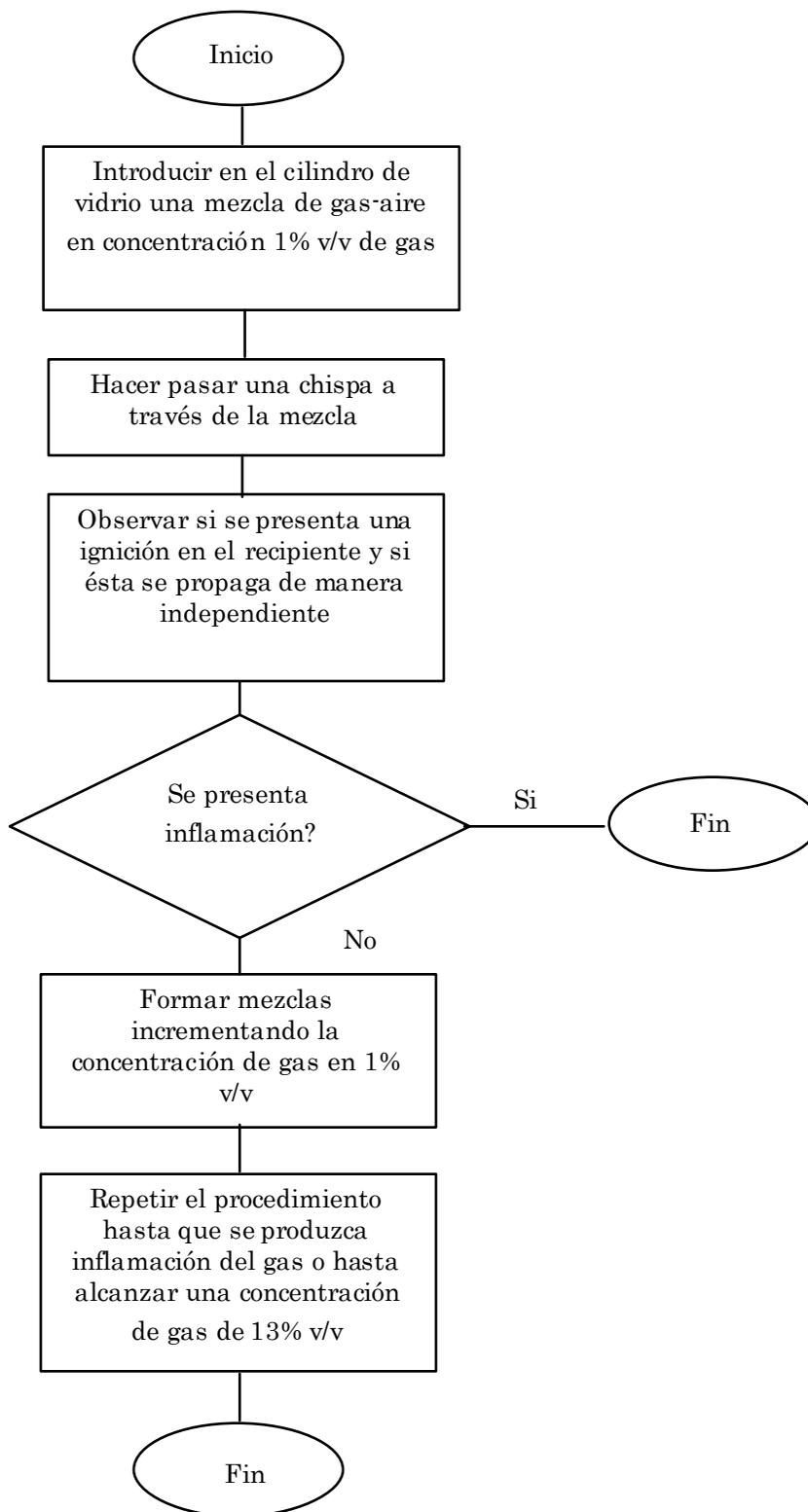


Figura 4.4. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de gases inflamables

VIII. RESULTADOS

Se considera que el gas es inflamable si en alguna de las pruebas realizadas se presenta una ignición en el recipiente y ésta se propaga de manera independiente. En el reporte de resultados se indica la concentración de gas a la que se presentó la ignición. Si en ninguna de las pruebas realizadas se presenta este efecto, el gas se cataloga como no inflamable en el rango de concentración estudiado.

IX. INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

X. REFERENCIAS

Directiva de la Comunidad Europea. EC Directive 92/69/EEC. Método A11

4.4 DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE INFLAMABILIDAD

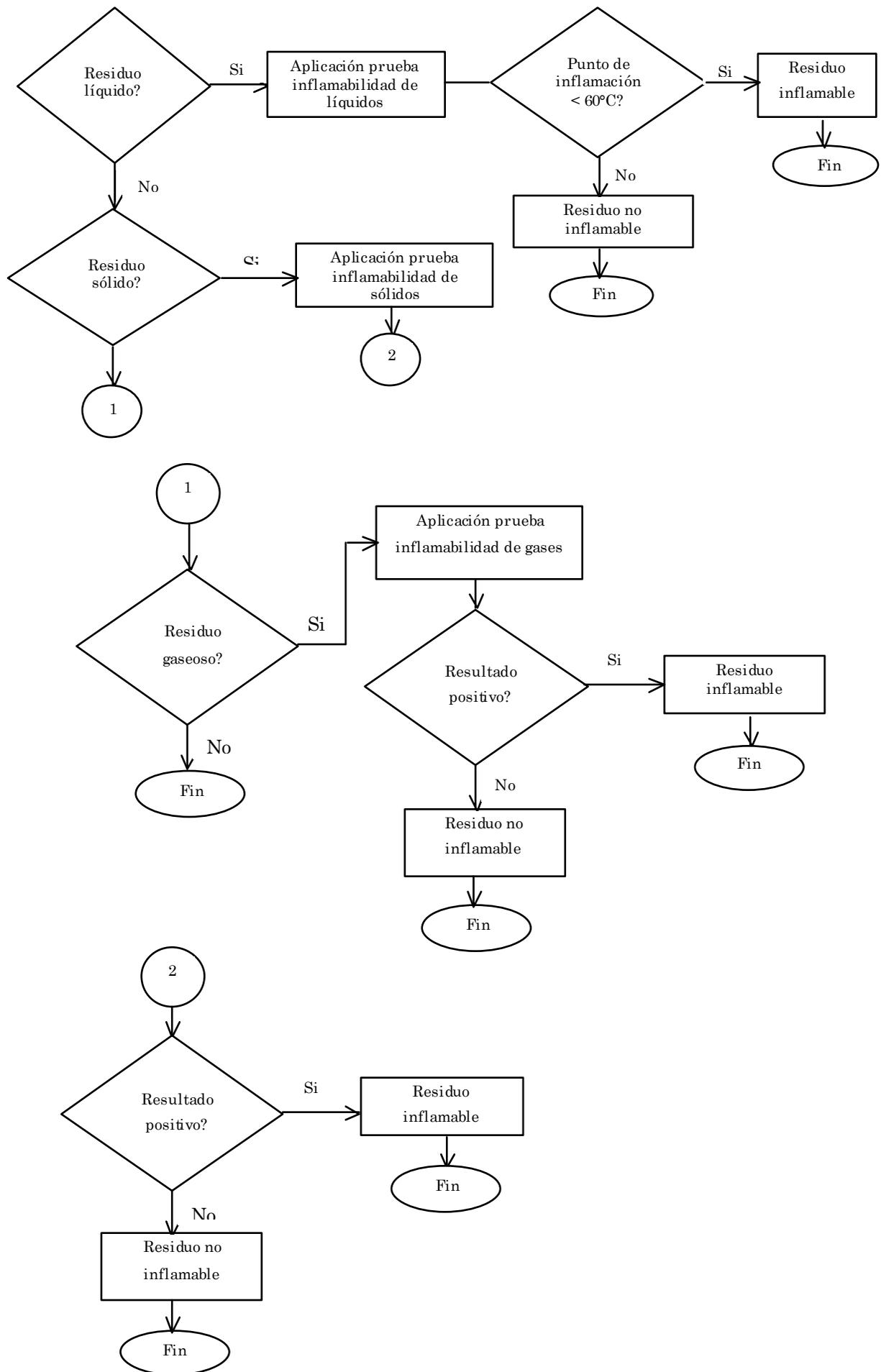


Figura 4.5. Árbol de decisión para ejecución de pruebas relativas a clasificación de residuos inflamables.

5. PROTOCOLOS METODOLOGICOS PARA REACTIVIDAD

Las pruebas propuestas para la determinación de la reactividad de un residuo incluyen la evaluación de la capacidad de éste para experimentar combustión espontánea, calentamiento espontáneo, liberar gases inflamables al entrar en contacto con agua y exhibir propiedades comburentes.

Estas se caracterizan por ser pruebas complementarias que evalúan distintos aspectos de esta característica de peligrosidad. Por lo tanto, no existe un orden único para su ejecución, y los resultados obtenidos a través de la aplicación de cada procedimiento permiten concluir si el residuo presenta la característica específica bajo evaluación y si éste puede ser considerado reactivo desde ese punto de vista.

En la Figura 5.7 se presenta un árbol de decisión que ofrece una guía para llevar a cabo los procedimientos comprendidos en la evaluación de la característica de reactividad. Esta secuencia ofrece tan solo una de las posibilidades existentes para la realización de las distintas pruebas, y es decisión de quien evalúa la característica aplicar un esquema diferente, considerando siempre que existen algunas pruebas específicas para sustancias sólidas y otras que sólo pueden ser aplicadas a sustancias en estado líquido.

A continuación se presentan los seis (6) protocolos seleccionados para la determinación de distintas características, cuya evaluación permitirá la catalogación de un residuo como reactivo.

5.1. METODO DE PRUEBA PARA SÓLIDOS QUE PUEDEN EXPERIMENTAR COMBUSTION ESPONTANEA

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias en estado sólido.
- Permite determinar la capacidad de una sustancia en este estado para experimentar combustión espontánea al ser expuesta al aire.

II PRINCIPIO DEL METODO

Una sustancia en estado sólido es puesta en distintas formas en contacto con aire durante un periodo de tiempo específico, con el propósito de determinar su capacidad para experimentar combustión espontánea.

III INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación.

IV EQUIPOS Y MATERIALES

Superficie incombustible.

V REACTIVOS

No se requieren.

VI PROCEDIMIENTO

- Se toma una muestra de uno (1) a dos (2) mg de la sustancia en polvo.
- Desde aproximadamente un (1) m de altura se deja caer la muestra sobre una superficie incombustible, observando si esta sufre inflamación durante el descenso.
- Se permite a la muestra permanecer por cinco (5) minutos sobre la superficie y se registra si se presenta inflamación en este periodo de tiempo.
- La operación se realiza seis (6) veces a menos que se observe inflamación en el transcurso de las pruebas.

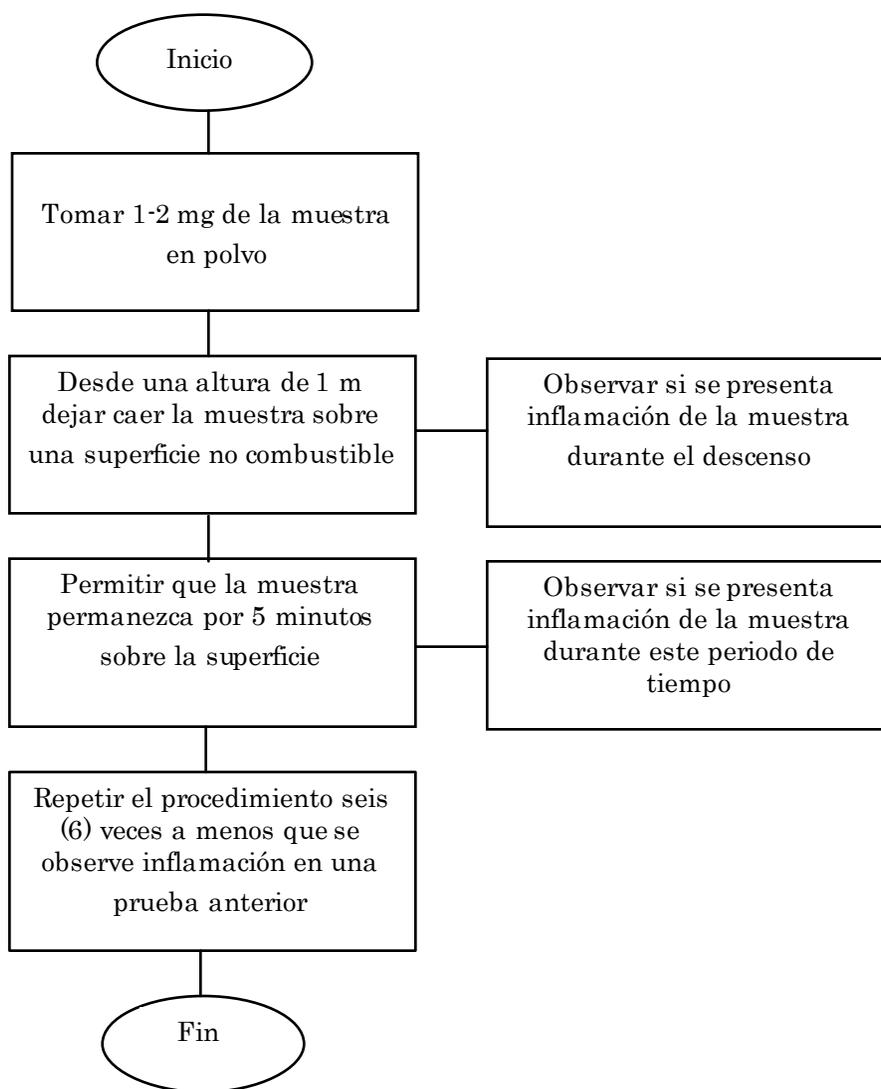


Figura 5.1. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sólidos que pueden experimentar combustión espontánea.

VII RESULTADOS

Si la muestra se inflama durante el descenso o en los cinco (5) minutos siguientes a este, o mientras permanece en la superficie incombustible, se considera que la sustancia tiene la capacidad de experimentar combustión espontánea.

VIII INFORMACION ESTADISTICA

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

IX REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba N.2.

5.2. METODO DE PRUEBA PARA LIQUIDOS QUE PUEDEN EXPERIMENTAR COMBUSTION ESPONTANEA

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias líquidas.
- Permite determinar la capacidad de una sustancia en este estado para experimentar combustión espontánea.



II PRINCIPIO DEL METODO

En el método, que consta de dos etapas, una sustancia líquida es inicialmente incorporada a un soporte inerte y expuesta al aire determinando si presenta inflamación; en caso negativo, en una segunda fase, la muestra es depositada en un trozo de papel filtro y expuesta al aire, observado su capacidad para causar la inflamación o carbonización del papel filtro.

III INTERFERENCIAS

No se reportan posibles interferencias en la determinación.

IV EQUIPOS Y MATERIALES

- Cámara de humedad y temperatura controlada.
- Cubeta de porcelana de 100 mm de diámetro.
- Tierra de diatomeas o sílice gelatinosa.
- Jeringa.
- Papel filtro.

V REACTIVOS

No se requieren

VI PROCEDIMIENTO

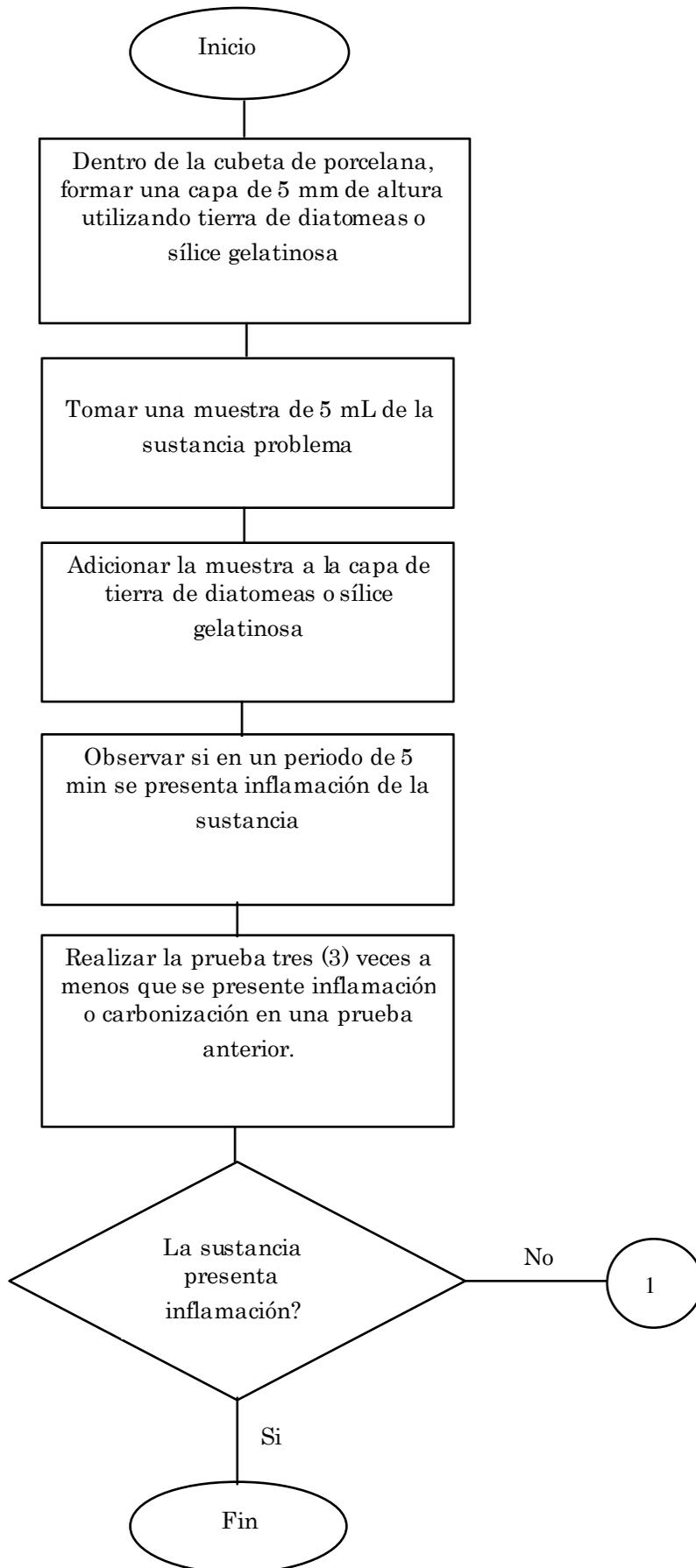
Primera etapa

- Dentro de la cubeta de porcelana se deposita la cantidad necesaria de tierra de diatomeas o sílice gelatinosa para lograr una capa de aproximadamente cinco (5) milímetros de altura.
- Se adicionan 5 mL de la sustancia estudiada en la capa de tierra de diatomeas o sílice gelatinosa previamente formada.
- Se observa si en un periodo de cinco (5) minutos se presenta inflamación de la sustancia.
- El procedimiento se realiza seis (6) veces a menos que se observe inflamación en una prueba anterior.
- En caso que no se presente inflamación de la muestra, se procede a realizar la prueba descrita en la segunda etapa.

Segunda etapa

- Mediante una jeringa se toman 0.5 mL de la sustancia a estudiar.
- Se deposita la muestra sobre un papel filtro seco con una pequeña concavidad.
- Se introduce el conjunto (muestra + papel filtro) en la cámara de humedad y temperatura controlada a $25 \pm 2^\circ\text{C}$ y $50 \pm 5\%$ de humedad relativa.
- Se observa si durante un periodo de cinco (5) minutos, a partir que la muestra fue depositada, el papel filtro se inflama o carboniza.

La prueba se efectúa tres (3) veces a menos que se observe inflamación o carbonización del papel filtro en una prueba anterior. Se utiliza un papel filtro nuevo en cada ocasión.



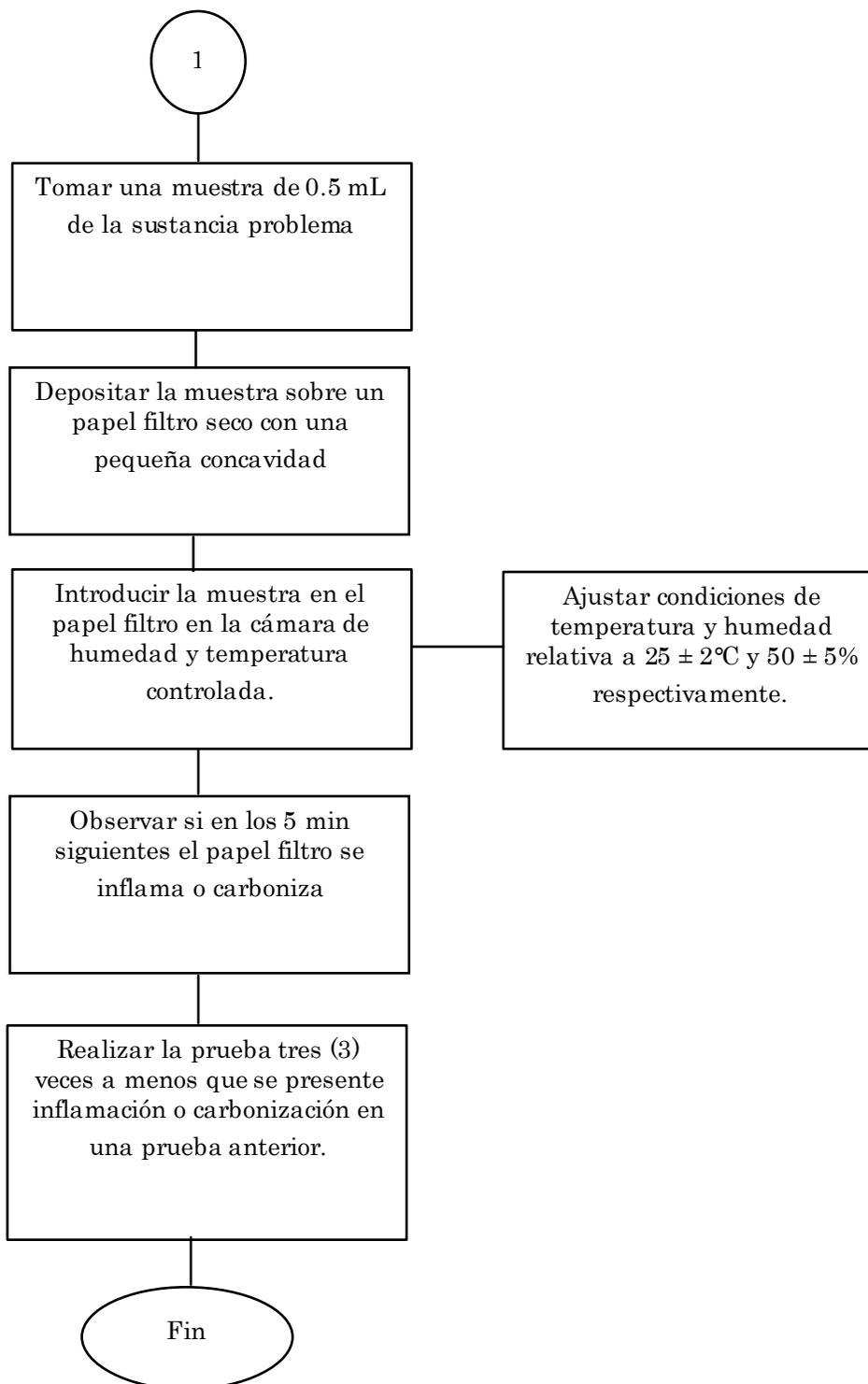


Figura 5.2. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de líquidos que pueden experimentar combustión espontánea.

VII RESULTADOS

Se considera que la sustancia experimenta combustión espontánea si en la primera etapa del procedimiento presenta inflamación, o si en la segunda etapa de éste, se produce la inflamación o carbonización del papel filtro en el periodo de tiempo estipulado.

VIII INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba N.3.



5.3. METODO DE PRUEBA PARA SÓLIDOS QUE PUEDEN EXPERIMENTAR CALENTAMIENTO ESPONTANEO

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias en estado sólido.
- Permite determinar la capacidad de una sustancia en este estado para experimentar calentamiento espontáneo por oxidación.

II PRINCIPIO DEL METODO

En este método, una muestra sólida es sometida a calentamiento por circulación de aire dentro de un horno a una temperatura de 140°C, realizando un seguimiento continuo a su temperatura con el fin de determinar su capacidad para experimentar calentamiento espontáneo.

III INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias en la determinación.

IV EQUIPOS Y MATERIALES

- Horno de aire caliente circulante, con volumen mayor a 9 L, provisto de dispositivos de control para mantener la temperatura interna a $140 \pm 2^\circ\text{C}$
- Registrador electrónico de datos (*datalogger*) para temperatura.
- Dos portamuestras metálicos de 25 x 100 mm de lado, elaborados en acero inoxidable con malla de 0.05 mm y abiertos en la parte superior.
- Receptáculo cúbico de tela de acero inoxidable malla 0.6 mm, con un tamaño un poco mayor al del portamuestras, de tal forma que permita la disposición de éste en su interior.
- Receptáculo de tela de acero inoxidable con malla 0.595 mm, con las siguientes dimensiones: 150 x 150 x 250 mm.
- Dos termopares de cromel-alumel de 0.3 mm de diámetro.

V REACTIVOS

No se requieren

VI PROCEDIMIENTO

- La sustancia en polvo o en forma granular (estado original) es introducida en el portamuestras hasta alcanzar el borde de éste, golpeando varias veces para comprimir la muestra (si la muestra se logra comprimir se debe adicionar cantidad de muestra adicional hasta alcanzar nuevamente el borde del portamuestras).
- El portamuestras es introducido en el receptáculo de malla 0.6 mm.
- El receptáculo es suspendido en el centro del horno,
- Se introduce en el centro de la muestra uno de los termopares disponibles.
- Se ubica el termopar adicional en un punto entre el portamuestras y la pared del horno.
- Se ajusta la temperatura del horno a 140°C y se mantiene en este nivel durante 24 h.
- A intervalos de 1 minuto y durante 24 h se registran la temperatura de la muestra y el horno, utilizando el *datalogger*.

VII RESULTADOS

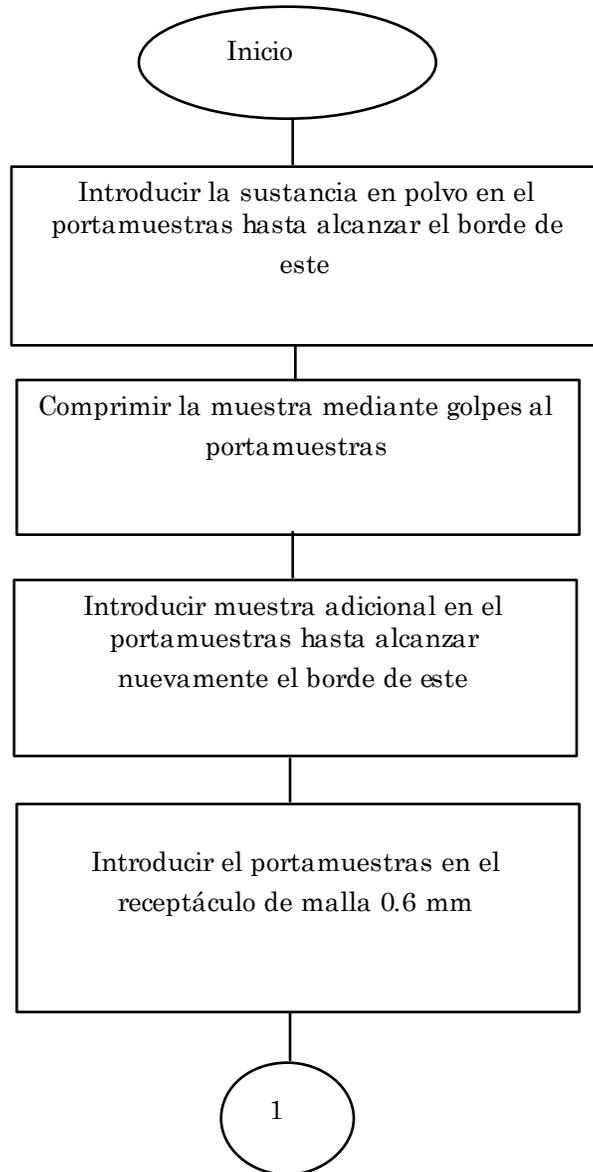
Si en el transcurso de la prueba, se produce inflamación espontánea de la muestra, o en algún momento durante las 24 h de medición, la temperatura de ésta excede en 60°C la temperatura del horno, se considera que la sustancia es susceptible de experimentar calentamiento espontáneo.

VIII INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba N.4.



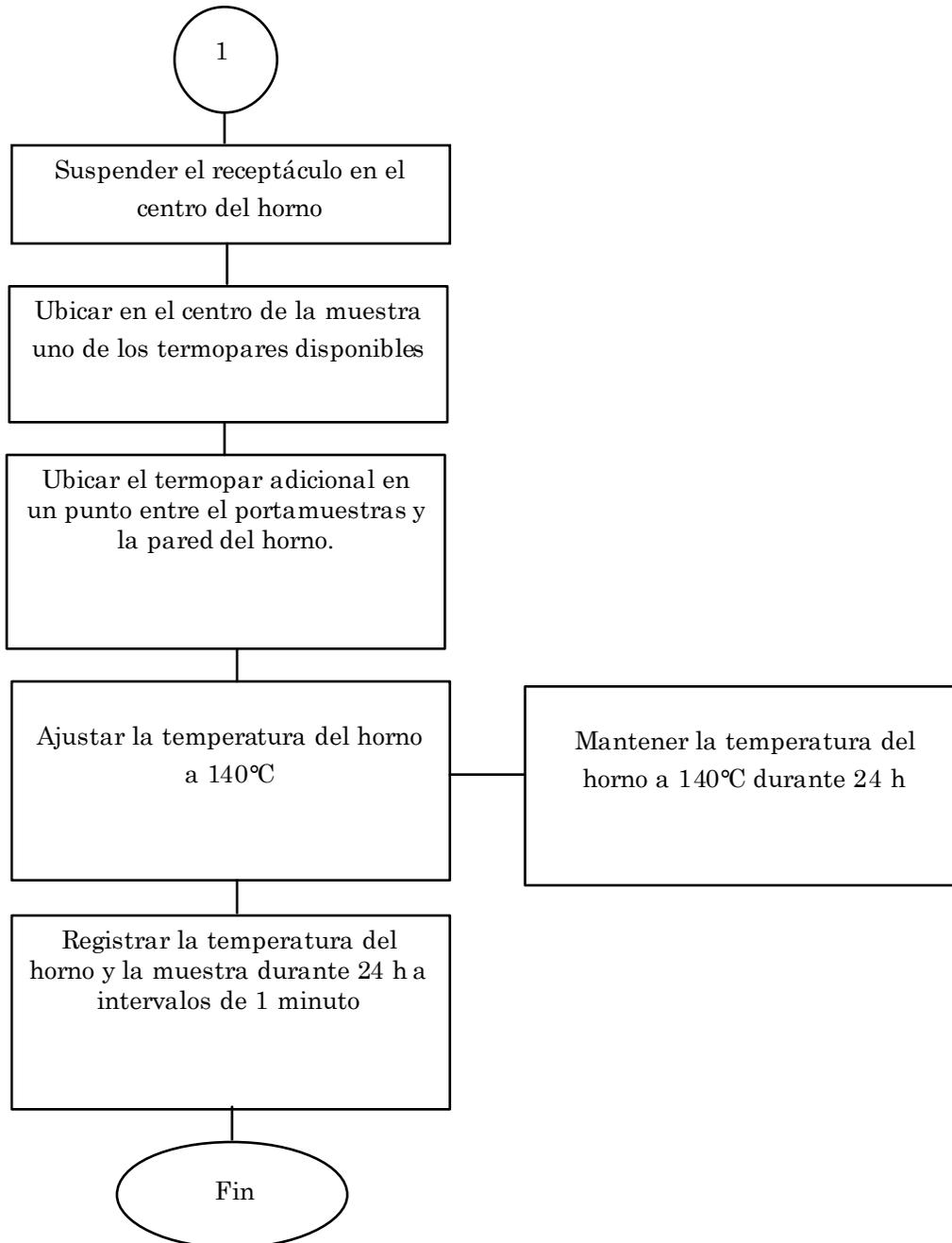


Figura 5.3. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sólidos que pueden experimentar calentamiento espontáneo.

5.4. METODO DE PRUEBA PARA SUSTANCIAS QUE EN CONTACTO CON AGUA DESPRENDEN GASES INFLAMABLES

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable a sustancias sólidas y líquidas incluyendo sustancias que tienen la capacidad de experimentar combustión espontánea²⁷.
- Permite determinar la capacidad de una sustancia para desprender gases inflamables al entrar en contacto con agua.

II PRINCIPIO DEL METODO

En este método, una sustancia en estado sólido o líquido es puesta en contacto con agua en diferentes formas, de tal manera que sea posible establecer si en alguna de éstas se presenta el desprendimiento de gases que se inflaman espontáneamente o si los gases inflamables se desprenden a una velocidad mayor a 1 L/kg sustancia.h.

III INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias en la determinación.

IV EQUIPOS Y MATERIALES

- Cubeta.
- Papel filtro.
- Cápsula de evaporación de 100 mm de diámetro.
- Cronómetro.
- Gotero.
- Embudo.
- Erlenmeyer con desprendimiento lateral.
- Tamiz de abertura 0.5 mm.
- Caudalímetro para gases o rotámetro

V REACTIVOS

- Agua destilada

VI PROCEDIMIENTO

Primera etapa

- Se introduce agua destilada en una cubeta.
- Se deposita en la cubeta una cantidad de muestra equivalente a aproximadamente 2 mm de diámetro.
- Se observa si por el contacto con el agua se produce algún desprendimiento de gas y si éste se inflama espontáneamente. Si no se presenta este comportamiento se continúa con el procedimiento descrito en la segunda etapa.

Segunda etapa

- En la cápsula de evaporación se deposita agua destilada.
- La misma cantidad de muestra utilizada en la primera etapa es depositada en un papel filtro extendido.
- El papel filtro con la muestra es dispuesto en la cápsula de evaporación, de forma que quede extendido y se mantenga sobre la superficie del agua en una posición fija.
- Se observa si por el contacto con el agua se produce algún desprendimiento de gas y si este se inflama espontáneamente. Si no se presenta este comportamiento y la sustancia bajo prueba se encuentra en estado sólido, se continúa con el

²⁷ Para la prueba con este tipo de sustancias debe emplearse atmósfera de nitrógeno en cada una de las etapas comprendidas en el método.

procedimiento descrito en la tercera etapa. En caso contrario se sigue el procedimiento descrito en la cuarta etapa.

Tercera etapa

- Se toma una cantidad de muestra suficiente para formar un montículo de aproximadamente 20 mm de altura y 30 mm de diámetro.
- En la parte superior del montículo se abre un agujero pequeño.
- En el agujero se vierten cinco (5) gotas de agua.
- Se observa si por el contacto con el agua se produce algún desprendimiento de gas y si éste se inflama espontáneamente.
- Si no se registra desprendimiento de gas e inflamación de éste, se continúa con el procedimiento correspondiente a la cuarta etapa.

Cuarta etapa

Si la sustancia no presenta reacción violenta con el agua según los resultados obtenidos en las etapas anteriores, debe seguirse el procedimiento descrito a continuación:

- Si se trata de una sustancia en estado sólido, se examina el porcentaje de partículas de tamaño menor a 500 µm de diámetro que contiene la sustancia (porcentaje en peso).
- Si el porcentaje es mayor a 1%, la muestra debe pulverizarse antes de iniciar la cuarta etapa del procedimiento. En caso contrario se utiliza en su forma original.
- En un erlenmeyer con desprendimiento lateral, se deposita una cantidad de muestra menor a 25 g, registrando el peso exacto de ésta.
- En la boca del erlenmeyer se ubica un embudo de llave.
- Se deposita agua en el embudo.
- Se abre la llave del embudo permitiendo el contacto del agua con la muestra.
- Se mide el volumen del gas desprendido empleando un procedimiento adecuado y se toma el tiempo que transcurre hasta que dejan de desprenderse gases.
- La prueba se realiza tres (3) veces.

Para verificar si los gases desprendidos son inflamables, debe seguirse el procedimiento descrito para determinación de gases inflamables.

VII RESULTADOS

Si la muestra presenta desprendimiento de gases que se inflaman espontáneamente en alguna etapa de la prueba o si la velocidad de desprendimiento de gas (\bar{V}) calculada como:

$$\bar{V} = \frac{v}{m \times t}$$

donde,

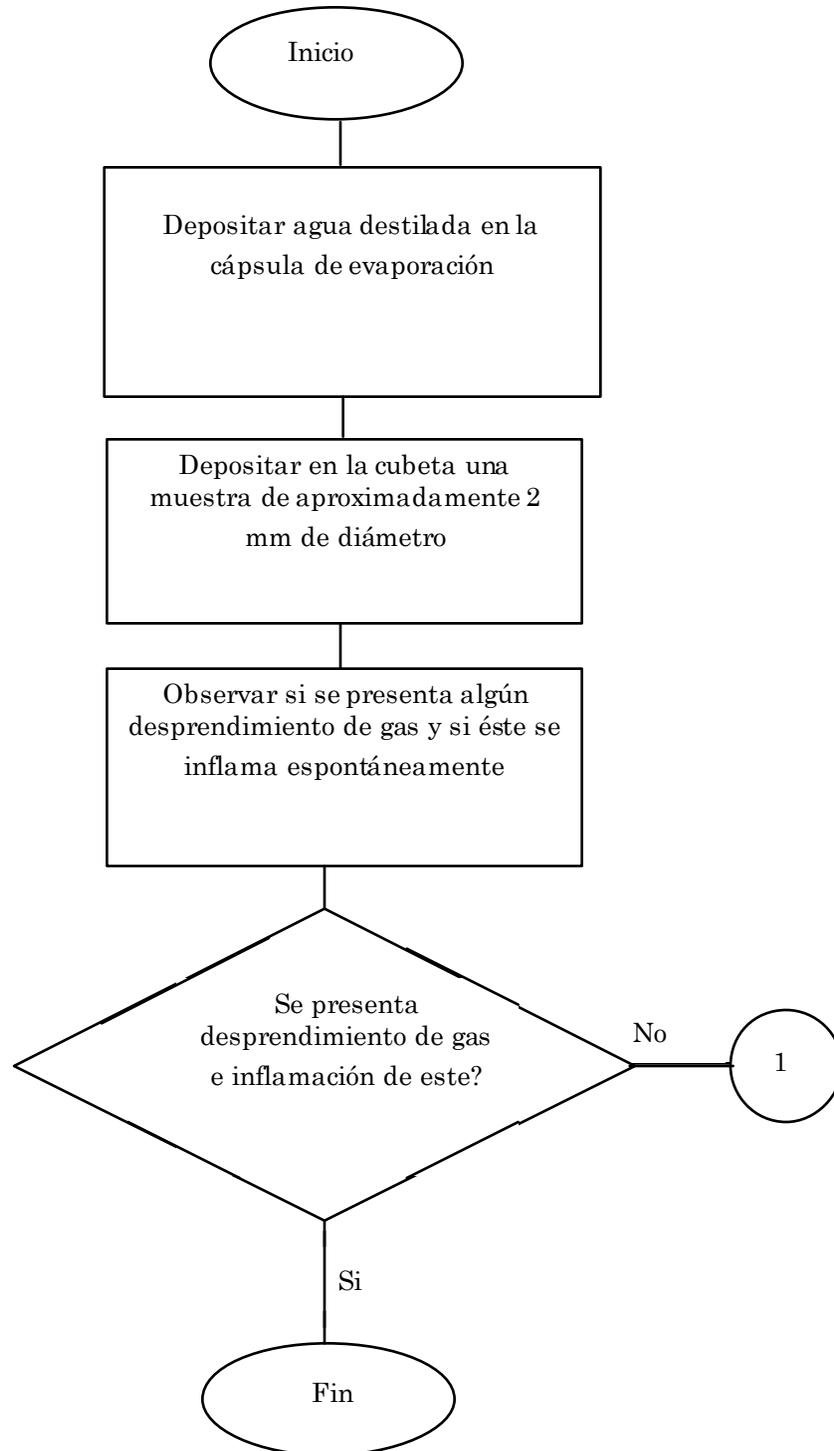
\bar{V} : velocidad de liberación de gas (L/kg.h)

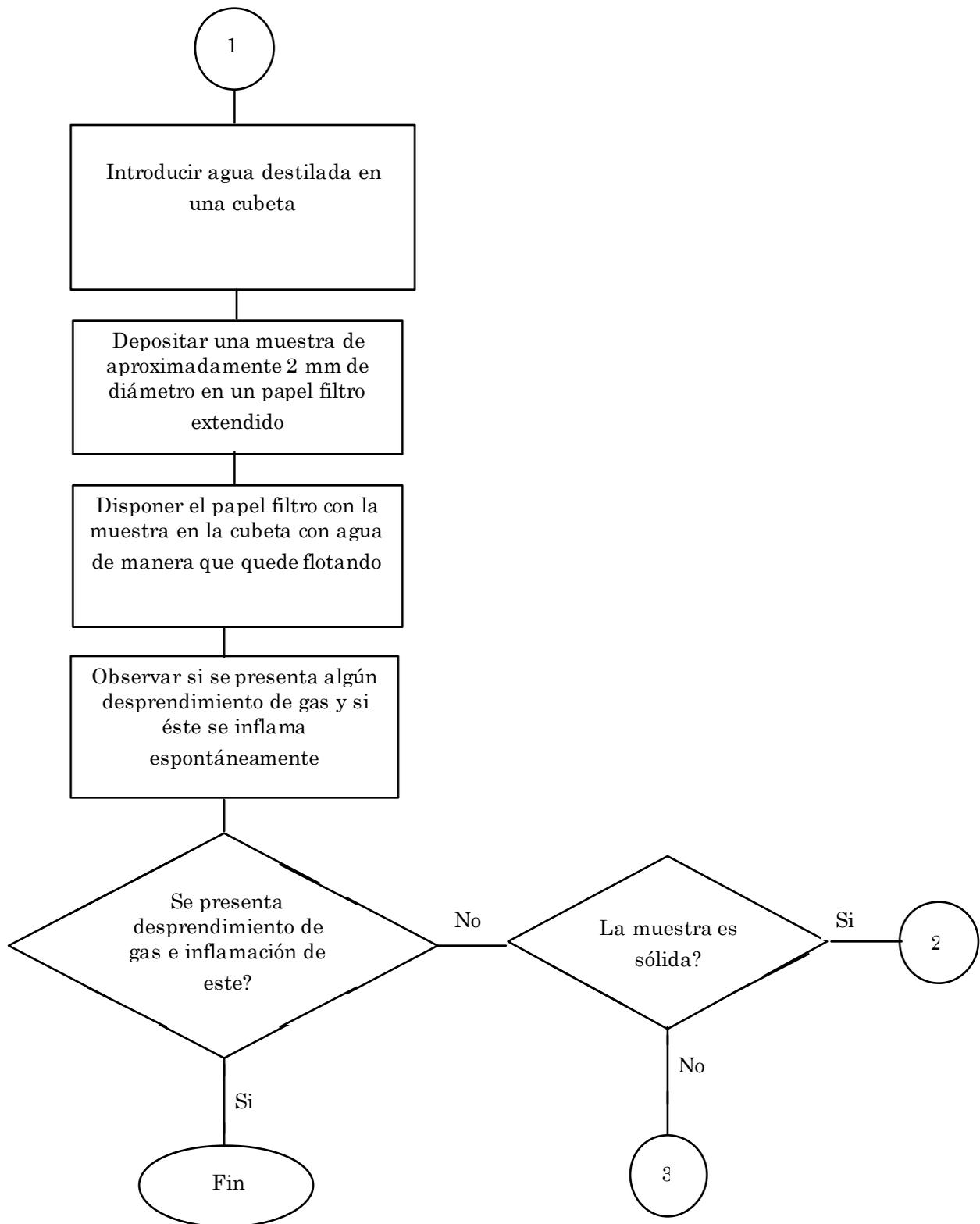
v : volumen de gas desprendido durante el periodo de tiempo (L)

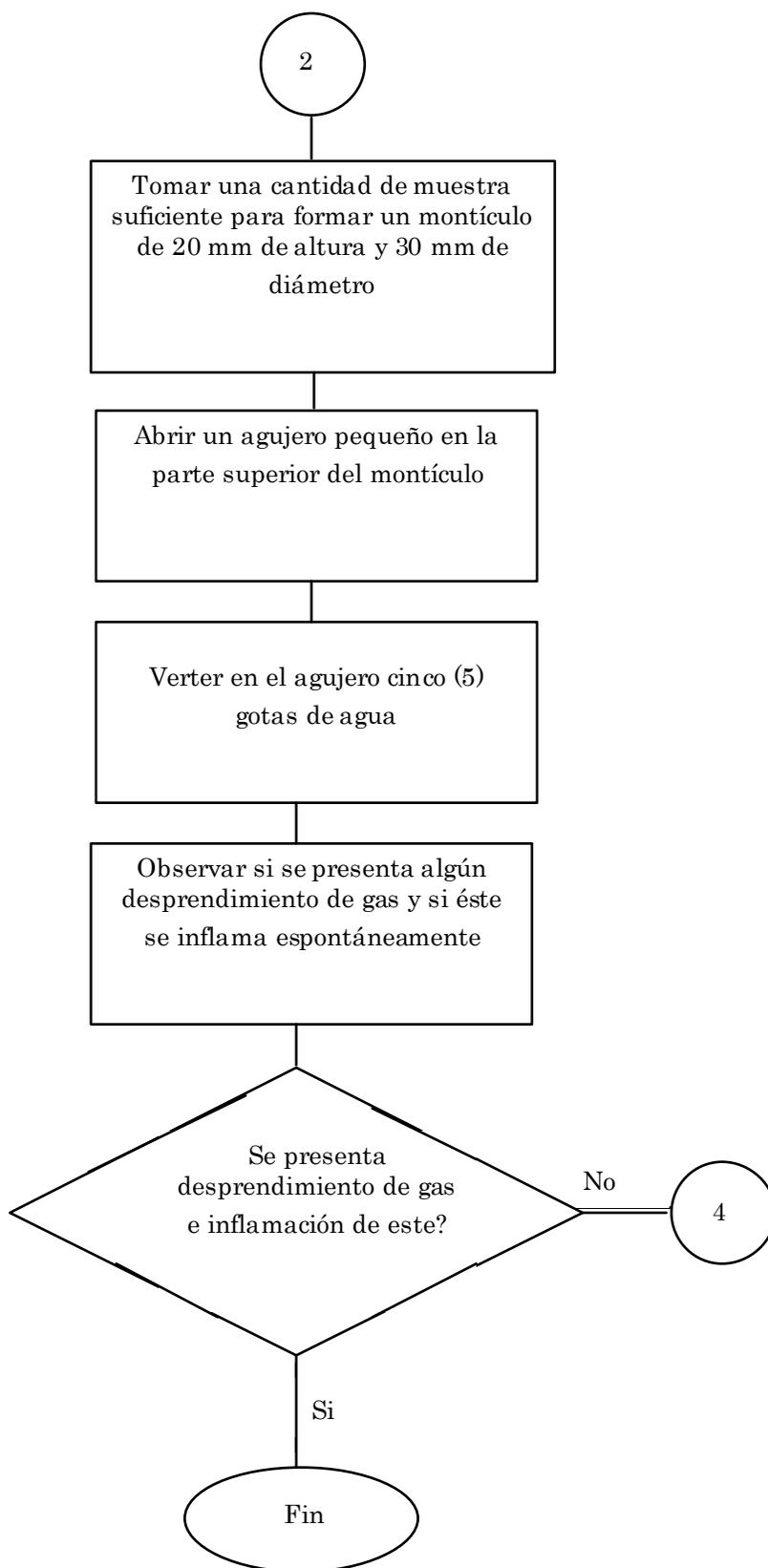
m : peso de la muestra introducida en el erlenmeyer (kg)

t : tiempo de medición (h)

Si la velocidad de desprendimiento es mayor a 1 L/kg sustancia.h, se considera que la sustancia desprende gases inflamables en contacto con agua.







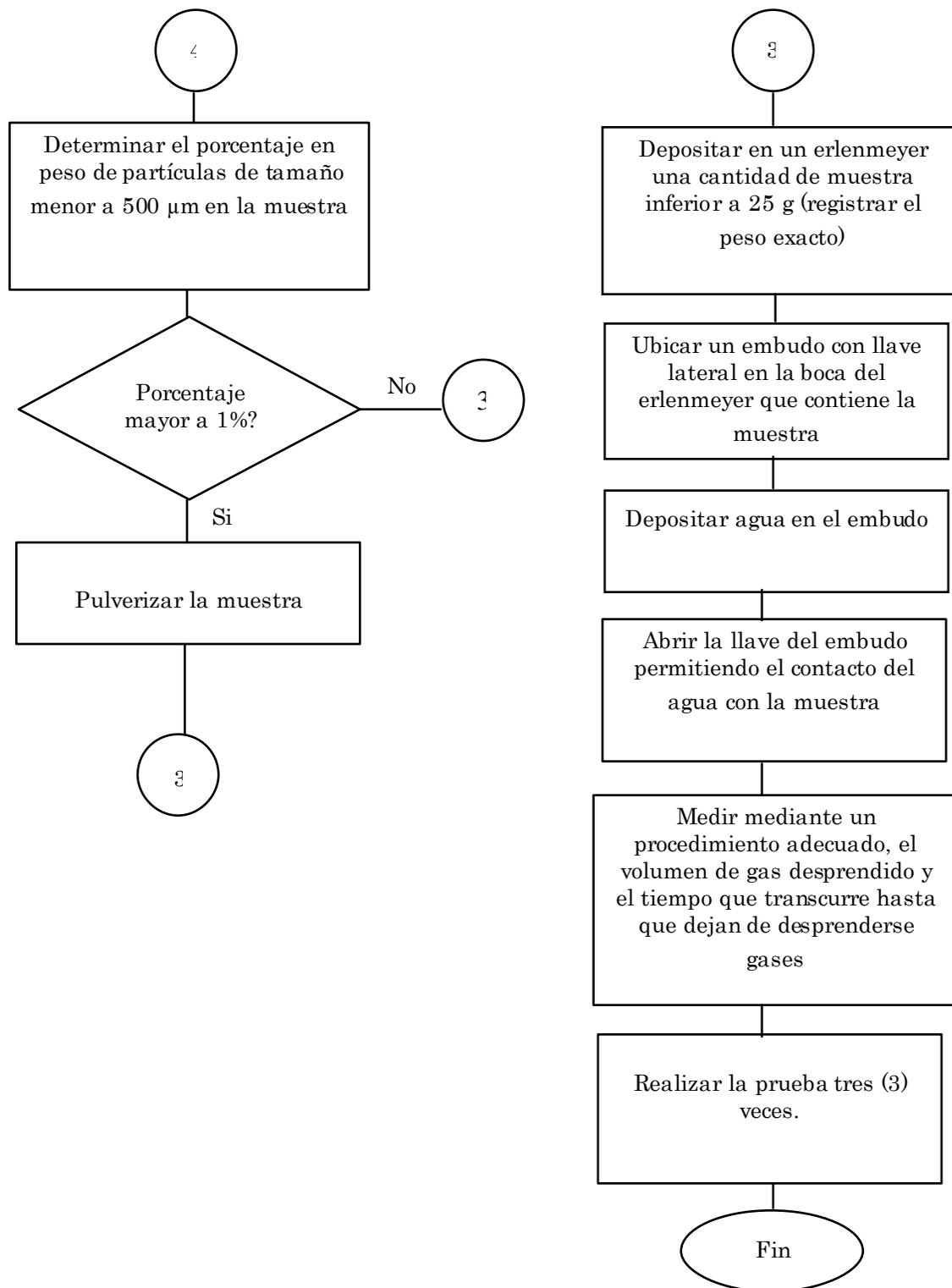


Figura 5.4. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de residuos que por contacto con agua desprenden gases inflamables.

VIII INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

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

IX REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba N.5.

5.5. METODO DE PRUEBA PARA SUSTANCIAS SÓLIDAS COMBURENTES²⁸

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- El método es aplicable exclusivamente a sustancias sólidas.
- Permite determinar si una sustancia en este estado tiene la capacidad para aumentar la velocidad o intensidad de combustión de una sustancia combustible con la que forme una mezcla homogénea.

II PRINCIPIO DEL METODO

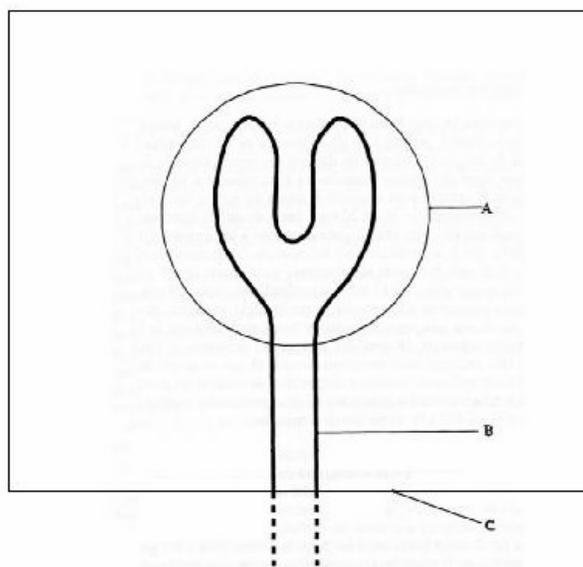
El método permite determinar si una sustancia sólida se comporta como comburente al encontrarse mezclada homogéneamente con un material combustible. La determinación se realiza mediante la formación de mezclas de la sustancia con celulosa en distintas proporciones y la comparación de las características de combustión con las exhibidas por una mezcla patrón de bromato de potasio y celulosa. Si la mezcla problema muestra un tiempo de combustión igual o menor al de la mezcla patrón, o se inflama o quema durante la prueba, se reporta la sustancia como comburente.

III INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias en la determinación.

IV EQUIPOS Y MATERIALES

- Celulosa fibrosa con longitud de fibra de 50 a 250 μm y diámetro medio de 25 μm .
- Fuente de inflamación constituida por un hilo de metal inerte (níquel, cromo) conectado a una fuente de energía eléctrica. La longitud del hilo debe ser de 30 ± 1 cm, diámetro de 0.6 ± 0.05 mm y resistencia eléctrica de $6.0 \pm 0.5 \Omega/\text{m}$. El hilo debe tener la forma que se presenta en la Figura 5.5 y la potencia disipada por éste debe ser de 150 ± 7 W.
- Embudo de vidrio con ángulo de 60° y diámetro de 70 mm, sellado en su abertura inferior.
- Placa cuadrada de 150 mm de lado y 6 mm de espesor, elaborada en un material de baja conductividad térmica (0.23 W/m.K).
- Campana de extracción.



A. Base de la muestra en forma de cono truncado (70 mm diámetro)

B. Hilo de calentamiento o ignición

C. Placa de baja conductibilidad térmica

Figura 5.5. Configuración experimental para prueba de determinación de sólidos comburentes.

V REACTIVOS

²⁸ Sustancias que tienen la capacidad de activar o aumentar la intensidad de la combustión.

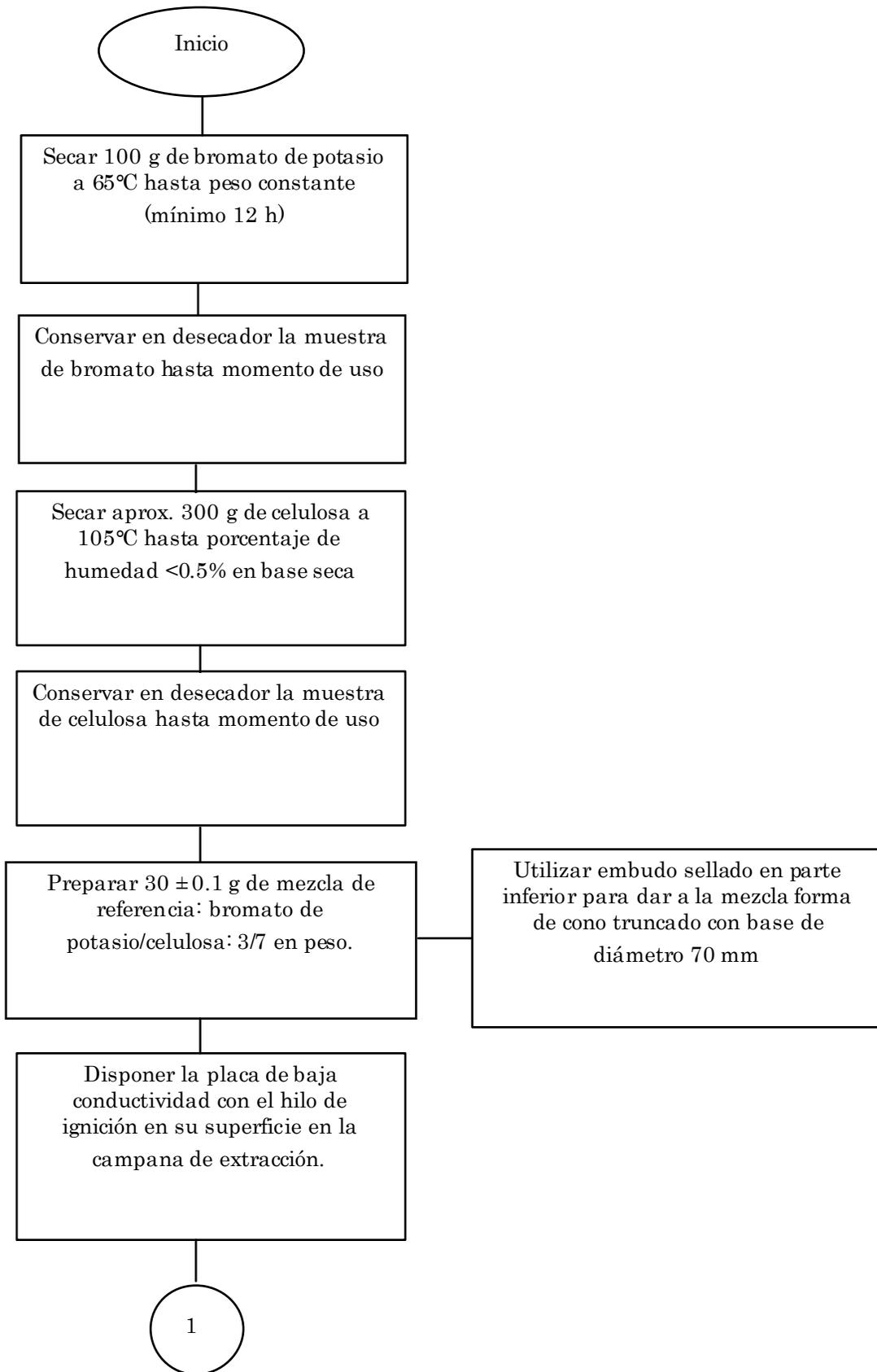
- Bromato de potasio grado reactivo (polvo que pase tamiz de abertura 0.30 mm)

VI PROCEDIMIENTO

- Secar aproximadamente 100 g de bromato de potasio a 65°C hasta peso constante (mínimo 12 horas).
- Conservar en desecador el bromato de potasio hasta el momento de uso.
- Secar aproximadamente 300 g de celulosa fibrosa a 105°C hasta que el porcentaje de humedad en el material sea inferior a 0.5% en base seca.
- Conservar en desecador hasta el momento de uso.
- Con el fin de dar a las muestras forma de cono truncado con 70 mm de diámetro en la base, utilizar el embudo sellado en su abertura inferior para formar 30 ± 0.1 g de mezcla de referencia: bromato de potasio/celulosa en relación 3:7 en peso. El moldeo de las muestras debe realizarse por medios mecánicos, sin aplicar excesiva presión y debe utilizarse en el menor tiempo posible.
- Disponer la placa de baja conductividad con el hilo de ignición en su superficie, en una campana de extracción.
- Ubicar el cono correspondiente a la mezcla de bromato de potasio/celulosa: 3/7 sobre el hilo de ignición, tal como se indica en la Figura 5.5.
- Conectar el hilo de ignición a la fuente de corriente eléctrica y mantener la corriente hasta que la muestra se queme o inflame, o durante tres (3) minutos si no se produce alguna de estas reacciones.
- Registrar el tiempo de combustión, tomando como momento inicial aquel en el que empieza el paso de corriente por el sistema y como punto final, aquel en que se presenta la reacción principal (inflamación o quema de la muestra), sin considerar las reacciones intermitentes tales como chispas que pueden presentarse de manera posterior a la reacción principal.
- Si el hilo de ignición se rompe en el transcurso de la prueba, ésta debe repetirse.
- El procedimiento se realiza cinco (5) veces utilizando una muestra nueva en cada oportunidad.
- Una vez se han realizado las pruebas correspondientes a la mezcla de referencia, se efectúa nuevamente el mismo procedimiento utilizando la sustancia problema en mezcla con celulosa en proporciones en peso de 1:1 y 4:1. Estas mezclas se preparan de manera independiente y deben utilizarse en el menor tiempo posible.
- Para cada una de las mezclas se realiza el procedimiento en cinco (5) oportunidades.

VII RESULTADOS

Si la sustancia en mezclas con celulosa, en proporciones en peso de 1:1 o 4:1 no se inflama o quema durante tres (3) minutos, o el tiempo promedio de combustión (calculado como el promedio de los tiempos de combustión obtenidos en las cinco pruebas realizadas) es mayor al registrado por la mezcla de referencia, se considera que la sustancia no es comburente, es decir, que en mezcla homogénea con sustancias combustibles no tiene la capacidad de aumentar la velocidad o intensidad de la combustión. En caso que el tiempo promedio de combustión de las mezclas de sustancia problema/celulosa en proporciones en peso de 1:1 o 4:1 sea igual o menor al registrado para la mezcla de referencia, o la sustancia se queme o inflame durante los tres minutos de la prueba, el reporte debe indicar que la sustancia es comburente.



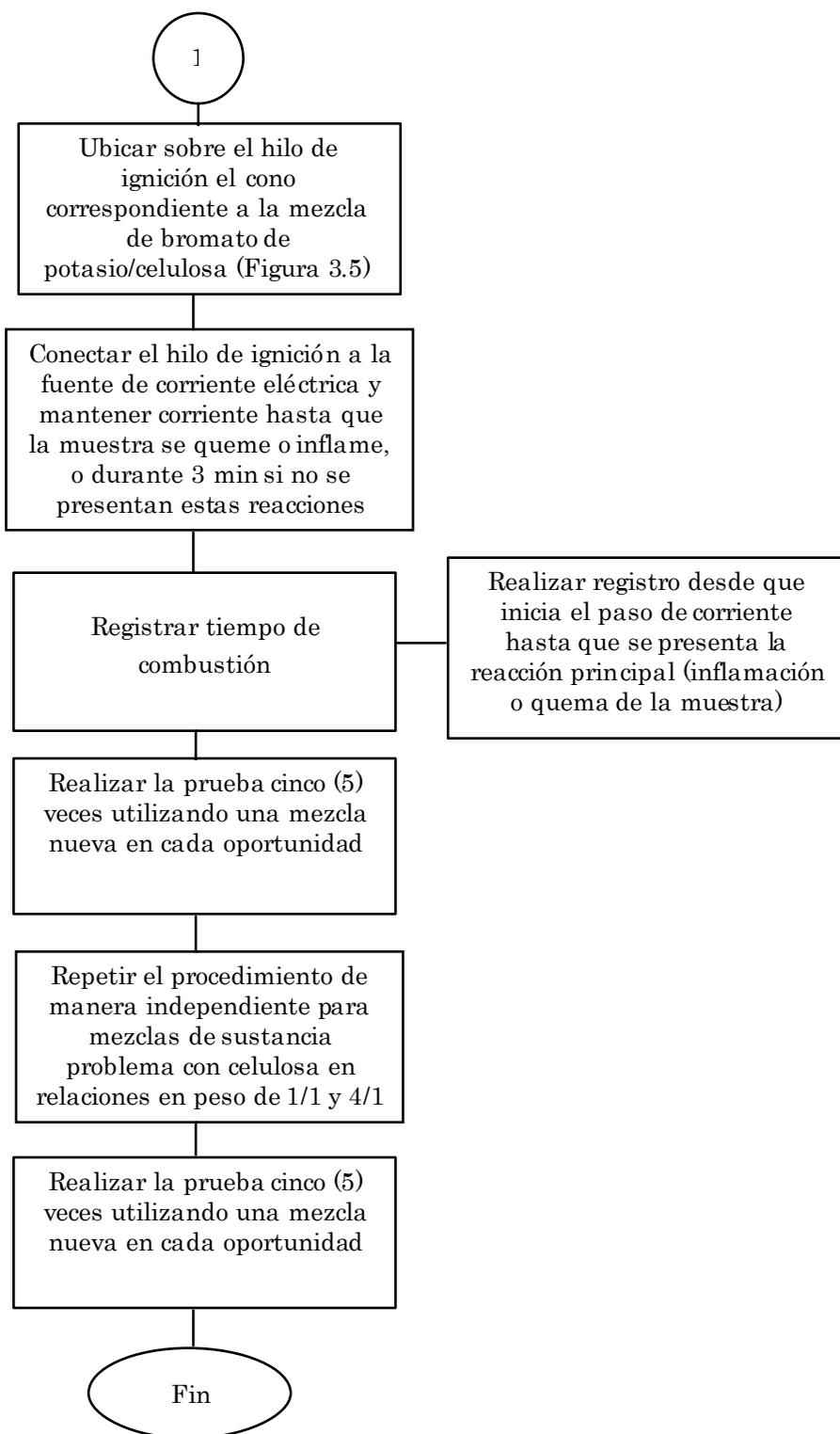


Figura 5.6. Diagrama de flujo procedimiento para determinación de sólidos comburentes.

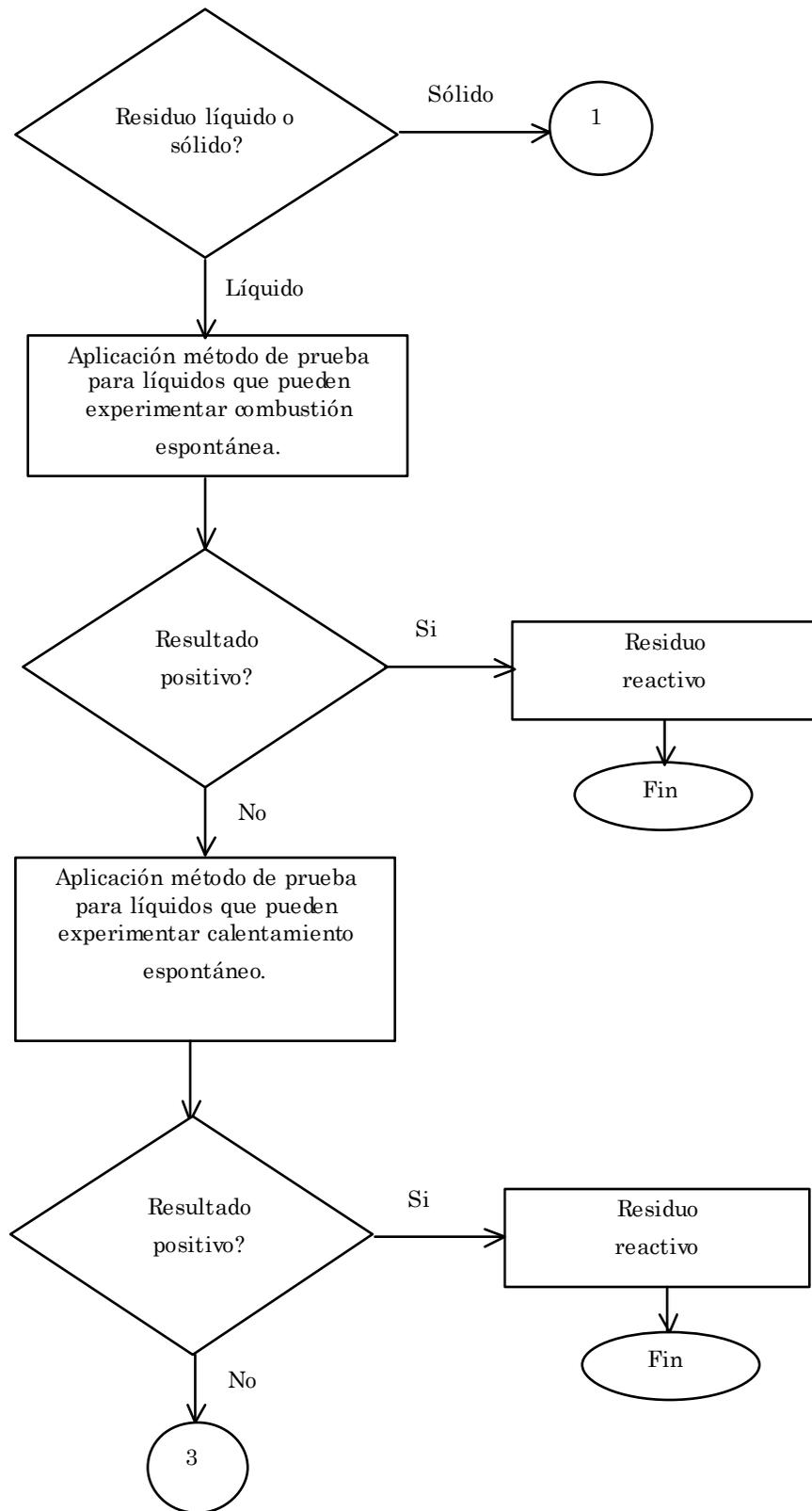
VIII INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

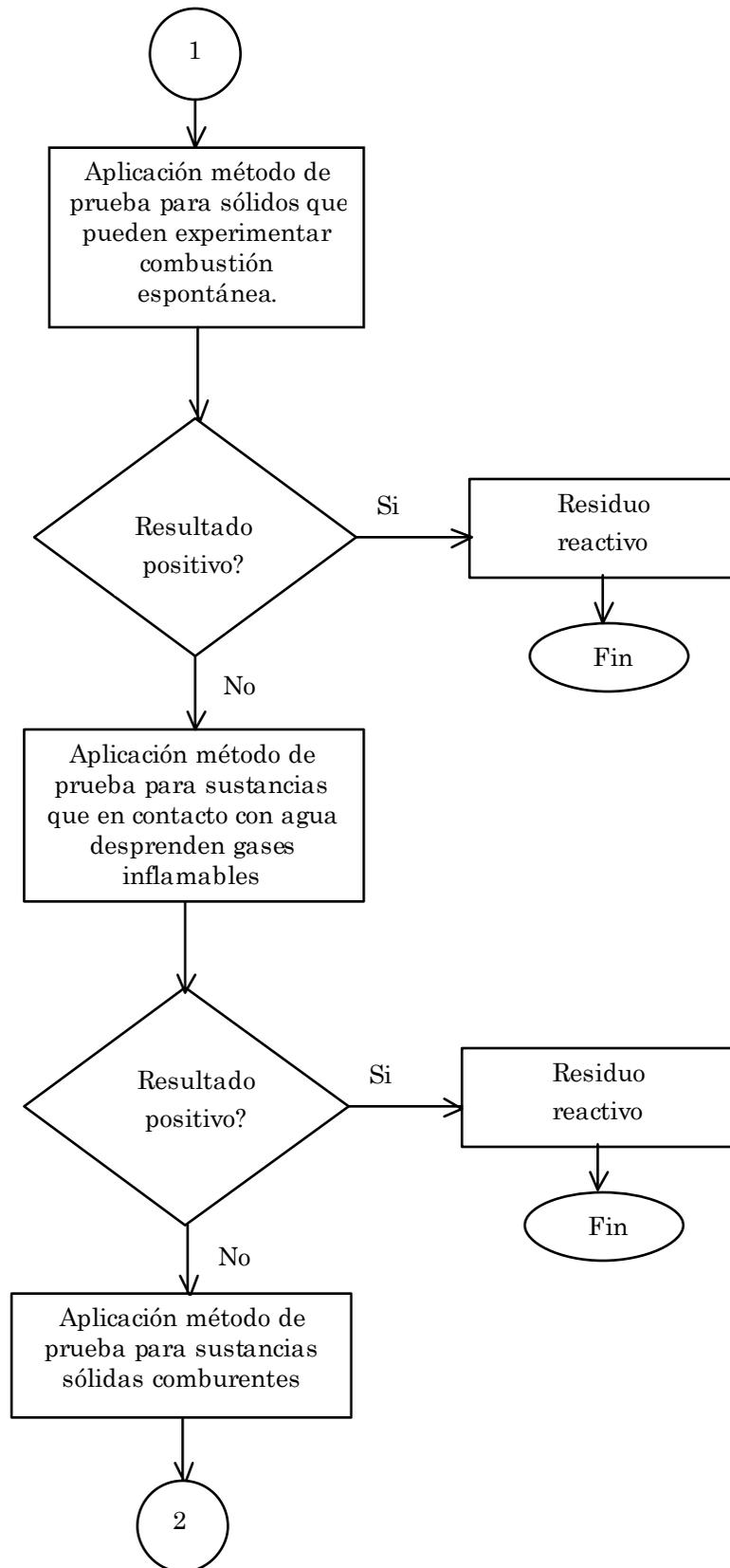
No se presenta información estadística sobre los resultados obtenidos mediante la aplicación del procedimiento presentado.

IX REFERENCIAS

UNECE - Manual de Pruebas y Criterios- Prueba O.1.

5.6. DIAGRAMA METODOLÓGICO DETERMINACIÓN CARACTERÍSTICA DE REACTIVIDAD





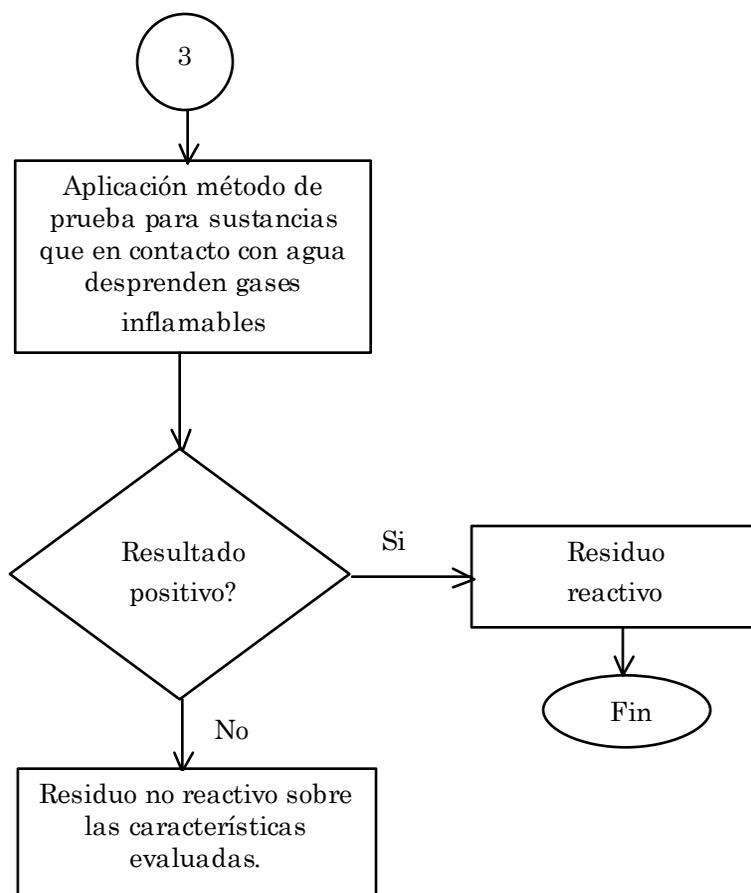
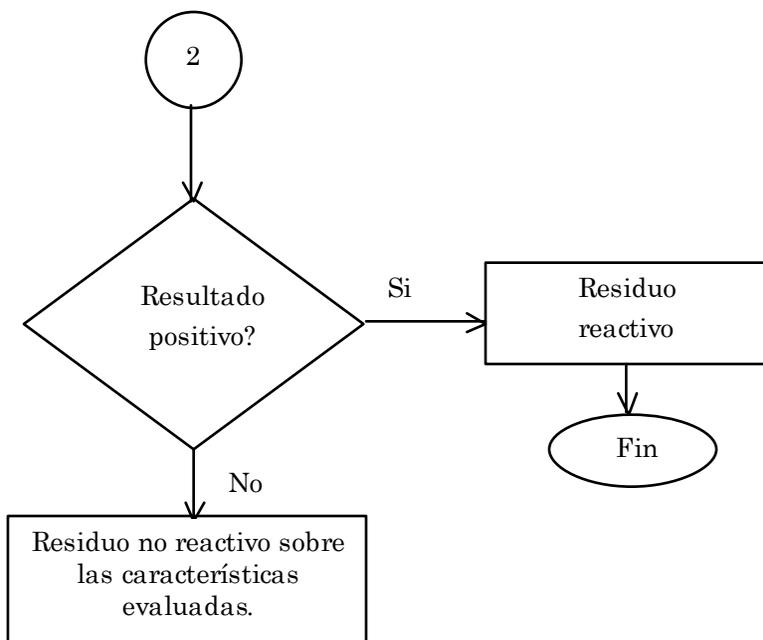


Figura 5.7. Árbol de decisión para ejecución de pruebas relativas a clasificación de residuos reactivos.

6. PROTOCOLOS METODOLÓGICOS PARA TOXICIDAD

Para la evaluación de la toxicidad de un residuo, se han considerado seis pruebas diferentes: *TCLP*, *SPLP*, *bioluminiscencia bacterial*, *quimioluminiscencia bacterial*, *toxicidad aguda para Daphnia* y *ensayo de inhibición de algas*.

Estos ensayos, como se ha mencionado anteriormente estudian dos enfoques diferentes de la toxicidad de un residuo, aquel referido a la salud humana bien sea en forma directa o indirecta, que incluye los ensayos de *TCLP*, *SPLP*, *bioluminiscencia bacterial* y *quimioluminiscencia bacterial*, y aquel que involucra la toxicidad hacia el medio ambiente, específicamente la toxicidad acuática, que se basa en los procedimientos de toxicidad aguda para *Daphnia* y ensayo de inhibición de algas.

El orden de ejecución de estos procedimientos se presenta en la Figura 6.8. En ésta, se advierte que la primera prueba a ejecutar corresponde bien al ensayo de *TCLP* o de *SPLP*, dependiendo de la forma en la cual se realizará la disposición del residuo. A continuación, y como complemento a la evaluación de toxicidad a la salud humana, se procede a realizar los ensayos de *bioluminiscencia bacterial* y *quimioluminiscencia bacterial*. Posteriormente, se lleva a cabo el ensayo de toxicidad aguda para *Daphnia* y ensayo de inhibición de algas, con los cuales queda evaluada la toxicidad del residuo hacia el medio ambiente, específicamente su toxicidad acuática.

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

6.1. PROCEDIMIENTO DE LIXIVIACION PARA LA CARACTERISTICA DE TOXICIDAD - TCLP

I ALCANCE Y APLICABILIDAD

- Este método presenta el procedimiento para la obtención de un extracto *TCLP*. No presenta los métodos de ensayo de laboratorio para cada compuesto individual.
- Este método está diseñado para determinar la movilidad de los analitos orgánicos e inorgánicos presentes en un desecho líquido, sólido o de múltiples fases.
- Si el análisis total de un desecho demuestra que los analitos individuales no están presentes en el desecho, ó que están presentes pero a tan bajas concentraciones que no es posible que los niveles regulatorios apropiados sean excedidos, no es necesario realizar este procedimiento de extracción.
- Si un análisis de una de las fracciones líquidas del extracto *TCLP* indica que un compuesto regulado está presente en tan alta concentración, que aún después de considerar la dilución de la otra fracción del extracto, la concentración sería mayor al nivel regulatorio de aquel compuesto, el desecho se clasifica como peligroso y no es necesario analizar la fracción remante del extracto.
- Si un análisis de extracto obtenido usando un extractor de botella muestra que la concentración de cualquier analito volátil regulado excede el nivel regulatorio para ese compuesto, el desecho se clasifica como peligrosos y no es necesario la extracción usando el *ZHE*. Sin embargo el extracto de un extractor de botella no puede ser usado para demostrar que la concentración de compuestos volátiles esta por debajo del nivel regulatorio.

II PRINCIPIO DEL METODO

- Desechos líquidos (aquellos que contienen menos de 0,5% de sólidos secos)
El Extracto *TCLP* es la fase líquida obtenida después de la filtración del desecho a través de un papel fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 μm .
- Desechos conteniendo mayor ó igual cantidad de 0,5% de sólidos
El desecho es filtrado y el líquido filtrado corresponde a extracto *TCLP* fase líquida y se almacena. La fase sólida del desecho se reduce de tamaño (si es requerido), y se realiza un proceso de extracción al ponerla en contacto con un fluido de extracción

(éste es función de la alcalinidad de la fase sólida del desecho) igual a 20 veces su peso seco durante 18 ± 2 horas a 30 ± 2 rpm. Después del periodo de extracción la fase sólida con el fluido son filtradas separando el 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 promedio ponderada por volumen.

▪ 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 (éste es función de la alcalinidad de la fase sólida del desecho) igual a 20 veces su peso seco durante 18 ± 2 horas a 30 ± 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 TCLP y se analiza.

III INTERFERENCIAS

No se reportan interferencias sobre el método de extracción. Interferencias en el análisis cuantitativo de cada uno de los diferentes analitos deben ser asociadas a los métodos de análisis correspondientes.

IV EQUIPOS Y MATERIALES

- Aparato de agitación: éste debe ser capaz de rotar los recipientes de extracción en rotación completa a 30 ± 2 rpm (Ver Anexo 2).

- Recipientes de extracción:

- Recipiente de extracción de cero espacio de cabeza – (*zero-headspace extraction vesse*) ZHE (Ver Anexo 3).

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 3 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 TCLP 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 de fibra de vidrio y ser capaz de resistir la presión necesaria para lograr la separación (50 psi).

Cuando se sospeche que el papel filtro de fibra de vidrio se ha roto, un papel filtro de 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 a 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 μm . 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.
- pH-metro
Debe garantizar una exactitud de $\pm 0,05$ unidades a 25°C
- Mecanismo de recolección del Extracto ZHE
Bolsas Tedlar[®], 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[®] 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[®] 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[®] 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, una 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.
- Centrífuga (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 Clorhídrico 1N
- Acido Nítrico 1N
- Hidróxido de sodio 1N
- Fluidos de extracción
 - Fluido de extracción No.1.
Diluir 5,7 mL de ácido acético glacial concentrado (17,5 N) en 500 mL de agua grado reactivo y adicionar 64,3 mL de NaOH 1N y aforar a un litro. El pH debe ser $4,93 \pm 0,05$
 - Fluido de extracción No. 2
Diluir 5,7 mL de ácido acético glacial concentrado con agua grado reactivo hasta un volumen de un litro. El pH debe ser de $2,88 \pm 0,05$

VI PROCEDIMIENTO

VI-i. Evaluaciones preliminares

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

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 líquida²⁹.

²⁹ 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



- 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:

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

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 TCLP.
- 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.

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

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

Este numeral aplica para muestras con porcentaje de sólidos $\geq 0,5\%$ y si se va a realizar extracción para constituyentes no-volátiles. Para muestras que requieran extracción de compuestos volátiles se usa solo el fluido de extracción No.1 (Ver Reactivos), y se sigue con el proceso de ensayo para compuestos volátiles.

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.

- Pesar una pequeña sub-muestra de la fase sólida del desecho, realizar reducción de tamaño de partícula (si es requerido) y tomar 5 gramos en un beaker o erlenmeyer de 500 mL.
- Agregar 96,5 mL de agua grado reactivo al vaso, cubrir con un vidrio de reloj y agitar vigorosamente por cinco (5) minutos utilizando un agitador magnético.
- Medir y registrar el pH. Si el pH < 5, el fluido de extracción a utilizar con la muestra es el No.1
- Si el pH > 5, agregar 3,5 mL de HCl 1N, mezclar brevemente, cubrir con vidrio de reloj y calentar hasta 50°C, mantener la temperatura por 10 minutos.
- Dejar enfriar la solución a temperatura ambiente y registrar el pH. Si el pH es < 5 utilizar el fluido de extracción No. 1, si el pH es > 5 utilizar el fluido de extracción No. 2

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 TCLP; 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.

- Prepesar 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 metales³⁰.
- 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 filtro³¹.
- 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 filtración³².
- El material retenido en el filtro es definido como la fase sólida del desecho y el filtrado como la fase líquida³³.

³⁰ Filtros enjuagados con ácido pueden ser usados para todas las extracciones de compuestos no-volátiles aun cuando los metales no sean de interés.

³¹ 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.

³² La aplicación instantánea de alta presión puede degradar el filtro de fibra de vidrio y puede causar obstrucción prematura

³³ 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

- 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 TCLP”. 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).

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 formula.
-

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

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 (usando el mismo fluido de extracción usado para las muestras) como mínimo para cada 20 extracciones que se realicen en el recipiente de extracción.
- Rotar a 30 ± 2 rpm por 18 ± 2 horas, la temperatura del laboratorio donde se realiza la extracción debe mantenerse a 23 ± 2 °C durante este periodo³⁴.
- Después de las 18 ± 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 fibra de vidrio (en este caso por bomba de vacío). En esta filtración final el papel 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 TCLP

- Si el desecho no contenía fase líquida inicial, el líquido filtrado después de 1.3 es el “Extracto TCLP”.

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.

³⁴ Durante la agitación, se puede acumular presión dentro de las botellas de extracción con algunos desechos (p.ej. 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.ej. después de 15 minutos, 30 minutos, y 1 hora) y venteadas dentro de una cabina de extracción.

- Si el desecho contiene fase líquida y sólidos <0,5% el filtrado obtenido en 1.1 Filtración es el “Extracto TCLP”
- 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, combinarlos y este el “Extracto TCLP”. Si no lo son, registrar el volumen de cada uno y analizarlos por separado. Ambos son “Extracto TCLP” y al final combinar matemáticamente sus resultados:

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

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 HNO_3 a $\text{pH} < 2$. (si se observa precipitación tomar otra alícuota para análisis de metales, no acidificar, refrigerar a 4°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°C hasta su análisis.
- El extracto TCLP debe ser preparado y analizado acorde al método analítico apropiado.

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

Para obtener el extracto TCLP 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°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 TCLP. 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 ≥ 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 externamente. Si se requiere reducción de la fase sólida, la exposición del desecho a la atmósfera debe ser evitada en la medida de lo posible³⁵.
- Para desechos lodosos no es necesario permitir la quietud 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-pezar 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
- Colocar el pistón del ZHE dentro del cuerpo del equipo (como 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 de fibra de vidrio entre las pantallas de soporte y el lado. Fijar el flanche de entrada/salida del líquido (arriba del flanche) 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 (flanche de 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.
- Atar la línea de gas de la válvula de entrada/salida de gas (flanche 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 del cuarto, se debe permitir que la muestra se caliente hasta temperatura del 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.

³⁵ 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.

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 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 filtrado³⁶.
- 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 análisis³⁷.

VI-ii.2.3. Determinación de la cantidad de fluido de extracción

- Determinar el peso del fluido de extracción No.1 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 estén 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. Re-presurizar 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 ± 2 rpm por 18 ± 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 ± 2 horas, verificar la presión dentro del pistón del ZHE rápidamente abriendo y cerrando la válvula de entrada/salida del gas

³⁶ La aplicación instantánea de alta presión puede degradar el filtro fibra de vidrio y puede causar obstrucción prematura.

³⁷ 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.



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 IV (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.

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. Un filtro fibra de vidrio en línea puede ser usado para filtrar el material dentro del ZHE si se sospecha que el filtro dentro del equipo se ha roto.

VI-ii.3. Extractos TCLP

- Si el desecho original no contenía una fase líquida inicial, el líquido filtrado del extracto es definido como el Extracto TCLP.
- 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 TCLP.
- Si el desecho no contenía sólidos ó los sólidos secos eran <0,5 % la fase líquida inicial corresponde al Extracto TCLP.

Preparación de extracto para análisis

- Inmediatamente después de la recolección del extracto TCLP, 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 TCLP 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.

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

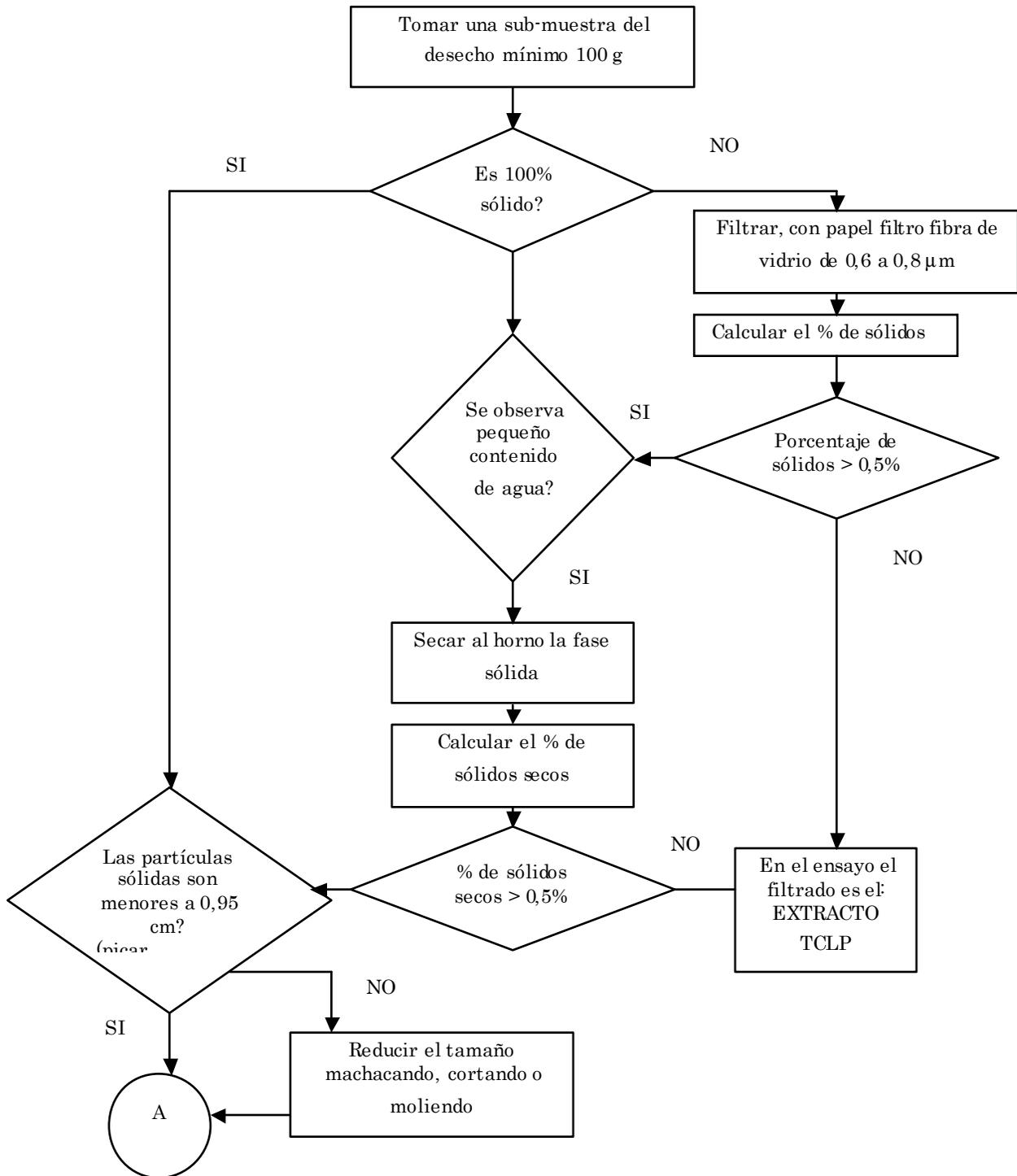
donde,

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)



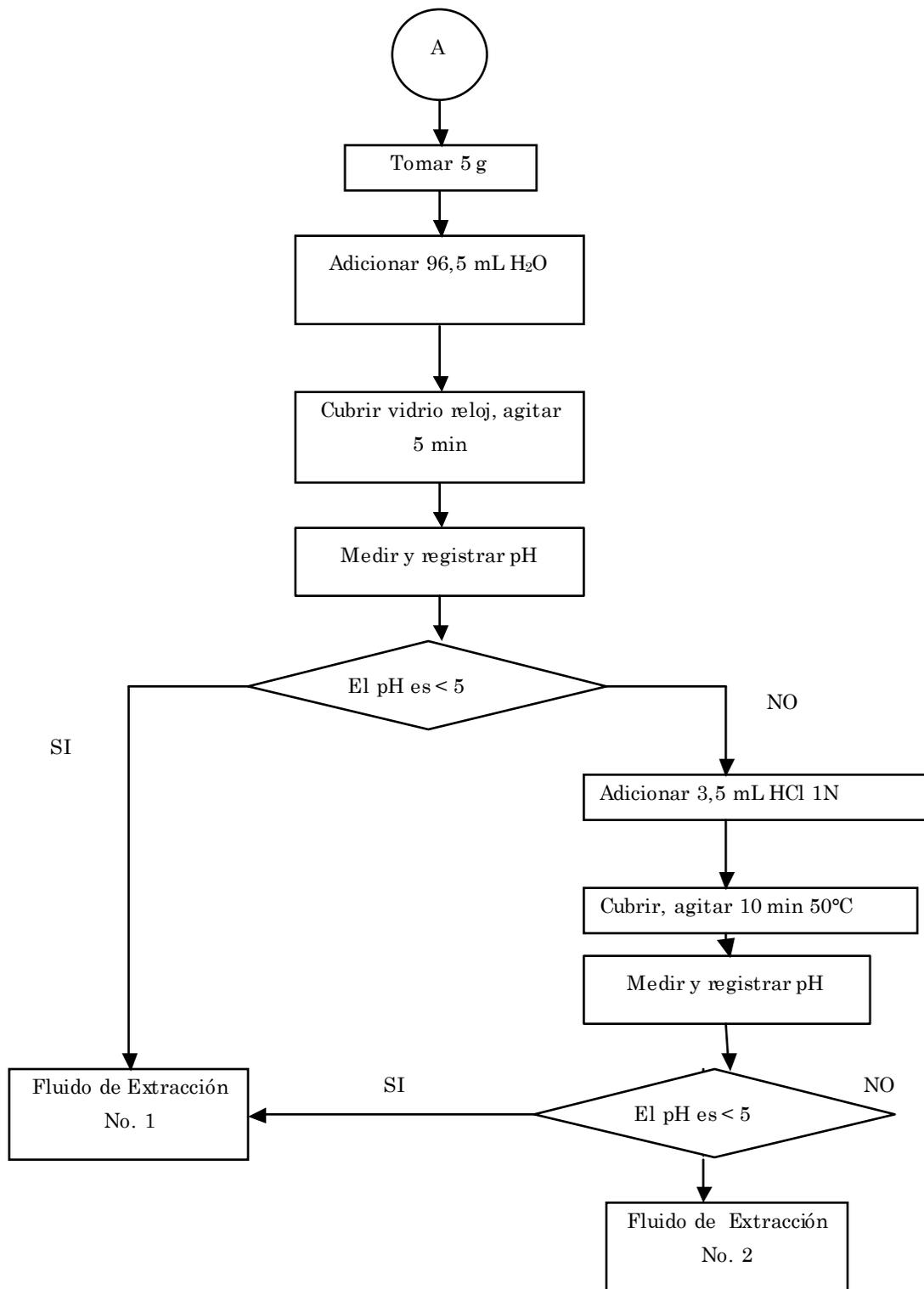
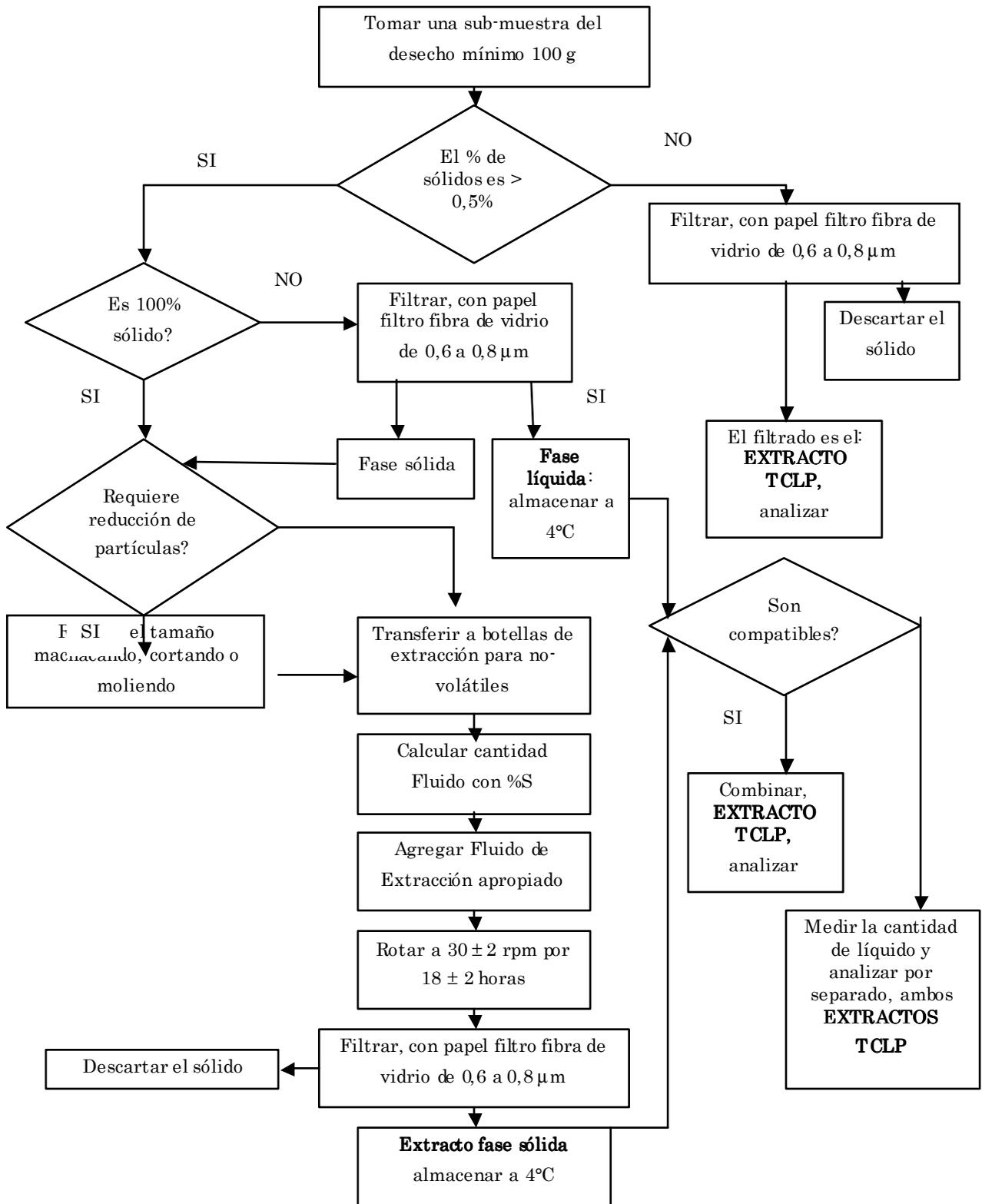


Figura 6.1. Diagrama de Flujo – Evaluaciones preliminares



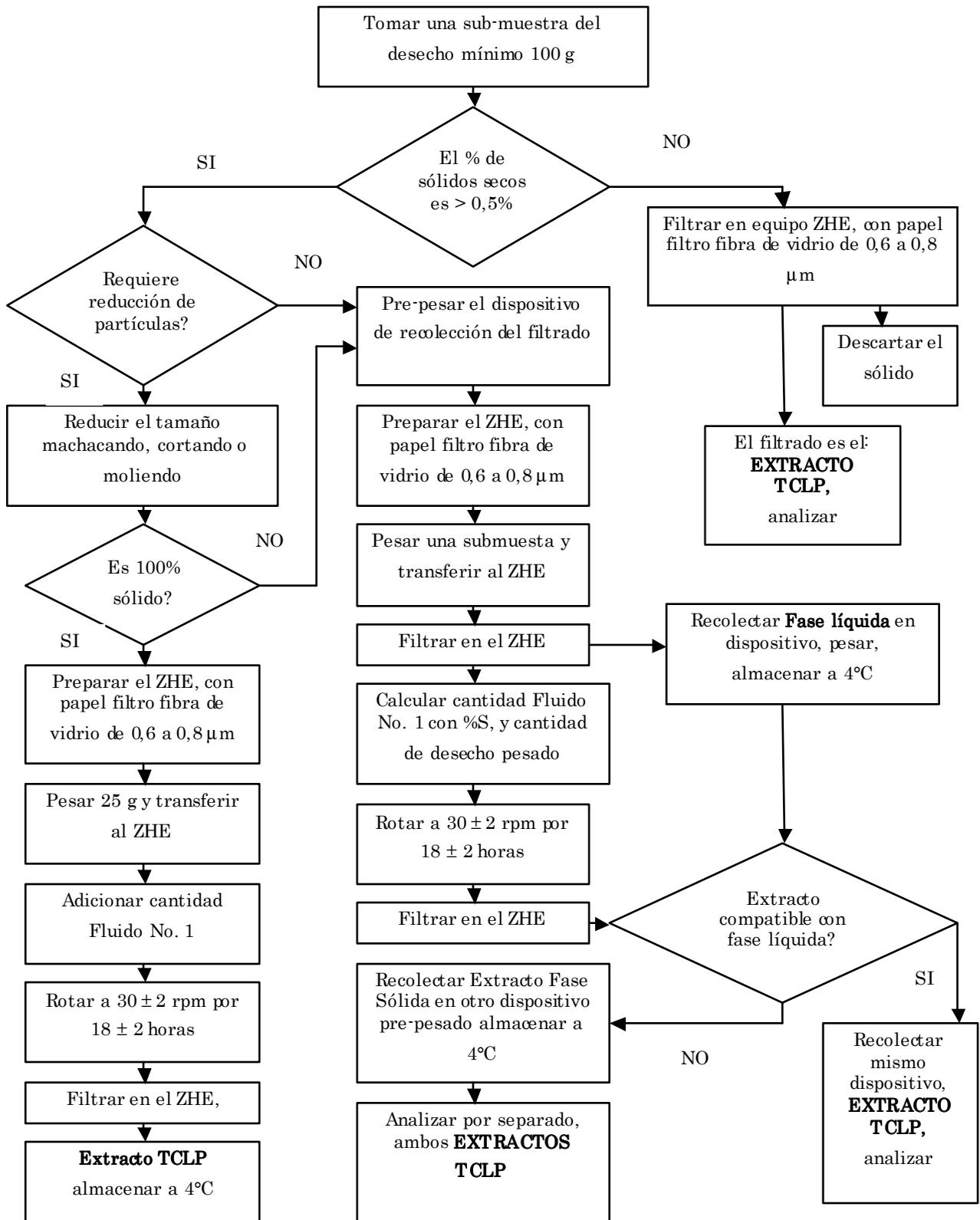


Figura 6.2. Diagrama de flujo – Ensayo para compuestos no-volátiles

VII RESULTADOS

Este método presenta el proceso de obtención del Extracto TCLP. 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.

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, seguir la guía de adición para matriz estándar de cada método analítico.
 - Los dopajes a la matriz se adicionan después de la filtración del Extracto TCLP 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 TCLP 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 está 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 abscisa (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. Calcular 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

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. ROBUSTEZ

La EPA ha realizado dos estudios de robustez para determinar el efecto de varias perturbaciones sobre los elementos específicos del protocolo de TCLP. Los ensayos de robustez determinan la sensibilidad de variaciones pequeñas en el procedimiento, los cuales pueden ser esperados que ocurran durante la aplicación rutinaria del laboratorio.

IX-i.1. Metales

Las siguientes condiciones fueron usadas cuando se realizó el proceso de extracción de un desecho para el análisis de metales:

Variación en las condiciones del ensayo	
Relación líquido/sólido	19:1 vs 21:1
Tiempo de extracción	16 horas vs 18 horas
Espacio de cabeza	20% vs 60%
Acidez del buffer No. 2	190 meq vs 210 meq
Filtros enjuagados con acido	Si vs no
Tipo de filtro	Fibra de vidrio 0,7µm vs 0,45 µm vs policarbonato
Tipo de botellas	Borosilicato vs vidrio cristalería

De las siete variaciones del método evaluadas, la acidez del fluido de extracción tuvo el más grande impacto sobre los resultados. Cuatro de los 13 metales de un desecho de una mezcla de desecho de industria galvánica y un lodo de un separador API y dos de tres metales de un desecho del fondo de una excavación de soda de amonio fueron extraídos a niveles más altos por el buffer de mayor acidez. Debido a la sensibilidad a los cambios de pH, el método requiere que los fluidos de extracción sean preparados de forma tal que el pH final este dentro de $\pm 0,05$ unidades como lo especifica el protocolo.

IX-i.2. Compuestos orgánicos volátiles

Las siguientes condiciones fueron usadas por la EPA cuando se extrajo un desecho para análisis de compuestos orgánicos volátiles:

Variación en las condiciones del ensayo	
Relación líquido/sólido	19:1 vs 21:1
Espacio de cabeza	0% vs 5%
Acidez del buffer No. 1	60 meq vs 80 meq
Método de almacenar el extracto	Jeringa vs Bolsa Tedlar®
Alícuotas	Si vs no
Presión dentro del pistón	0 psi vs 20 psi

Ninguno de los parámetros tuvo un efecto significativo sobre los resultados del ensayo de robustez.

IX-ii. Precisión

Se han realizado muchos estudios de precisión (reproducibilidad) de TCLP, y han mostrado que, en general, la precisión del TCLP es comparable a, ó excede la del ensayo de toxicidad EP (SW-846 1310) y que la precisión del método es adecuada. Una de las contribuciones más significativas para la adecuada precisión parece estar relacionada a la homogeneidad de la muestra y las variaciones inter-laboratorios (debido a la naturaleza de los materiales de desecho).

IX-ii.1. Metales

Los resultados de estudios multi-laboratorios realizados por la EPA se muestran en la siguiente tabla e indican que un análisis sencillo de un desecho puede no ser adecuado para la caracterización del desecho y los requerimientos de identificación.

Desecho	Fluido de extracción	metal	\bar{X}	S	% RSD
Fondos de extracción soda amonio	1	Cadmio	0,053	0,031	60
	2		0,023	0,017	76
	1	Cromo	0,015	0,0014	93
	2		0,0032	0,0037	118
	1	Plomo	0,0030	0,0027	90
	2		0,0032	0,0028	87
Mezcla de API/EW	1	Cadmio	0,0046	0,0028	61
	2		0,0005	0,0004	77
	1	Cromo	0,0561	0,0227	40
	2		0,105	0,018	17
	1	Plomo	0,0031	0,0031	100
	2		0,0124	0,0136	110
Cenizas de combustible fósil	1	Cadmio	0,080	0,069	86
	2		0,093	0,067	72
	1	Cromo	0,017	0,014	85
	2		0,070	0,040	57
	1	Plomo	0,0087	0,0074	85
	2		0,0457	0,0083	18

Nota: X media de los resultados de entre 6 y 12 diferentes laboratorios
 Unidades en mg/L, fluido de extracción No.1 pH = 4,9 y No.2 pH= 2,9

IX-ii.2. Compuestos orgánicos semi-volátiles

Los resultados de dos estudios realizados por la EPA se muestran en las siguientes tablas. La precisión de laboratorio fue más del 90%. Los resultados presentaron una desviación estándar relativa menor del 25%. Más del 85% de los compuestos individuales en los estudios multi-laboratorios estuvieron dentro del rango de desviación estándar relativa de 20 al 120%. Ambos estudios concluyeron que los TCLP suministran precisión adecuada. Se determinó que un alto contenido de acetato en el fluido de extracción no presentó problemas para las condiciones analíticas usadas (p.e., degradación de la columna del cromatógrafo de gases).

Desecho	Compuesto	Fluido de extracción	\bar{X}	S	% RSD
Fondos de excavación de soda amonio	Fenol	1	19000	2230	11,6
		2	19400	929	4,8
	2-metilfenol	1	2000	297	14,9
		2	1860	52,9	2,8
	4-metilfenol	1	7940	1380	17,4
		2	7490	200	2,7
	2,4-Dimetilfenol	1	321	46,8	14,6
		2	307	45,8	14,9
	Naftaleno	1	3920	413	10,5
		2	3827	176	4,6
	2-metilnaftaleno	1	290	44,8	15,5
		2	273	19,3	7,1
	Dibenzofurano	1	187	22,7	12,1
		2	187	7,2	3,9
	Acenaftileno	1	703	89,2	12,7
		2	663	20,1	3,0
	Fluoreno	1	151	17,6	11,7
		2	156	2,1	1,3
	Fenantreno	1	241	22,7	9,4
		2	243	7,9	3,3
Antraceno	1	33,2	6,19	18,6	
	2	34,6	1,55	4,5	
Fluorantreno	1	25,3	1,8	7,1	
	2	26,0	1,8	7,1	
Fenol	1	40,7	13,5	33,0	
	2	19,0	1,76	9,3	
2,4 Dimelfenol	1	33,0	9,35	28,3	
	2	43,3	8,61	19,9	
Mezcla de API/EW	Naftaleno	1	185	29,4	15,8
		2	165	24,8	15,0
2-metilnaftaleno	1	265	61,2	23,1	
	2	200	18,9	9,5	

Rango de RSD% = 1-33

Media de RSD% = 12

Nota: unidades = $\mu\text{g/L}$

Las extracciones fueron realizadas por triplicado, todos los resultados fueron al menos 2x el límite de detección, fluido de extracción No. 1 = pH = 4,9, fluido de extracción No. 2 pH= 2,9

Desecho	Compuesto	Fluido de extracción	\bar{X}	S	% RSD
Fondos de excavación soda amonio (A)	BNA	1	10043	7680	76,5
		2	10376	6552	63,1
Mezcla de API/EW (B)	BNA	1	1624	675	41,6
		2	2074	1463	70,5
Ceniza de combustible fósil (C)	BNA	1	750	175	23,4
		2	739	342	46,3

Media de RSD% = 54

Nota: unidades = $\mu\text{g/L}$

X = media de resultados de 3 a 10 laboratorios

Fluido de extracción No. 1 = pH = 4,9, fluido de extracción No. 2 pH= 2,9 Rango de RSD% para compuestos individuales A, #1-0-113 / A, #2-28-108 / B, #1-20-156 / B, #2-49-128 / C, #1-36-143 / C, #2-61-164

IX-ii.3. Compuestos orgánicos volátiles

En un estudio realizado por la EPA en el cual participaron 11 laboratorios se evaluaron dos tipos de desechos los cuales fueron dopados con una mezcla de COV. Los resultados del estudio se presentan en la siguiente tabla. La precisión de los resultados tiende a cubrir un rango considerable. Sin embargo, el rango y la media de la desviación estándar relativa son comparables con los resultados del estudio de metales presentados en el numeral 1. Los autores del estudio concluyeron que a un nivel de significancia del 95%, 1) las recuperaciones entre laboratorios fueron estadísticamente similares. 2) las recuperaciones no variaron significativamente entre dos tipos de muestra y 3) cada laboratorio mostró el mismo patrón de recuperación para cada una de las dos muestras.

Desecho	Compuesto	\bar{X}	S	% RSD	
Desecho	Cloruro de vinilo	6,36	6,36	100	
	Cloruro de metileno	12,1	11,8	98	
	Disulfuro de carbono	5,57	2,83	51	
	1,1 - dicloroetano	21,9	27,7	127	
	1,1- dicloroetano	31,4	25,4	81	
	Cloroformo	46,6	29,2	63	
	1,2 - dicloroetano	47,8	33,6	70	
	2- butano	43,5	36,9	85	
	1,1,1 - tricloroetano	20,9	20,9	100	
	Sobrantes de Minas	Tetracloruro de carbono	12,0	8,2	68
		Tricloroetano	24,7	21,2	86
		1,1,2 - tricloroetano	19,6	10,9	56
		Benceno	37,9	28,7	76
		1,1,2,2 - tetracloroetano	34,9	25,6	73
Tolueno		29,3	11,2	38	
Clorobenceno		35,6	19,3	54	
Etilbenceno		4,27	2,80	66	
Triclorofluorometano		3,82	4,40	115	
Acilonitrilo		76,7	110,8	144	
Cloruro de vinilo		5,00	4,71	94	
Cloruro de metileno		14,3	13,1	92	
Disulfuro de carbono		3,37	2,07	61	
1,1 - dicloroetano		52,1	38,8	75	
1,1- dicloroetano	52,8	25,6	49		
Cloroformo	64,7	28,4	44		
1,2 - dicloroetano	43,1	31,5	73		
2- butano	59,0	39,6	67		
1,1,1 - tricloroetano	53,6	40,9	76		
Fondos de excavación soda amonio	Tetracloruro de carbono	7,10	6,1	86	
	Tricloroetano	57,3	34,2	60	
	1,1,2 - tricloroetano	6,7	4,7	70	
	Benceno	61,3	26,8	44	
	1,1,2,2 - tetracloroetano	3,16	2,1	66	
	Tolueno	69,0	18,5	27	
	Clorobenceno	71,8	12,0	17	
	Etilbenceno	3,70	2,2	58	
	Triclorofluorometano	4,05	4,8	119	
	Acilonitrilo	29,4	34,8	118	

Rango RSD% = 17 - 144
 Media RSD% = 75
 Nota: unidades = µg/L

XI REFERENCIAS

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

6.2. PROCEDIMIENTO DE LIXIVIACION DE PRECIPITACION SINTETICA - SPLP

I. ALCANCE Y APLICABILIDAD

- Este método presenta el procedimiento para la obtención de un extracto SPLP. No presenta los métodos de ensayo de laboratorio para cada compuesto individual.
- Este método está diseñado para determinar la movilidad de los analitos orgánicos e inorgánicos presentes en un desecho líquido, sólido o de múltiples fases.

II. PRINCIPIO DEL METODO

- i. Desechos líquidos (aquellos que contienen menos de 0,5% de sólidos secos)
 El Extracto SPLP es la fase líquida obtenida después de la filtración del desecho a través de un papel fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 µm.
- ii. Desechos conteniendo mayor ó igual cantidad de 0,5% de sólidos
 El desecho es filtrado y el líquido filtrado corresponde a extracto SPLP fase líquida y se almacena. La fase sólida del 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 el peso de la fase sólida durante 18 ± 2 horas a 30 ± 2 rpm. Después del periodo de extracción, la fase sólida con el fluido son filtrados separando el