

MINISTERIO DE DESARROLLO HUMANO

SECRETARIA DE PARTICIPACION POPULAR

RESOLUCIÓN SECRETARIAL N° 383

del 28 de noviembre de 1998

Norma Boliviana NB 753

Residuos sólidos - Prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

PRESENTACION

Las presentes Normas Técnicas de Residuos Sólidos elaboradas por la Dirección Nacional de Saneamiento Básico de esta Secretaría, constituye uno de los instrumentos normativos más importantes para lograr los objetivos y metas planteadas en el aspecto institucional dentro del marco de las políticas del Plan Nacional de Saneamiento Básico.

Las presentes Normas tienen como objetivo fundamental regular y ordenar el diseño consecuentemente la planificación del manejo de los residuos sólidos, mejorando las condiciones del medio ambiente y por ende el bienestar y salud del pueblo boliviano.

La elaboración de las Normas, conlleva una optimización en los parámetros y demás elementos de Gestión de los Residuos Sólidos de acuerdo a las prácticas avanzadas de la Ingeniería Sanitaria Ambiental, de tal manera que constituye fundamentalmente una mejora de los servicios, con el propósito de elevar nuestras coberturas y llegar con estos servicios a una mayor cantidad de beneficiarios o usuarios.

La Secretaría de Participación Popular y la Subsecretaría de Desarrollo Urbano valoran el esfuerzo y capacidad de todos los profesionales que intervinieron en la revisión y actualización de la Norma, quienes aportaron con sus conocimientos y tiempo en la preparación del documento, el cual a partir de hoy estará al servicio del país, constituyéndose en un significativo aporte al Sector y a los profesionales vinculados a la Ingeniería Sanitaria.

Norma Boliviana NB 753

Residuos sólidos -Prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente

Descriptor: I C S 13.030 RESIDUOS SOLIDOS

1 OBJETO

Esta Norma, establece el procedimiento para llevar acabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente y a la salud pública en general.

2 CAMPO DE APLICACION

Esta norma debe observarse obligatoriamente en la generación y manejo de los residuos peligrosos.

3 REFERENCIAS

NB 742 Residuos Sólidos - Terminología sobre los Residuos Sólidos y Peligrosos.

NB 758 Medio Ambiente - Características, Listados y Definición de los Residuos Peligrosos, No Peligrosos y de Bajo Riesgo.

4 DEFINICIONES

Para los efectos de esta norma, las definiciones son las que se establecen en la Norma NB 742.

5 RESUMEN DEL METODO

5.1 El método PECT se resume de la siguiente manera:

5.1.1 Para residuos líquidos (es decir aquellos que contienen menos del 0,5% de material sólido seco) después de la filtración a través de un filtro de fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 micrómetros, el filtrado se define como el extracto PECT.

5.1.2 Para residuos que contienen 0,5 % o más de sólidos, el líquido se separa de la fase sólida y se preserva para su posterior análisis; el tamaño de la partícula de la fase sólida, se reduce en caso de ser necesario. La fase sólida se lleva al proceso de extracción con una cantidad del reactivo de extracción igual a 20 veces el peso de los sólidos. El reactivo de extracción empleado estará en función de la alcalinidad de la fase sólida y del tipo de residuo analizado.

Para extraer compuestos volátiles se requiere el equipo de extracción de volumen muerto cero (VMC) descrito en el numeral 7.2.1 de esta norma. Después de la extracción, el líquido se separa de la fase sólida usando un filtro de fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 micrómetros.

5.1.3 Si la fase líquida inicial del residuo y el extracto son compatibles (es decir, al combinarse no forman fases múltiples) se pueden mezclar y analizar juntos. Si son incompatibles, se analizan separadamente y los resultados se combinan matemáticamente para obtener una concentración promedio en volumen.

5.1.4 Si al efectuarse un análisis físico-químico completo del residuo en cuestión no se encuentran en el mismo los constituyentes regulados en la NB 758, o están presentes a bajas concentraciones de modo que no rebasen en los límites máximos permisibles, no es necesario llevar a cabo la prueba de extracción.

6 MUESTREO, PRESERVACION Y MANEJO DE MUESTRAS

Para llevar a cabo las pruebas de extracción de los constituyentes volátiles y no volátiles de un residuo, deberán tomarse previamente las muestras del mismo, de acuerdo con los siguientes requisitos:

- Se deben coleccionar en los términos de la norma aplicable, un mínimo de dos muestras representativas del residuo a analizar; la primera muestra se emplea para las pruebas preliminares, la segunda se emplea para la extracción.
- Las muestras y los extractos obtenidos deben ser preparados para el análisis tan pronto como sea posible. Si se requiere preservación, esta debe ser mediante refrigeración a 4 °C y por un período máximo de 14 días.
- Cuando el residuo va a ser evaluado para compuestos volátiles, se debe tener cuidado para minimizar las pérdidas de éstos. Las muestras deben ser recolectadas y preservadas de modo que se prevenga la pérdida de compuestos volátiles (por ejemplo tomarse en frascos sellados y preservarse a 4 °C)
- Los extractos o porción de ellos para la determinación de metales, deben acidificarse con ácido nítrico a un pH menor de 2 si hay precipitación véase el numeral 10.15.1 de esta norma.
- En ningún caso se le deben agregar sustancias para preservar la muestra antes de la extracción.

7 APARATOS Y MATERIALES

7.1 Aparato de agitación. Debe ser capaz de rotar los recipientes de extracción de arriba para abajo a 30 +/- 2 revoluciones por minuto.

7.2 Recipientes de Extracción

7.2.1 Extracción de compuestos volátiles

- Se utilizan recipientes de extracción de volumen muerto cero (VMC), únicamente cuando el residuo se analiza para la movilidad

de los constituyentes volátiles. Este tipo de recipiente permite la separación inicial líquido-sólido, la extracción y la filtración final sin necesidad de abrirlo. Debe tener un volumen interno de 500-600 ml y estar equipado para recibir un filtro de 90-110 mm.

- Este recipiente debe contar en su interior con un pistón provisto de empaques de VITON (anillos «O» de VITON) que sea capaz de moverse con una presión de 1,05 Kg/cm² o menos. Si se requiere más presión para mover el pistón, los anillos «O» deben ser reemplazados.

- El VMC debe verificarse después de cada extracción, en busca de fugas. Para ello presurice a 3,5 Kg/cm², mantenga la presión por una hora y compruebe de nuevo la presión; o bien presurice y sumérjalo en agua y compruebe la presencia de burbujas de aire escapando por cualquiera de las uniones.

7.2.2 Extracción de compuestos no volátiles

Se necesitan frascos con suficiente capacidad para contener la muestra y el reactivo de extracción. No es necesario que estos frascos queden completamente llenos, pueden ser de diferentes materiales, dependiendo de los constituyentes a analizar y de la naturaleza del residuo. Cuando se van a evaluar los constituyentes inorgánicos, los frascos deben ser de vidrio borosilicado. Si son de plástico sólo podrán ser de politetrafluoroetileno (PTFE). Cuando se usa este tipo de frasco, el aparato de filtración descrito se utiliza para la separación inicial líquido-sólido y para la filtración del extractor final.

7.3 Equipos de filtración. Es recomendable que todas las filtraciones se lleven a cabo en una campana de extracción.

7.3.1 Equipos de filtración para residuos con constituyentes volátiles. Para filtrar estos residuos se debe usar el recipiente de extracción VMC descrito en el punto 7.2.1 de esta norma. El equipo deberá ser capaz de soportar y mantener en su lugar el filtro de fibra de vidrio y resistir la presión requerida para lograr la separación (3,4 Kg/cm²).

7.3.2 Equipo de filtración para residuos con constituyentes no volátiles. Se puede utilizar cualquier porta-filtros capaz de soportar un filtro de fibra de vidrio y la presión requerida para lograr la separación. Estos equipos deben tener un volumen mínimo interno de 300 ml y estar equipados para recibir un tamaño de filtro mínimo de 47 mm. (es mejor utilizar porta-filtros con una capacidad interna de 1,5 L equipados para recibir un filtro de 142 mm. de diámetro).

7.3.3 Materiales de construcción: Los recipientes de extracción y equipos de filtración deben ser de material inerte que no lixivie o absorba los componentes del residuo.

7.4 Filtros: Los filtros deberán estar hechos de fibra de vidrio borosilicado, sin aglutinantes y tener un tamaño efectivo de poro

de 0,6 micrómetros a 0,8 micrómetros o equivalente. No deben usarse prefiltro. Cuando se evalúe la movilidad de metales, cada uno de los filtros debe someterse a un lavado ácido antes de usarse, enjuagando con ácido nítrico 1N seguido por tres enjuagues consecutivos de un litro de agua grado reactivo.

7.5 Potenciómetro: El medidor de pH deberá tener una exactitud de +/- 0,05 unidades a 25 °C.

7.6 Equipos para recolectar los extractos del VMC: Se pueden utilizar bolsas TEDLAR, jeringas herméticas de vidrio, acero inoxidable o PTFE para coleccionar la fase inicial líquida y el extracto final del residuo.

7.7 Equipos para la transferencia del reactivo de extracción al VMC: Es aceptable cualquier equipo capaz de transferir el reactivo de extracción al VMC sin cambiar la naturaleza del mismo, por ejemplo, una bomba de desplazamiento positivo o peristáltica o una jeringa.

7.8 Balanza de laboratorio: Se puede utilizar cualquier balanza de laboratorio con una exactitud de +/- 0,01 g.

7.9 Vasos de precipitado o matraces Erlenmeyer de vidrio de 250 ml a 500 ml.

7.10 Parrilla de calentamiento.

7.11 Vidrio de reloj: Del diámetro apropiado para cubrir el vaso de precipitado o el matraz Erlenmeyer.

7.12 Agitador magnético.

7.13 Estufa con control de temperatura para trabajar a 100 +/- 5 °C.

7.14 Desecado.

8 REACTIVOS

- Agua desionizada o desmineralizada
- El agua grado reactivo para extracción de volátiles puede generarse pasando agua destilada a través de un filtro que contenga 500 g de carbón activado.
- Ácido clorhídrico HCl (1,0 N)
- Ácido Nítrico HNO₃ (1,0 N)
- Hidróxido de sodio NaOH (1,0 N)
- Ácido acético glacial, CH₃ - COOH, grado reactivo analítico.
- Reactivos de extracción
- Reactivo de extracción 1: Añada 5,7 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua desionizada o desmineralizada, añada 64,3 ml de NaOH 1N y afore a un litro. Cuando se prepara en forma correcta, el pH de este reactivo es de 4,93 +/- 0,05.

Los reactivos de extracción deben ser verificados frecuentemente. El pH debe verificarse antes de usar el reactivo para asegurar que sea el correcto. Si se encuentran impurezas o el pH no está dentro de los límites, se debe desechar el reactivo y preparar uno nuevo.

9 EVALUACIONES PRELIMINARES

Se deben llevar a cabo evaluaciones preliminares de PECT en una alicuota de la muestra del residuo de un mínimo de 100 g. Esta alicuota se emplea únicamente para las evaluaciones preliminares que incluyen:

9.1 Determinación del porcentaje de sólido.

9.1.1 Si el residuo no produce líquido cuando está sujeto a la presión de filtración (es decir, es 100 % sólido) proceda según el numeral 9.3.

9.1.2 Si la muestra es líquida o de varias fases, se requiere la separación sólido-líquido para hacer la determinación preliminar del porcentaje de sólidos. Esto involucra el equipo de filtración descrito en el numeral 7.3.2 de esta norma.

9.1.2.1 Pesar el filtro y el recipiente que recibirá el filtrado.

9.1.2.2 Ensamblar el porta-filtros y coloque el filtro en el soporte y asegúrelo.

9.1.2.3 Pesar una parte de la muestra del residuo (100 g mínimo) y registrar el peso.

9.1.2.4 Los residuos que sedimentan lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración. La centrifugación se usará solamente como una ayuda de la filtración. Si se usa primero el líquido debe ser decantado y filtrado y después filtrar la porción sólida.

9.1.2.5 Transferir cuantitativamente la muestra del residuo al equipo de filtración. Vertir la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.

Si más del 1% de la muestra se ha adherido al recipiente usado para transferirla al aparato de filtración, determinar el peso de este residuo y restar del peso de la muestra determinada en el numeral 9.1.2.3 de esta norma, para conocer el peso efectivo del residuo que se filtró.

Aplicar gradualmente vacío o presión de 0,07-0,70 Kg/cm², hasta que el aire o el gas de presurización pase a través del filtro. Si este punto no se alcanza a 0,70 Kg/cm² y si no pasa líquido adicional por el filtro, en intervalo de 2 min., lentamente incremente la presión en intervalos de 0,7 Kg/cm² hasta un máximo de 3,5 Kg/cm².

Cuando el gas de presurización comienza a pasar por el filtro, o cuando cesa el flujo de líquido a 3,5 Kg/cm² y en un período de 2 min. no hay un filtrado adicional, se detiene la filtración.

9.1.2.6 El material retenido en el filtro se define como la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.

Algunos residuos, como los aceitosos y de pintura, contienen material que tiene la apariencia del líquido. Pero si después de aplicar el vacío o presión en el punto 9.1.2.5 de esta norma, este residuo no pasa a través del filtro, se clasifica como sólido. No reemplace el filtro original con uno nuevo. Usar únicamente un filtro.

9.1.2.7 Determinar el peso de la fase líquida, restando el peso del recipiente vacío, del peso total del recipiente con el filtrado. Determinar el peso de la fase sólida de la muestra restando el peso de la fase líquida del peso total de la muestra, según se determinó en los numerales 9.1.2.3 ó 9.1.2.5 de esta norma.

Calcular el porcentaje de sólidos como sigue: 100

$$\text{Porcentaje de sólidos} = \frac{\text{Peso del sólido (9.1.2.7)}}{\text{Peso total del residuo (9.1.2.3 ó 9.1.2.5)}} \times 100$$

9.1.2.8 Si el porcentaje de sólidos determinados en el punto 9.1.2.7 de esta norma, es igual o mayor que 0,5 % prosiga, ya sea para determinar si el material sólido requiere reducción de tamaño de partícula, según los numerales 9.3 ó 9.2, si se observa que el filtrado está húmedo.

9.1.2.9 Si el porcentaje de sólidos determinado en el punto 9.1.2.7 es menor que 0,5 % proseguir el numeral 10.10 si se van a determinar los constituyentes no volátiles y con el punto 11 con una nueva porción de muestra si se van a determinar los constituyentes volátiles.

9.2 Determinación del porcentaje de sólidos secos.

9.2.1 Remover la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.

9.2.2 Secar el filtro con el sólido a 100 +/- 5 °C hasta que dos pesadas sucesivas no varíen en +/- 1%. Registre el peso final.

9.2.3 Calcule el porcentaje de sólidos secos como sigue:

$$\text{Porcentaje de sólidos secos} = \frac{(\text{Peso del residuo seco más filtro}) - \text{peso del filtro}}{\text{Peso inicial del residuo (9.1.2.3 ó 9.1.2.5)}} \times 100$$

9.2.4 Si el porcentaje de sólidos secos es menor que 0,5 %, proseguir según el numeral 10.10 si se va a realizar la prueba para

constituyentes no volátiles y 11 si se realiza la prueba para constituyentes volátiles. Si el porcentaje de sólidos secos es mayor o igual a 0,5 % y si la prueba de no volátiles se lleva a cabo, tomar una porción fresca del residuo, determinar si la reducción de tamaño de la partícula es necesaria según el numeral 9.3 de esta norma y seleccione el reactivo de la extracción apropiado, según el punto 9.4 de esta norma.

9.3 Determinación de si el residuo requiere reducción del tamaño de la partícula. Proceder a triturar o moler los sólidos obtenidos en el numeral 9.1.2.7 de esta norma, si tienen una área menor de 3,1 cm²/g o un tamaño mayor a 1 cm (es decir, cuando no pasan un tamiz estándar de 9,5 mm).

9.4 Selección del reactivo de extracción apropiado

La PECT para constituyentes volátiles usa únicamente el reactivo de extracción 1, según el numeral 8.6.1 de esta norma, por lo tanto, si no se requiere extracción de no volátiles, proseguir según el punto 11.

Para realizar la extracción de los constituyentes no volátiles, determine el reactivo apropiado según los numerales 8.6.1 y 8.6.2 de esta norma, como sigue:

9.4.1 Pesar una fracción de la fase sólida, reducir (si es necesario) a un tamaño de partícula de aproximadamente 1 mm. de diámetro o menos y transferir 5,0 g a un matraz Erlenmeyer o a un vaso de precipitado.

9.4.2 Añadir 96,5 ml de agua desionizada o desmineralizada al matraz, cubrir con un vidrio de reloj y agitar vigorosamente por 5 minutos, usando un agitador magnético. Mida el pH. Si el pH es menor de 5,0, usar el reactivo de extracción 1. Proseguir según el punto 10 de esta norma.

9.4.3 Si el pH del numeral 9.4.2 es mayor de 5,0 añadir 3,5 ml de HCl 1N, mezclar y cubrir con un vidrio de reloj, caliente a 50 °C y mantener esta temperatura por 10 minutos.

9.4.4 Dejar la solución enfriar a temperatura ambiente y mida el pH. Si éste es menor de 5,0 use el reactivo de extracción 1. Si es mayor de 5,0 use el reactivo de extracción 2. Prosigua según el numeral 10 de esta norma.

10 PROCEDIMIENTOS PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES NO VOLATILES

10.1 Se recomienda un tamaño mínimo de muestra de 100 g. Si la cantidad generada por una extracción PECT no es suficiente para llevar a cabo todos los análisis, realizar más de una extracción y combinar los extractos.

10.2 Si el residuo no produce líquido, cuando se sujeta a la filtración (100% sólido) pesar una porción de la muestra (100 gramos minuto) y proseguir según el punto 9 de esta norma.

10.3 Si la muestra es líquida o multifacética, se requiere una separación líquido-sólido. Esto involucra el aparato de filtración descrito en el numeral 7.3.2 de esta norma y continuar según el numeral 9.4

10.4 Pesar el recipiente que recibirá el filtrado

10.5 Ensamblar el porta-filtro y colocar el filtro en el soporte y asegurarlo. Si se va evaluar la movilidad de metales, es necesario hacer un lavado ácido (véase numeral 7.4 de esta norma).

10.6 Pesar una fracción de muestra (100 g mínimo). Si el residuo contiene menos de 0,5 % de sólidos secos, la porción líquida del residuo después de la filtración, se define como el extracto PECT. Por lo tanto, filtrar suficiente muestra para que la cantidad de líquido filtrado alcance para realizar todos los análisis requeridos. Para residuos que contienen más del 0,5 % de sólidos secos, usar la información del porcentaje de sólidos obtenidos conforme al numeral 9.1 de esta norma, para determinar el tamaño óptimo de la muestra (100 g mínimo) que se llevará a filtración.

10.7 Permitir que la fase sólida sedimente. Los residuos que sedimenten lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración.

10.8 Transferir cuantitativamente la muestra del residuo (fase líquida y sólida) al equipo de filtración (véase numeral 7.3.2 de esta norma). Vertir la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.

Seguir el procedimiento indicado en el numeral 9.1.2.5 de esta norma.

10.9 El material en el porta-filtros se define como la base sólida del residuo, el filtrado como la fase líquida. Pesar el filtrado, la fase líquida puede ser analizada o preservada a 4 °C y un tiempo máximo de 14 días.

10.10 Si el residuo contiene menos de 0,5% de sólidos secos proseguir según el numeral 10.14 de esta norma. Si el residuo contiene más de 0,5 % de sólidos secos y fue necesaria la reducción de tamaño de partícula, proseguir según el numeral 10.11 de esta norma. Si el residuo pasa el tamiz de 9,5 mm. transferir cuantitativamente el material sólido a un frasco de extracción junto con el filtro (usado para separar la fase líquida inicial de la fase sólida) y proseguir según el numeral 10.12.

10.11 Preparar la porción sólida del residuo para extracción, como se describe en el numeral 11.3 de esta norma. Cuando el

tamaño de la partícula esté preparado adecuadamente, transferir cuantitativamente el material sólido a una botella de extracción. Incluir el filtro usado para separar el líquido inicial de la fase sólida.

10.12 Determinar la cantidad del reactivo de extracción necesario como sigue:

$$\frac{\text{Peso del de extracción} \times 20 \times \% \text{ de sólidos} \times \text{peso de la muestra filtrada}}{\text{reactivo} \times 100} =$$

Lentamente añadir la cantidad del reactivo de extracción calculada al recipiente de extracción. Cierre el frasco herméticamente (es recomendable que se use cinta de teflón para asegurar un buen sello). Colocar el recipiente en el equipo de agitación rotatorio y haga girar a 30 +/- 2 RPM durante 18 +/- 2 horas. La temperatura deberá mantenerse a 23 +/- 2 °C durante el período de extracción.

Conforme la agitación continúa se pueden generar gases que ejercen presión dentro del frasco extractor. Para aliviar el exceso de presión, el frasco puede abrirse en una campana de extracción periódicamente (por ejemplo cada 15 min, 30 min y una hora).

10.13 Después de las 18 +/- 2 horas de extracción separar el material en el recipiente de extracción, en sus componentes líquido y sólido por medio de filtración a través de un filtro de fibra de vidrio nuevo, los filtros deberán tener un lavado ácido si se evalúa la movilidad de los metales.

10.14 Preparación del extracto obtenido.

10.14.1 Si el residuo no contiene fase líquida inicial, el líquido filtrado obtenido en el numeral 10.12 de esta norma, se define como el extracto PECT. Proseguir según el numeral 10.15.

10.14.2 Si los líquidos son compatibles, combinar el líquido filtrado resultante en el numeral 10.13 de esta norma, con el líquido inicial del residuo obtenido en el numeral 10.8. Este líquido combinado se define como el extracto PECT. Proseguir según el numeral 10.15 de esta norma.

10.14.3 Si la fase líquida inicial del residuo, obtenida en el numeral 10.8 de esta norma, no es o no puede ser compatible con el líquido filtrado resultante del numeral 10.13. No combinar los líquidos, analizar por separado cada uno y combine los resultados matemáticamente, como se describe en el numeral 10.15.3.

10.15 Después de coleccionar el extracto PECT, medir el pH. Preservar el extracto para análisis. Las alícuotas para metales deben acidificarse con ácido nítrico o un pH menor a 2.

10.15.1 Prueba para detectar precipitación.

A una pequeña porción del extracto agregar unas gotas de ácido nítrico, si se presenta precipitación el resto del extracto no se debe acidificar y deberá analizarse lo antes posible. En caso que no se presente precipitación, las demás alícuotas serán preservadas a 4 °C y 14 días máximo hasta que vayan a ser analizadas conforme a las normas correspondientes.

10.15.2 Los extractos PECT que se analizan para metales, deben digerirse en ácido nítrico excepto en aquellos casos donde la digestión cause la pérdida de constituyentes metálicos. Si antes de la digestión el extracto muestra que cualquier constituyente controlado según las Norma NB 758, excede el nivel de tolerancia, automáticamente el residuo se considera peligroso y no es necesaria la extracción.

10.15.3 Si las fases individuales van a ser analizadas separadamente, determinar el volumen de la fase individual (a +/- 0,5 %), realizar los análisis requeridos y combinar los resultados matemáticamente, usando un promedio volumen-peso, como se indica:

$$(C2) \frac{\text{Concentración final}}{\text{del constituyente}} = \frac{(V1) * (C1) + (V2) *}{V1 + V2}$$

Donde:

V1 = volumen del primer extracto (L)
 C1 = concentración del constituyente de interés en el primer extracto (mg/L)
 V2 = volumen del segundo extracto (L)
 C2 = concentración del constituyente de interés en el segundo extracto (mg/L)

10.16 Comparar la concentración de los constituyentes en el extracto PECT con los niveles máximos permisibles señalados en la Norma NB 758.

11 PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES VOLATILES

Usar el aparato VMC para obtener el extracto PECT y analizar únicamente compuestos volátiles. El extracto resultante no debe usarse para evaluar la movilidad de los constituyentes no volátiles.

11.1 Pesar el recipiente de recolección del filtrado (véase numeral 7.6 de esta norma).

11.2 Colocar el pistón del VMC dentro del cuerpo del aparato (puede ser útil humedecer ligeramente los anillos «O» del pistón con el reactivo de extracción). Ajuste el pistón dentro

del cuerpo del aparato a una altura que minimice la distancia a la que el pistón tendrá que moverse una vez que sea cargado con la muestra. Asegurar la brida del fondo (entrada y salida del gas) en el cuerpo del VMC de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Asegurar el filtro de fibra de vidrio entre las mallas del soporte y dejarlo listo para usarse.

- 11.3** Si el residuo es 100% sólido pesar una porción de la muestra (25 g máximo) y proceder según el numeral 11.5 de esta norma.
- 11.4** Si el residuo contiene menos del 0,5% de sólidos secos, la porción líquida del residuo después de la filtración, se define como el extracto PECT. Filtrar suficiente muestra de modo que la cantidad de líquido filtrado sea la necesaria para realizar todos los análisis de constituyentes volátiles requeridos. Para residuos que tienen más del 0,5% de sólidos secos, usar la información obtenida del porcentaje de sólidos para determinar el tamaño de muestra óptima a ser cargado al VMC. El tamaño de muestra recomendado es como sigue:
- 11.4.1** Para residuos que contienen menos del 0,5 % de sólidos, pesar una muestra de 500 g.
- 11.4.2** Para residuos que contienen más del 0,5% de sólidos, determinar la cantidad como sigue:

$$\text{Peso del residuo} = \frac{25}{\text{Porcentaje de sólidos (9.1)}}$$

- 11.5** Si se requirió la reducción del tamaño de partícula, proseguir según el numeral 11.6 de esta norma. Si no se requirió, proseguir según el numeral 11.7.
- 11.6** Preparar el residuo para la extracción como se describe en el numeral 9.3 de esta norma. Los residuos y el equipo de reducción deben refrigerarse, de ser posible a 4 °C antes de la reducción de tamaño. Los medios usados para efectuar la reducción no deben generar calor. Si se requiere la reducción de la fase sólida, debe evitarse en lo posible la exposición de la muestra a la atmósfera.
- 11.7** Los residuos lodosos no deben asentarse; no centrifugar la muestra antes de la filtración.
- 11.8** Cuantitativamente transferir la muestra (fase líquida y sólida) rápidamente al VMC. Asegurar el filtro y las mallas de soporte en la brida superior del equipo y asegurar esta brida al cuerpo del VMC de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Apretar todos los aditamentos del VMC y colocar el equipo en la posición vertical (con la brida de entrada y salida de gases en el fondo).

Si más del 1% del peso de la muestra original se adhirió, el recipiente usado para transferirla al VMC, determinar el peso de este residuo y restar del peso de la muestra determinado según el numeral 11.4 de esta norma, para calcular el peso efectivo de la muestra que será filtrada.

Conecte una línea de gas a la válvula de entrada y salida de gases (brida inferior) y con la válvula de entrada y salida de líquidos (brida superior) abierta, comenzar a aplicar presión suavemente de 0,07 - 0,7 Kg/cm² o más si es necesario para eliminar el volumen muerto del equipo. Al aparecer líquido en la válvula de entrada y salida de líquidos, cerrar rápidamente la válvula y quitar la presión.

11.8.1 Si la filtración del residuo a 4°C reduce la cantidad de líquido filtrado comparada con la que se obtendría filtrada a temperatura ambiente, permitir que la muestra alcance la temperatura ambiente en el equipo antes de efectuar la filtración.

11.8.2 Si el residuo es 100 % sólido incrementar lentamente la presión a un máximo de 3,5 Kg/cm², para eliminar la mayor cantidad de espacio muerto del equipo y proseguir según el numeral 11.12 de esta norma.

11.9 Unir el recipiente de recolección de filtrado, previamente pesado según el numeral 11.1 de esta norma, a la válvula de entrada y salida de líquidos y abrir la válvula. Comenzar aplicando presión suave de 0,07 - 0,7 Kg/cm² para pasar la fase líquida al recipiente recolector. Si no hay paso de líquido en 2 minutos, incrementar lentamente la presión en intervalos de 0,7 Kg/cm² hasta un máximo de 3,5 Kg/cm². Cuando se alcance esta presión y no se produzca un filtrado adicional en el período de 2 minutos, detener la filtración. Cerrar la válvula de entrada y salida de líquidos, eliminar la presión al pistón, desconectar y pesar el recipiente de recolección de filtrado.

11.10 El material en el VMC se define como la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.

11.10.1 Si el residuo original contenía menos 0,5% de sólidos secos, este filtrado se define como extracto PECT y es analizado directamente. Proseguir según el numeral 11.15 de esta norma.

11.11 La fase líquida puede analizarse inmediatamente o preservarse a 4 °C y un máximo de 14 días con el mínimo volumen muerto.

Determinar el peso del reactivo de extracción 1 a adicionar al VMC, como sigue:

Peso (11.4 ó 11.8)	20 *% de sólidos * peso de la muestra filtrada del	reactivo	=
de extracción		100	

- 11.12** Procedimiento: Con el VMC en la posición vertical, conectar una línea a la válvula de entrada y salida de líquidos. Esta línea debe llenarse con el reactivo de extracción y eliminar las burbujas. Liberar la presión de gas en el pistón VMC (por medio de la válvula de entrada y salida de gas), abrir la válvula de entrada y salida de líquidos y comenzar a transferir el reactivo de extracción al VMC. Continuar presionando el reactivo de extracción, hasta que la cantidad apropiada haya sido introducida al equipo.
- 11.13** Después de añadir el reactivo de extracción, cerrar inmediatamente la válvula de entrada y salida de líquidos y desconectar la línea del reactivo de extracción. Revisar el VMC para asegurar que todas las válvulas están cerradas. Girar el equipo manualmente de arriba a bajo 2 a 3 veces. Regresar el VMC a la posición vertical con la válvula de entrada y salida de líquidos en la parte de arriba. Presurizar a 0,035 - 0,7 Kg/cm² y abrir lentamente la válvula de entrada y salida de líquidos para desplazar cualquier volumen muerto que pueda haber sido introducido al agregar el reactivo de extracción. Este sangrado deberá hacerse repetidamente y detenerse en cuanto aparezca líquido en la válvula.
- 11.14** Colocar el VMC en el aparato de agitación rotatorio y gire a 30 +/- 2 RPM durante 18 +/- 2 horas. La temperatura debe mantenerse a 22 +/- 3 °C durante la agitación.
- 11.15** Después de las 18 +/- 2 horas de agitación, comprobar la presión en el pistón del VMC, abriendo y cerrando rápidamente la válvula de entrada y salida de gases y observando el escape de gas. Si la presión no ha sido mantenida (es decir, ya no hay escape de gas) el equipo tiene fugas, se debe repetir la extracción con una nueva muestra. Si la presión dentro del equipo se mantuvo, el material en el recipiente de extracción se separa de nuevo en sus componentes líquido y sólido. Si el residuo contenía una fase líquida inicial, el líquido puede filtrarse directamente en el mismo recipiente de recolección de filtrados (por ejemplo, la bolsa TEDLAR) que contiene la fase líquida inicial. Se debe usar recipiente de recolección de filtrado separados, si forman fases múltiples o si no tiene capacidad suficiente. Filtrar a través del filtro de fibra de vidrio usando el aparato VMC como se describe en el numeral 11.9 de esta norma. Todos los extractos deberán filtrarse y colectarse en las bolsas TEDLAR.

- 11.16** Si el residuo original no contenía inicialmente fase líquida, el líquido filtrado obtenido del numeral 11.15 de esta norma, se define como el extracto PECT. Si el residuo contenía una fase líquida inicial, ésta, más el líquido filtrado obtenido son definidos como el extracto PECT.
- 11.17** Después de la recolección del extracto PECT, prepararlo inmediatamente para análisis o preservar con volumen muerto mínimo a 4 °C hasta que se vaya a analizar. Efectuar el análisis de acuerdo a los métodos analíticos apropiados. Si se van a analizar separadamente (es decir, no son miscibles), determinar el volumen de las fases individuales, realizar los análisis y combine los resultados matemáticamente, usando un promedio volumen - peso y empleando la ecuación que establece el numeral 10.15.3 de esta norma.
- 11.18** Compare la concentración de los constituyentes en el extracto PECT con los niveles máximos permisibles señalados en la Norma NB 758.

12 REQUISITOS DE CONTROL

Los procedimientos descritos anteriormente deberán cumplir con los siguientes requisitos de control:

- 12.1** Anotar todos los datos en registros y formatos adecuados y tenerlos siempre disponibles para su consulta e inspección.
- 12.2** Realizar por lo menos un ensayo en blanco (usando el mismo reactivo de extracción que se usa para la muestra) por cada 20 extracciones que se lleven a cabo en un mismo recipiente de extracción.
- 12.3** Preparar una matriz con testigo (es decir una muestra con una composición equivalente a la que se va a realizar, a la que se ha agregado una cantidad conocida de (o los) constituyente(s) tóxico(s) que esta(n) en estudio) para cada tipo de residuo (por ejemplo: lodos del tratamiento de aguas residuales, suelos contaminados, etc) excepto cuando el resultado exceda el nivel permitido y los datos se emplean únicamente para demostrar que las propiedades del residuo exceden el nivel permitido.
- 12.3.1** Analizar una matriz con testigo por cada lote. La desviación tipo calculada en el análisis de la matriz con testigo se debe emplear para corregir los valores obtenidos.
- 12.3.2** Seguir las indicaciones proporcionadas por cada método analítico sobre las adiciones a la matriz con testigo.
- 12.3.3** Agregar los testigos después de la filtración del extracto PECT y antes de su conservación.

Los testigos no deberán agregarse antes de la extracción PECT de la muestra.

12.4 Agregar en la mayoría de los casos los testigos en una concentración equivalente a la del nivel permisible. Si la concentración del constituyente tóxico es menor que la mitad del nivel permitido, la concentración del testigo puede ser tan baja como la mitad de la concentración, pero no debe ser menor que 5 veces el límite de detección del método.

12.4.1 Agregar los testigos a un volumen igual al del extracto PECT que se analizó con t estigo, a fin de evitar diferencias debidas al efecto de la matriz.

12.4.2 El propósito de la matriz con testigo es dar seguimiento a la aplicación de los métodos usados y determinar cuando existe una interferencia debido a la matriz.

12.4.3 El uso de otros métodos de calibración internos, modificaciones a los métodos analíticos o el uso de métodos analíticos alternativos pueden ser necesarios cuando la recuperación del testigo es menor de lo determinado por el método analítico.

12.5 La recuperación a partir de una muestra con testigo se calcula mediante la fórmula siguiente:

$$\% R = \frac{(X_s - X_u)}{K} \quad 100$$

donde:

testigo X_s = valor determinado para la matriz con
testigo X_u = valor determinado para la muestra sin
testigo K = valor conocido de testigo en la matriz

12.6 Los valores determinados se corrigen por medio de la desviación tipo usando la fórmula siguiente:

$$X_c = \frac{X_u}{\%R} \quad 100$$

donde:

testigo X_c = valor corregido
testigo X_u = valor determinado para la muestra sin

12.7 Se deben de seguir todas las medidas de control descritas en el método analítico apropiado.

12.8 Las muestras deben ser sometidas a una extracción PECT dentro de los siguientes períodos:

TIEMPOS MAXIMOS PARA RETENCION DE MUESTRAS (DIAS)

	DE LA RECOLECCION EN CAMPO AL LABORATORIO	DEL LABORATORIO A LA PREPARACION PARA LA EXTRACCION	DE LA PREPARACION PARA LA EXTRACCION DE LA DETERMINACION ANALITICA	TIEMPO OCUPADO TOTAL
VOLATILES	14	NA	14	28
SEMIVOLATILES	14	7	40	61
S	28	NA	28	56
MERCURIO	180	NA	180	360
METALES EXCEPTO MERCURIO				

NA = No Aplicable

12.8.1 Los tiempos de retención de las muestras, los valores obtenidos serán conocidos como concentraciones mínimas.

12.8.2 No es aceptable un análisis con un tiempo de retención mayor cuando se establece que un residuo no excede el nivel permitido.

12.8.3 El tiempo de retención excedido no invalidará la caracterización del residuo que exceda el nivel permitido.

13 VIGILANCIA

Las Secretarías Sectoriales a través del Ministerio de Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente, es la autoridad competente para vigilar el cumplimiento de la presente norma técnica boliviana.

14 SANCIONES

El incumplimiento de la presente norma técnica boliviana será sancionado conforme a lo dispuesto en la Ley No. 1333 de Medio Ambiente, su Reglamentación y demás disposiciones legales aplicables.

15 BIBLIOGRAFIA

- Code of Federal Regulations, Ud 40, Part 260, 1991, USA (Código Federal de Regulaciones, Vol. 40 Parte 260, 1991 Estados Unidos de América).
- Giral, J. Barnes F., Ramirez, A. Ingeniería de Procesos Químicos apropiados para países en desarrollo, UNAM. México.
- Identificación of priority chemicals in hazardous wastes, WHO, Regional Office for Europe, Environmental Resources, LTA, 1990; USA.
- Registro Internacional de Tóxicos Químicos Potenciales, Génova, 1992.
- Sittig, M. How to remove pollutants and toxic materials from air and water. A practical guide. Noyes Data Corporation, 1977, USA.