



## PROTOCOLO DE MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA SUELOS Y LODOS

Universidad de Concepción Facultad de de Agronomía Chillán.  
Erick Zagal<sup>1</sup>, Angélica Sadzawka R<sup>2</sup>

Elaborado con la participación de la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo por encargo del Servicio Agrícola y Ganadero.

**2007**

<sup>1</sup> Universidad de Concepción, Facultad de Agronomía, Chillán

<sup>2</sup> Miembro Comisión de Normalización y Acreditación, Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo.

## INTRODUCCIÓN

El presente documento contiene el protocolo de métodos para los análisis físicos y químicos de lodos y de suelos receptores de lodos como parte del producto generado dentro de un convenio Marco de Cooperación entre la Universidad de Concepción y El Servicio Agrícola y Ganadero específicamente en Carta Anexa N° 2 suscrita el año 2007, cuyo objetivo final se centra en dar cumplimiento al futuro reglamento de manejo de lodos provenientes de plantas de tratamiento de aguas servidas.

Cabe destacar que en la generación de este producto la Universidad de Concepción contó con la asesoría de la experta Angélica Sadzawka y la participación de Erick Zagal, María Adriana Carrasco, Rolando Demanet, Hugo Flores, Renato Grez, Pedro Hernández, María de Luz Mora, Alexander Reaman y Gisela Romeny todos integrantes de la Comisión de Normalización y Acreditación (CNA), de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo, la que fue creada para desarrollar un Programa de Normalización de Técnicas y de Acreditación de Laboratorios para el análisis de suelos y de tejidos vegetales.

A continuación se presentan cada uno de los métodos seleccionados, los que quedaron a disposición de los laboratorios participantes en las rondas interlaboratorios realizadas posteriormente en el año 2008 y 2009.

Los análisis requeridos por cada matriz son:

**Lodos:** conductividad eléctrica, pH y contenidos de agua, sólidos totales, sólidos volátiles, materia orgánica, arsénico, cadmio, cinc, cobre, mercurio, níquel, plomo y selenio.

**Suelos:** conductividad eléctrica, pH y contenidos de agua, arena, materia orgánica, arsénico, cadmio, cinc, cobre, mercurio, níquel, plomo y selenio.

Los procedimientos del muestreo y de la conservación, tanto de los lodos como de los suelos, no son considerados en esta publicación, por lo que se asume que la muestra que se recibe ha sido recolectada usando un plan de muestreo orientado a garantizar su representatividad para los propósitos del análisis.

La determinación de los contenidos totales de metales en lodos y suelos requiere de dos etapas: digestión de las muestras y determinación propiamente tal. Para la digestión existen varios métodos, pero en este libro se describen solamente dos: digestión con ácido nítrico-ácido perclórico y digestión con ácido nítrico asistido con microondas. En cuanto a los métodos de determinación de los metales requeridos por el Proyecto Reglamento, se han seleccionado solamente los métodos por espectrofotometría de absorción atómica incluyendo las técnicas de llama, de horno de grafito y de vapor frío.

En general, no se incluyen advertencias con respecto a la seguridad, porque se asume que los analistas están debidamente capacitados para manejar materiales y reactivos peligrosos. Tampoco se incluyen referencias con respecto al impacto que los procedimientos descritos puedan tener en el medio ambiente, aunque se sabe que los desechos de un laboratorio pueden ser muy dañinos para éste. Por lo tanto, se recomienda a los usuarios a tomar las medidas necesarias con el fin de minimizar tales efectos.

## TABLA DE CONTENIDO

	Página
<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>2</b>
<b>1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA .....</b>	<b>5</b>
1.1 Lodos.....	5
1.2 Suelos.....	8
<b>2 AGUA Y SÓLIDOS TOTALES .....</b>	<b>11</b>
2.1 Secado a 105°C±5°C (lodos y suelos).....	11
<b>3 SÓLIDOS VOLÁTILES.....</b>	<b>16</b>
3.1 Calcinación a 550°C (lodos) .....	16
<b>4 pH .....</b>	<b>19</b>
4.1 Suspensión y determinación potenciométrica (lodos y suelos).....	19
<b>5 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA.....</b>	<b>24</b>
5.1 Extracto 1:5 y determinación por conductivimetría (lodos y suelos).....	24
<b>6 MATERIA ORGÁNICA .....</b>	<b>28</b>
6.1 Calcinación a 550°C (lodos y suelos) .....	28
<b>7. DIGESTIONES.....</b>	<b>32</b>
7.1. Con ácido nítrico-ácido perclórico (lodos y suelos) .....	32
7.2 Con ácido nítrico asistido con microondas (lodos y suelos).....	35
<b>8 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA .....</b>	<b>39</b>
8.1 General .....	39
8.2 Llama de aire – acetileno por aspiración directa.....	50
8.3 Técnica del horno de grafito o electrotérmica.....	54
<b>9 METALES.....</b>	<b>60</b>
9.1 Arsénico .....	60
9.1.1 EAA electrotérmica (lodos y suelos).....	60
9.2 Cadmio .....	64
9.2.1 EAA electrotérmica (lodos y suelos).....	64
9.3 Cinc.....	68
9.3.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos) .....	68
9.4 Cobre .....	72
9.4.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos) .....	72
9.5 Mercurio .....	76
9.5.1 EAA – Técnica del vapor frío (lodos y suelos) .....	76
9.6 Níquel .....	81

9.6.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos) .....	81
9.7 Plomo .....	85
9.6.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos) .....	85
9.8 Selenio .....	89
9.8.1 EAA electrotérmica (lodos y suelos).....	89
<b>10TEXTURA (suelos) .....</b>	<b>93</b>
10.1 Hidrómetro .....	93
10.2 Clase textural .....	99
<b>11ARENA (suelos).....</b>	<b>101</b>
11.1 Gravimetría .....	101

# 1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

## 1.1 Lodos

### 1 Principio y alcance

- 1.1 El objetivo de la preparación es homogeneizar la muestra de lodo para ser usada en los análisis químicos y físicos. Normalmente, los lodos tienen una humedad que puede dificultar la obtención de una muestra representativa. Por lo tanto, deben secarse y molerse para reducir la variabilidad de las submuestras a usarse en los análisis. El secado se realiza a una temperatura no superior a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y luego la muestra se muele hasta que pase por un tamiz de 2 mm de apertura. Tanto el secado como la molienda deben realizarse usando equipos y materiales que no liberen elementos que serán analizados en las muestras.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

### 2 Preservación de las muestras

- 2.1 Las muestras deben mantenerse refrigeradas a  $4^{\circ}\text{C}$  hasta el análisis.

### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Recipientes de plástico, porcelana, acero o sílice de 500 mL o 1 litro de capacidad.
- 3.2 Láminas de plástico.
- 3.3 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura no superior a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ .

#### Nota 1

Es recomendable usar un desodorante en la estufa para evitar la diseminación de olores.

- 3.4 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, con orificios de 2 mm.
- 3.5 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, con orificios de 0,5 mm.
- 3.6 Mortero y pistilo de porcelana.
- 3.7 Mortero y pistilo de ágata.
- 3.8 Bolsas con cierre hermético o frascos de plástico de 500 mL y 20 mL de capacidad, con tapa, para almacenar las muestras.

### 4 Procedimiento

- 4.1 Homogeneizar bien la muestra recibida.
- 4.2 Sacar una alícuota de la muestra y determinar pH según el Método 4.1.
- 4.3 Sacar otra alícuota de la muestra y determinar el contenido de agua y sólidos totales según el Método 2.1.
- 4.4 Colocar una fracción de la muestra en un recipiente (3.1) cubierto interiormente con una lámina de plástico (3.2).

#### Nota 2

La cantidad de muestra que se debe secar debe ser la suficiente como para obtener entre 200 g y 500 g de muestra seca.

#### Nota 3

Almacenar la muestra remanente en un frasco hermético y congelar a  $-4^{\circ}\text{C}$ , como contramuestra.

- 4.5 Si es necesario, disgregar los terrones con una espátula.
- 4.6 Secar en una estufa (3.3) a no más de  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  hasta obtener una muestra que se pueda moler y tamizar fácilmente.

- 4.7 Si se encuentran materiales inertes como plástico, vidrio, caucho y/o piedras, pesar la muestra ( $m_m$ ), remover los materiales inertes con una pinza, pesarlos ( $m_i$ ) y almacenarlos para un posible análisis futuro.
- 4.8 Tamizar la muestra a través del tamiz de 2 mm (3.4). La fracción que no pasa por el tamiz se muele en un mortero (3.6) y se tamiza nuevamente.
- 4.9 Para el análisis del contenido total de metales, moler en un mortero de ágata (3.7) alrededor de 5 g a 10 g de muestra <2 mm y pasarla **totalmente** a través de un tamiz de 0,5 mm (3.5).

**Nota 4**

La molienda de lodos puede generar polvo dañino para la salud. Por lo tanto debe trabajarse bajo campana y con máscara protectora.

- 4.10 Envasar las muestras preparadas y almacenarlas refrigeradas a 4°C por un período máximo de un mes. Si se estima un período mayor, almacenar congeladas a -4°C.

**Nota 5**

Tener especial cuidado de evitar la contaminación cruzada, lavando prolijamente los materiales con detergente, abundante agua potable y agua destilada. Luego secarlos con aire caliente antes de preparar una nueva muestra.

## 5 Cálculos

- 5.1 Si se requiere, calcular la proporción de materiales inertes, según:

$$\text{Materiales inertes (\%)} = \frac{m_i}{m_m} \times 100$$

donde:

$$\begin{aligned} m_i &= \text{masa, en g, de los materiales inertes} \\ m_m &= \text{masa, en g, de la muestra seca a } 40^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C} \end{aligned}$$

**Nota 5**

La proporción de los materiales inertes se utiliza en el cálculo de las concentraciones de los componentes de la muestra total.

## 6 Bibliografía

- 6.1 CPCB (Central Pollution Control Board). 2000. Manual on sampling, analysis and characterisation of hazardous waste. Chapter 4. Sample preparation methods for analysis of hazardous wastes. Revisado el 9 de septiembre de 2007 en: <http://www.cpcb.nic.in/New%20Item/Manual/ch-4.pdf>.

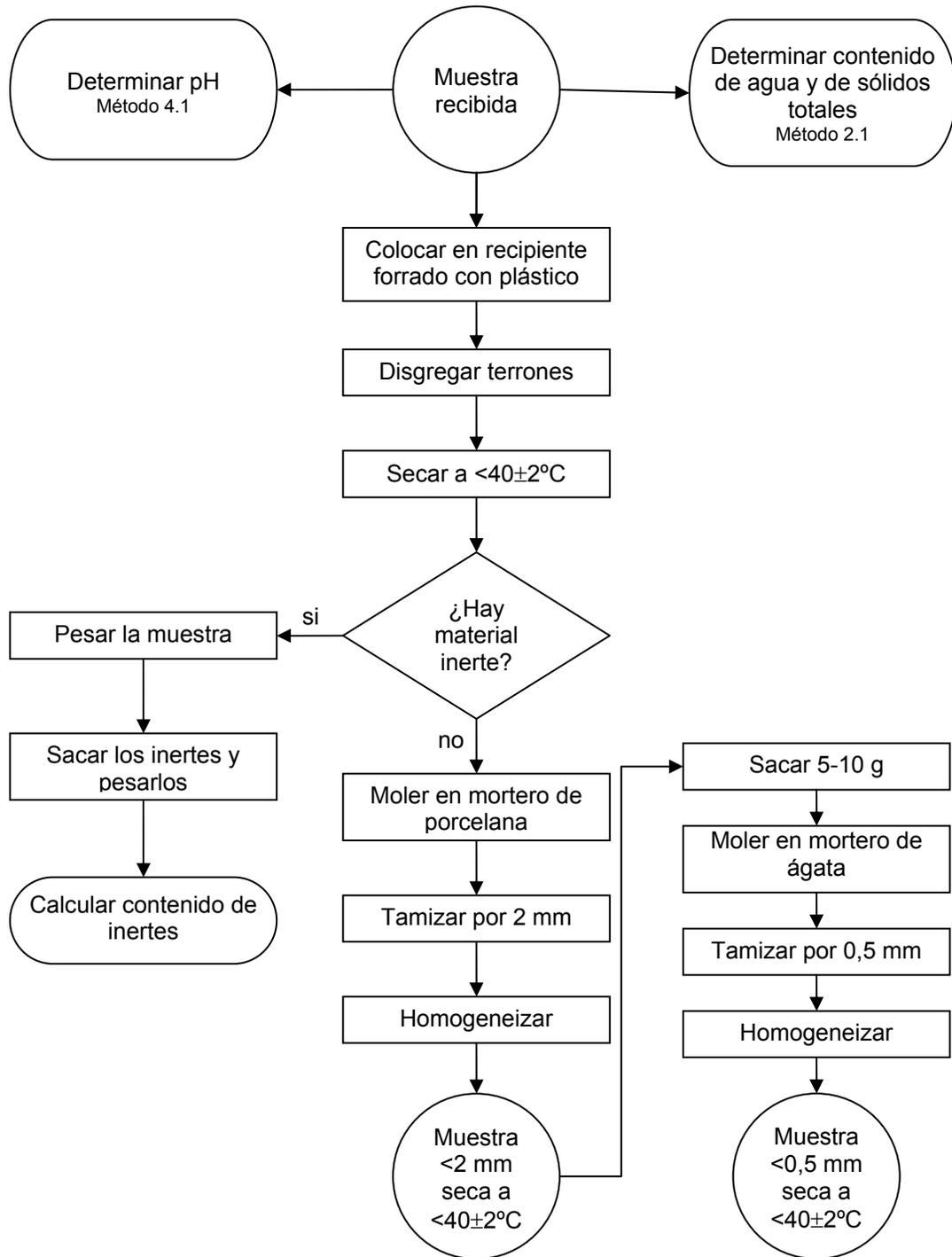


Figura 1.1-1. Diagrama de flujo del Método 1.1.

# 1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

## 1.2 Suelos

### 1 Principio y alcance

- 1.1 El objetivo de la preparación es homogeneizar la muestra de suelo para ser usada en los análisis químicos y físicos. Estos análisis generalmente se realizan en la fracción fina de suelo (<2 mm), la cual se ha secado a una temperatura no superior a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ , hasta masa constante, constituyendo lo que se denomina "suelo seco al aire". Las ventajas de usar el suelo seco al aire consisten en que generalmente posee un contenido de humedad óptimo para manipularlo y procesarlo, la masa de suelo seco al aire permanece relativamente constante y la actividad microbiana es baja durante el almacenaje.

#### Nota 1

El secado de la muestra en una estufa a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  es preferible al secado a temperatura ambiente porque el aumento en la velocidad de secado limita los cambios debidos a la actividad microbiana.

- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de suelos.

### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Martillo de madera o de otra superficie suave, o tapón de goma.  
2.2 Bandejas.  
2.3 Láminas de plástico.  
2.4 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  (no indispensable).  
2.5 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, con orificios de 2 mm.  
2.6 Mortero y pistilo de porcelana.  
2.7 Bolsas o frascos de plástico con tapa para almacenar las muestras.  
2.8 Mortero y pistilo de ágata.  
2.9 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, de orificios de 0,5 mm o de otro tamaño especificado en el método de análisis.

### 3 Procedimiento

- 3.1 Homogeneizar bien la muestra de terreno, disgregando los terrones manualmente o mediante presión con un martillo de madera o un tapón de goma (2.1), eliminando las piedras y los residuos vegetales de mayor tamaño tales como raíces gruesas.

#### Nota 2

En el caso de suelos arcillosos, secar previamente la muestra hasta alcanzar un grado de humedad que permita una fácil desintegración de los terrones.

- 3.2 Separar una fracción de al menos 500 g de la muestra de terreno (en adelante muestra de laboratorio o simplemente muestra de suelo), esparcirla sobre una bandeja (2.2) cubierta con una lámina de plástico (2.3). El espesor de la capa de muestra no debe ser superior a 15 mm.  
3.3 Secar la muestra al aire, dejando la bandeja en un ambiente ventilado libre de contaminación, o bien en estufa (2.4) a una temperatura no superior a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ , hasta que la pérdida de masa no sea mayor del 5% en 24 horas.  
3.4 Tamizar la muestra a través del tamiz de 2 mm (2.5). Los terrones que no pasan por el tamiz se disgregan (no se muelen) en un mortero (2.6) y se tamizan nuevamente. Los fragmentos orgánicos y grava que permanecen en el tamiz se eliminan, a menos que se requiera conocer el porcentaje de grava.  
3.5 La muestra de fracción <2 mm se homogeniza y se almacena en una bolsa o frasco plástico (2.7) y constituye la muestra de suelo seco al aire que se somete a los procedimientos analíticos usuales. El remanente de la muestra de terreno se almacena en una bolsa plástica y permanece como contramuestra.

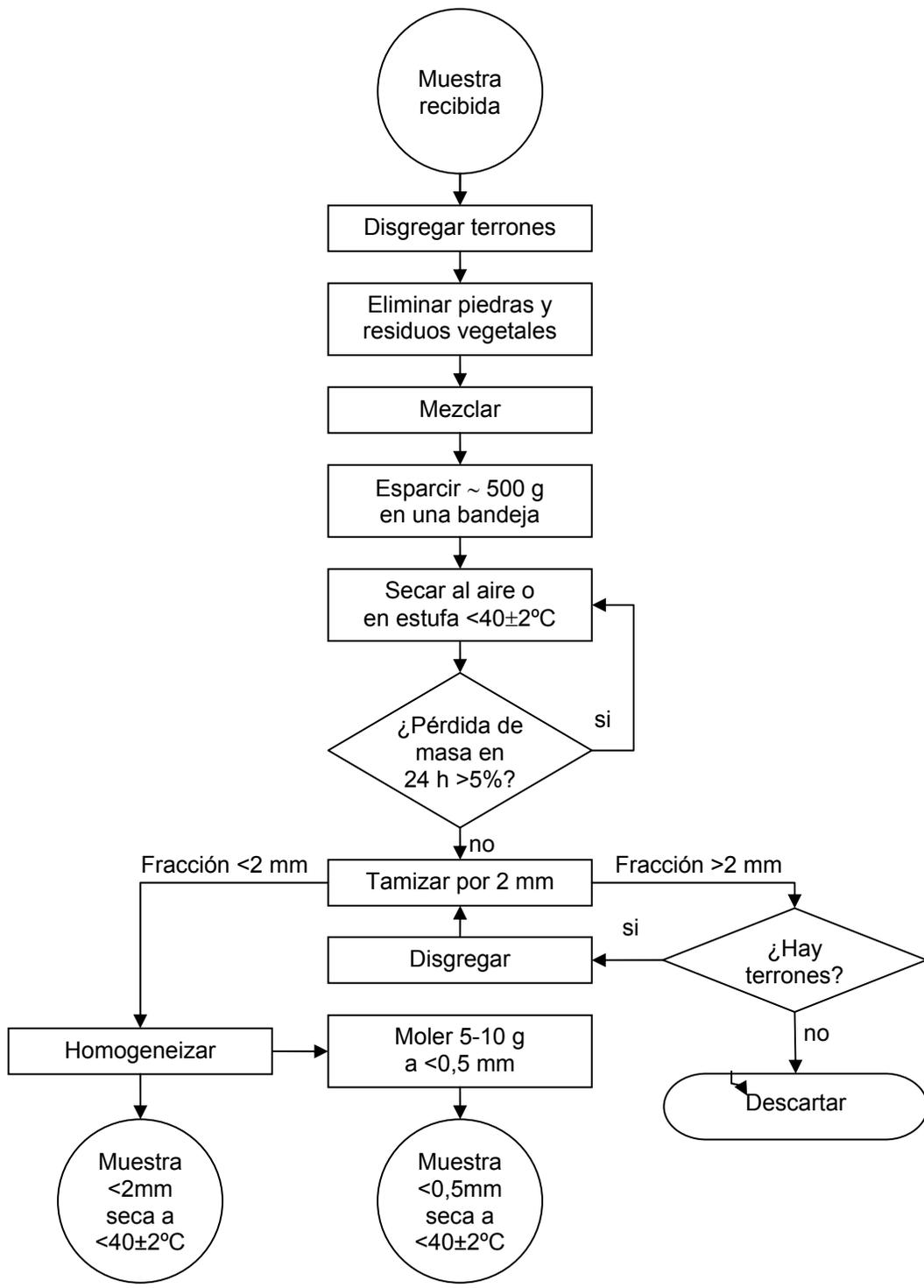
**Nota 3**

Si la cantidad de muestra es excesiva para almacenarla, obtener una submuestra mediante el sistema de cuarteo. Para ello, esparcir la muestra formando una capa delgada, dividirla en cuatro porciones iguales, combinar dos de las cuatro porciones diagonales, descartando las otras dos. Repetir este procedimiento hasta obtener la cantidad deseada de muestra de suelo.

- 3.6 Para el análisis del contenido total de metales, moler en un mortero de ágata (2.8) alrededor de 5 a 10 g de muestra <2 mm y pasarla **totalmente** a través de un tamiz de 0,5 mm (2.9)

**4 Bibliografía**

- 4.1 ISO 11464. 1994. Soil quality. Pretreatment of samples for physico-chemical analyses. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 9 p.
- 4.2 Sadzawka R., A, M.A. Carrasco R., R. Grez Z., M.L. Mora G., H. Flores P. y A. Neaman. 2006. Métodos de análisis de suelos recomendados para los suelos de Chile. Revisión 2006. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 34, Santiago, Chile, 164 p.



**Figura 1.2-1.** Diagrama de flujo del Método 1.2.

## 2 AGUA Y SÓLIDOS TOTALES

### 2.1 Secado a 105°C±5°C (lodos y suelos)

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra de lodo tal como se recibió, la muestra de lodo secado a 40°C±2°C y la muestra de suelo secado a 40°C±2°C se secan a una temperatura de 105°C ± 5°C hasta masa constante. La fracción remanente corresponde al contenido de sólidos totales y la fracción evaporada, al contenido de agua.

##### Nota 1

Se asume que la pérdida de masa del suelo o del lodo a 105°C ± 5°C es agua; sin embargo, en algunos materiales, una parte del contenido orgánico se descompone a esa temperatura y en otros, algunos minerales, como el yeso, pierden agua de cristalización.

- 1.2 Los valores del contenido de agua de las muestras secadas a 40°C±2°C se usan para corregir los resultados de los análisis que dependen de la masa, a una base común de lodo o suelo seco a 105°C±5°C.
- 1.3 Este método es aplicable a todos los tipos de suelos y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Estufa para secado, de preferencia con ventilación forzada de aire, capaz de mantener una temperatura de 105°C ± 5°C.
- 2.2 Recipientes de metal o vidrio con tapa hermética, capacidad de 25 a 100 mL.
- 2.3 Desecador con un agente secante activo.
- 2.4 Balanza de precisión con una exactitud de 0,01 g.

#### 3 Procedimiento

- 3.1 Pesar en un recipiente con tapa (2.2), seco y pre-pesado:
- 3.1.1 25 g a 50 g (exactitud 0,01 g) de lodo tal como se recibió homogenizado, o
- 3.1.2 10 g a 20 g (exactitud 0,01 g) de lodo seco a 40°C±2°C y <2 mm (Método 1.1), o
- 3.1.3 10 g a 20 g (exactitud 0,01 g) de suelo seco a 40°C±2°C y <2 mm (Método 1.2).
- 3.2 Colocar en la estufa (2.1) y secar destapado a 105°C±5°C hasta masa constante.

##### Nota 2

Se entiende por masa constante a la masa alcanzada cuando, durante el proceso de secado, la diferencia entre dos pesadas sucesivas de la muestra fría, con un intervalo de 4 horas entre ellas, no excede del 0,1 % de la última masa determinada. Para la mayoría de las muestras, 16 a 24 horas son suficientes para alcanzar una masa constante.

- 3.3 Retirar de la estufa, tapar y enfriar en desecador (2.3).
- 3.4 Sacar del desecador y pesar inmediatamente con una exactitud de 0,01 g.

##### Nota 3

Terminado el análisis, la muestra residual de lodo tal como se recibió puede usarse para determinar el contenido de sólidos volátiles (Método 3.1) y/o de materia orgánica (Método 6.1).

#### 4 Cálculos

##### 4.1 Lodos

- 4.1.1 Calcular el contenido de agua del lodo, expresado en porcentaje en base a la muestra tal como se recibió, según:

$$\text{Agua del lodo tal como se recibió (\%)} = \frac{a - b}{a - c} \times 100$$

donde:

- a = masa en g del lodo tal como se recibió (3.1.1) + recipiente  
b = masa en g del lodo seco a 105°C±5°C + recipiente  
c = masa en g del recipiente

- 4.1.2 Calcular el contenido de sólidos totales del lodo, expresado en porcentaje en base a la muestra tal como se recibió, según:

$$\text{Sólidos totales (\%)} = \frac{b - c}{a - c} \times 100$$

donde:

- a = masa en g del lodo tal como se recibió (3.1.1) + recipiente  
b = masa en g del lodo seco a 105°C±5°C + recipiente  
c = masa en g del recipiente

- 4.1.3 Calcular el contenido de agua del lodo seco a 40°C±2°C, expresado en porcentaje en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Agua del lodo seco a } 40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C (\%)} = \frac{d - e}{e - f} \times 100$$

donde:

- d = masa en g del lodo seco a 40°C±2°C (3.1.2) + recipiente  
e = masa en g del lodo seco a 105°C±5°C + recipiente  
f = masa en g del recipiente

- 4.1.4 Calcular el factor de corrección por humedad ( $F_{h_{\text{lodo}}}$ ) según:

$$F_{h_{\text{lodo}}} = \frac{100 + \text{Agua (\%)}}{100}$$

donde:

- Agua (%) = contenido de agua del lodo seco a 40°C±2°C (4.1.3)

#### **Nota 4**

El factor de corrección por humedad,  $F_{h_{\text{lodo}}}$ , se usa para expresar resultados en base a lodo seco a 105°C±5°C. Para ello, se multiplican por  $F_{h_{\text{lodo}}}$  los resultados de los análisis que dependen de la masa y que se han determinado en el lodo seco a 40°C±2°C.

## **4.2 Suelos**

- 4.2.1 Calcular el contenido de agua del suelo seco a 40°C±2°C, expresado en porcentaje en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Agua del suelo seco a } 40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C} (\%) = \frac{g-h}{h-i} \times 100$$

donde:

- g = masa en g del suelo seco a 40°C±2°C (3.1.3) + recipiente  
h = masa en g del suelo seco a 105°C±5°C + recipiente  
i = masa en g del recipiente

4.2.2 Calcular el factor de corrección por humedad ( $F_{h_{\text{suelo}}}$ ) según:

$$F_{h_{\text{suelo}}} = \frac{100 + \text{Agua} (\%)}{100}$$

donde:

- Agua (%) = contenido de agua del suelo seco a 40°C±2°C (4.2.1)

#### Nota 5

El factor de corrección por humedad,  $F_{h_{\text{suelo}}}$ , se usa para expresar resultados en base a suelo seco a 105°C±5°C. Para ello, se multiplican por  $F_{h_{\text{suelo}}}$  los resultados de los análisis que dependen de la masa y que se han determinado en el suelo seco a 40°C±2°C.

## 5 Informes

- 5.1 Informar el resultado obtenido en 4.1.1, en porcentaje sin decimales, como:  
Contenido de agua del lodo =... %, en base a la muestra tal como se recibió
- 5.2 Informar el resultado obtenido en 4.1.2, en porcentaje sin decimales, como:  
Sólidos totales del lodo =... %, en base a la muestra tal como se recibió

#### Nota 6

Normalmente, no se informan los contenidos de aguas ni los factores de corrección por humedad de las muestras secas a 40°C±2°C.

## 6 Repetibilidad

La repetibilidad de las mediciones, en duplicados separados, del contenido de agua en los suelos secos a 40°C±2°C debería satisfacer las condiciones dadas en el Cuadro 2.1-1 (ISO 11465).

**Cuadro 2.1-1. Repetibilidad**

Contenido de agua %	Variación aceptable
≤ 4,0	0,2 %
> 4,0	0,5 %

## 7 Bibliografía

- 7.1 ISO 11465. 1993. Soil quality. Determination of dry matter and water content on a mass basis - Gravimetric method. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 3p.
- 7.2 Sadzawka R., A, M.A. Carrasco R., R. Grez Z., M.L. Mora G., H. Flores P. y A. Neaman. 2006. Métodos de análisis de suelos recomendados para los suelos de Chile. Revisión 2006. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 34, Santiago, Chile, 164 p.
- 7.3 USDA (United States Department of Agriculture). 1996. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 3.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 693 p.

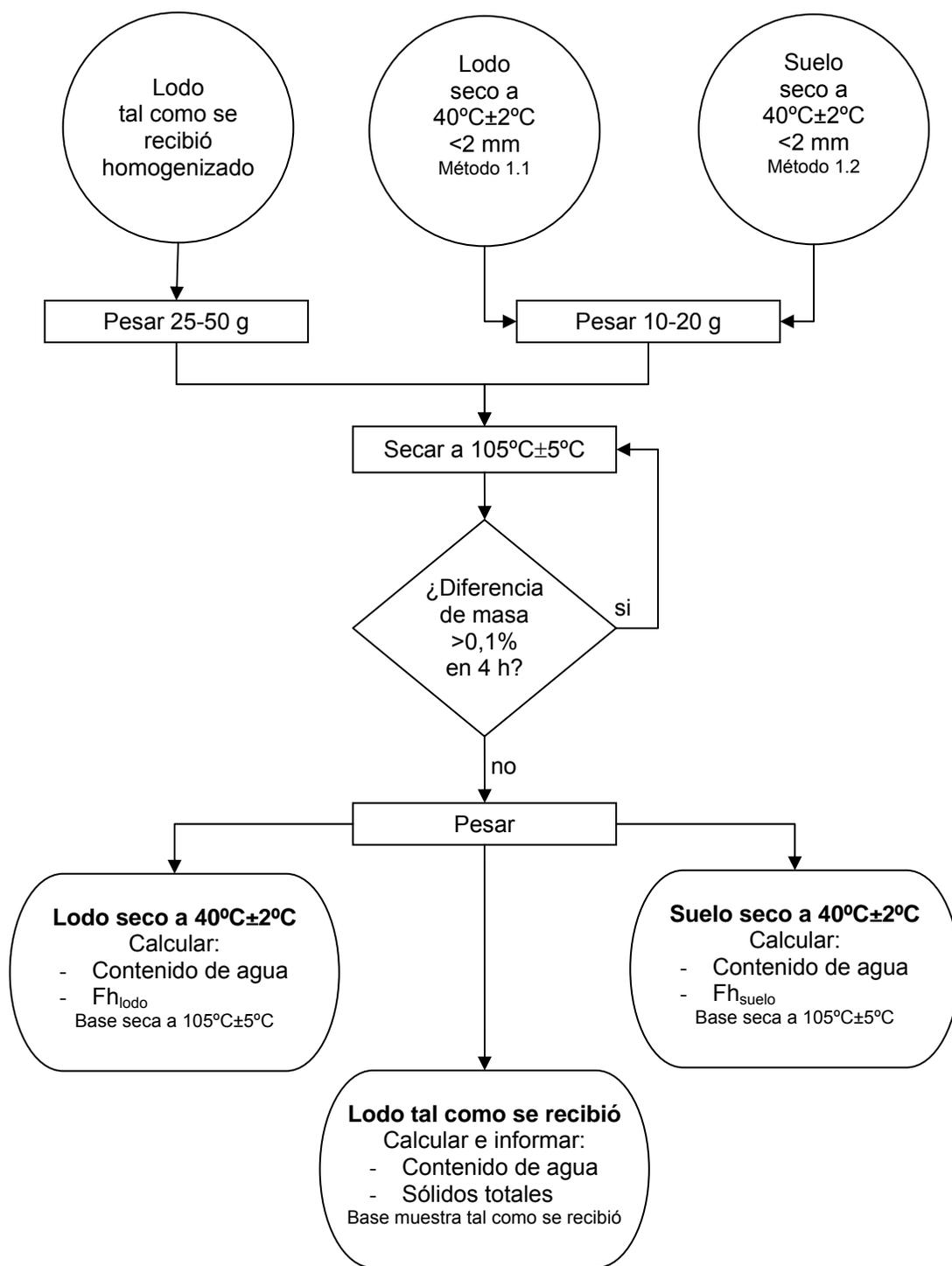


Figura 2.1-1. Diagrama de flujo del Método 2.1.

### 3 SÓLIDOS VOLÁTILES

#### 3.1 Calcinación a 550°C (lodos)

##### 1 Principio

- 1.1 El residuo de la determinación del contenido de agua en la muestra de lodo tal como se recibió (Método 2.1) se calcina a 550°C hasta masa constante. Los sólidos remanentes corresponden a los sólidos fijos, mientras que la pérdida de masa a los sólidos volátiles.
- 1.2 Este método es aplicable a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

##### 2 Interferencias

- 2.1 La determinación de bajas concentraciones de sólidos volátiles en presencia de altas concentraciones de sólidos fijos puede estar sujeta a un error considerable.
- 2.2 Los residuos altamente alcalinos pueden reaccionar con la sílice de la muestra o de las cápsulas que contienen sílice.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Mufla que permita operar a 550°C.
- 3.2 Desecador con un agente secante activo.

##### 4 Procedimiento

- 4.1 Introducir en la mufla el recipiente con el residuo seco a 105°C±5°C del lodo tal como se recibió, proveniente del Método 2.1, punto 3.4.
- 4.2 Lentamente subir la temperatura a 550°C. Mantener la temperatura durante 2 h y luego lentamente disminuirla hasta menos de 200°C.
- 4.3 Sacar, colocar en el desecador (3.2) y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.
- 4.4 Pesar y registrar la masa con una exactitud de 0,01 g.

###### Nota 1

Las determinaciones de los duplicados deben estar dentro del 5% de su valor promedio.

##### 5 Cálculos

- 5.1 Calcular los sólidos volátiles, expresados en porcentaje en base a la muestra tal como se recibió, según:

$$\text{Sólidos volátiles (\%)} = \frac{a - b}{m} \times 100$$

donde:

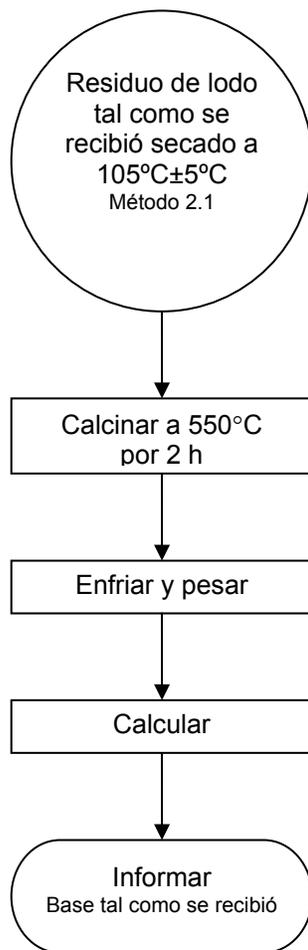
- |   |   |   |
|---|---|---|
| a | = | masa, en g, del residuo + recipiente, antes de la calcinación (Método 2.1, punto 3.4) |
| b | = | masa, en g, del residuo + recipiente, después de la calcinación (4.4)                 |
| m | = | masa, en g, de lodo tal como se recibió (Método 2.1, punto 3.1)                       |

##### 6 Informes

- 6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.1, en % con un decimal, como:  
Sólidos volátiles = ... %, en base a la muestra tal como se recibió

## **7 Bibliografía**

- 7.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 2540E. Fixed and volatile solids ignited at 550°C. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p. 2-59.



**Figura 3.1-1.** Diagrama de flujo del Método 3.1.

## 4 pH

### 4.1 Suspensión y determinación potenciométrica (lodos y suelos)

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 Se prepara una suspensión de lodo tal como se recibió, o de suelo seco a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2$  mm, con agua en una proporción muestra:agua de 1:2,5, y en el sobrenadante se determina el valor del pH- $\text{H}_2\text{O}$ , con un medidor de pH.

##### Nota 1

La determinación de pH en lodos debe realizarse tan pronto como sea posible.

- 1.2 Este método es aplicable a todos los tipos de suelos (excepto a los suelos orgánicos) y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

##### Nota 2

En suelos orgánicos aumentar la relación muestra:agua a 1:5.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Agitador o varillas de vidrio o de plástico.  
2.2 Medidor de pH con ajuste de pendiente y control de temperatura.  
2.3 Electrodo de vidrio y de referencia o electrodo combinado.  
2.4 Termómetro.  
2.5 Recipientes de vidrio o plástico de al menos 100 mL de capacidad.

#### 3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 ( $\text{CE} \leq 0,5$  mS/m a  $25^{\circ}\text{C}$ ) y con un pH  $> 5,6$ .

- 3.1 Soluciones tampones de pH 4,00, 7,00 y 9,22 (o similares).  
Disponibles en el comercio

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Pesar en un recipiente (2.5):  
4.1.1 20 g (exactitud 1 g) de lodo tal como se recibió (Método 1.1, punto 4.2), o  
4.1.2 20 g (exactitud 1 g) de suelo seco a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2$  mm (Método 1.2).  
4.2 Agregar 50 mL de agua a una temperatura entre  $20^{\circ}\text{C}$  y  $25^{\circ}\text{C}$ .  
4.3 Agitar vigorosamente la suspensión durante 5 min usando el agitador (2.1) y dejar reposar al menos 2 h pero no más de 24 h.  
*Alternativa:* Agitar en forma manual y periódicamente durante 2 h, con la ayuda de una varilla de vidrio o de plástico.  
4.4 Calibrar el medidor de pH siguiendo las instrucciones del fabricante y usando dos soluciones tampones, la de pH 7,00 y una de las siguientes: pH 4,00 o pH 9,22, dependiendo del rango de pH de las muestras.  
4.5 Si los electrodos no cuentan con termocompensador, medir la temperatura de la suspensión y cuidar que no difiera en más de  $1^{\circ}\text{C}$  de la temperatura de las soluciones tampones que deben estar a una temperatura de  $20^{\circ}\text{C}$  a  $25^{\circ}\text{C}$ .  
4.6 Agitar la suspensión e introducir los electrodos (2.3).  
4.7 Leer el pH una vez estabilizada la lectura y anotar el valor con dos decimales.

##### Nota 3

La lectura puede considerarse estable cuando el pH medido en un período de 5 s varía en no más de 0,02 unidades. El tiempo requerido para la estabilización generalmente es de 1 min o menos, pero puede depender de numerosos factores, incluyendo:

- el valor del pH (en suelos alcalinos es más difícil alcanzar la estabilización de la lectura del pH);
- la calidad y antigüedad del electrodo de vidrio;
- las diferencias de pH entre las muestras de una serie;
- la mezcla mecánica de la suspensión antes de la medición de pH puede ayudar a lograr lecturas estables en un menor tiempo.

#### Nota 4

En las muestras con alto contenido de materia orgánica y/o arcilla puede ocurrir el efecto de suspensión. En los suelos calcáreos la suspensión puede adsorber dióxido de carbono. En estas circunstancias y en los suelos con bajos contenidos de sales solubles es difícil alcanzar un pH estable.

## 5 Informes

- 5.1 Informar las lecturas obtenidas en 4.7, sin unidades con un decimal, como:  
 - pH-H<sub>2</sub>O, relación 1:2,5 =

## 6 Repetibilidad

- 6.1 La repetibilidad de los análisis de pH-H<sub>2</sub>O de suelos, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-1.

**Cuadro 4.1-1.** Repetibilidad\* de la determinación de pH-H<sub>2</sub>O de suelos.

Muestra Nº	Nº de laboratorios participantes	Nº de resultados aceptados	Media	Desviación estándar de la repetibilidad (s <sub>r</sub> )	Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	Límite de repetibilidad (r = 2,8 x s <sub>r</sub> )
1	19	38	4,77	0,02	0,4	0,06
2	22	44	4,93	0,05	0,9	0,13
3	17	34	5,12	0,02	0,4	0,05
4	22	44	5,37	0,04	0,7	0,11
5	21	42	5,40	0,03	0,5	0,08
6	23	46	5,56	0,07	1,2	0,19
7	20	38	5,64	0,03	0,5	0,08
8	16	32	5,75	0,04	0,8	0,12
9	15	30	7,54	0,03	0,4	0,09
10	19	38	7,72	0,03	0,4	0,09
11	22	44	7,75	0,04	0,5	0,10
12	20	40	7,99	0,03	0,3	0,07
13	10	20	8,53	0,02	0,2	0,05

\* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

## 7 Reproducibilidad

7.1 La reproducibilidad de los análisis de pH-H<sub>2</sub>O de suelos, obtenida por comparación interlaboratorios realizada por la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo (CNA-SCCS), entre 1997 y 2005, se presenta en el Cuadro 4.1-2.

**Cuadro 4.1-2.** Reproducibilidad\* de la determinación de pH-H<sub>2</sub>O de suelos

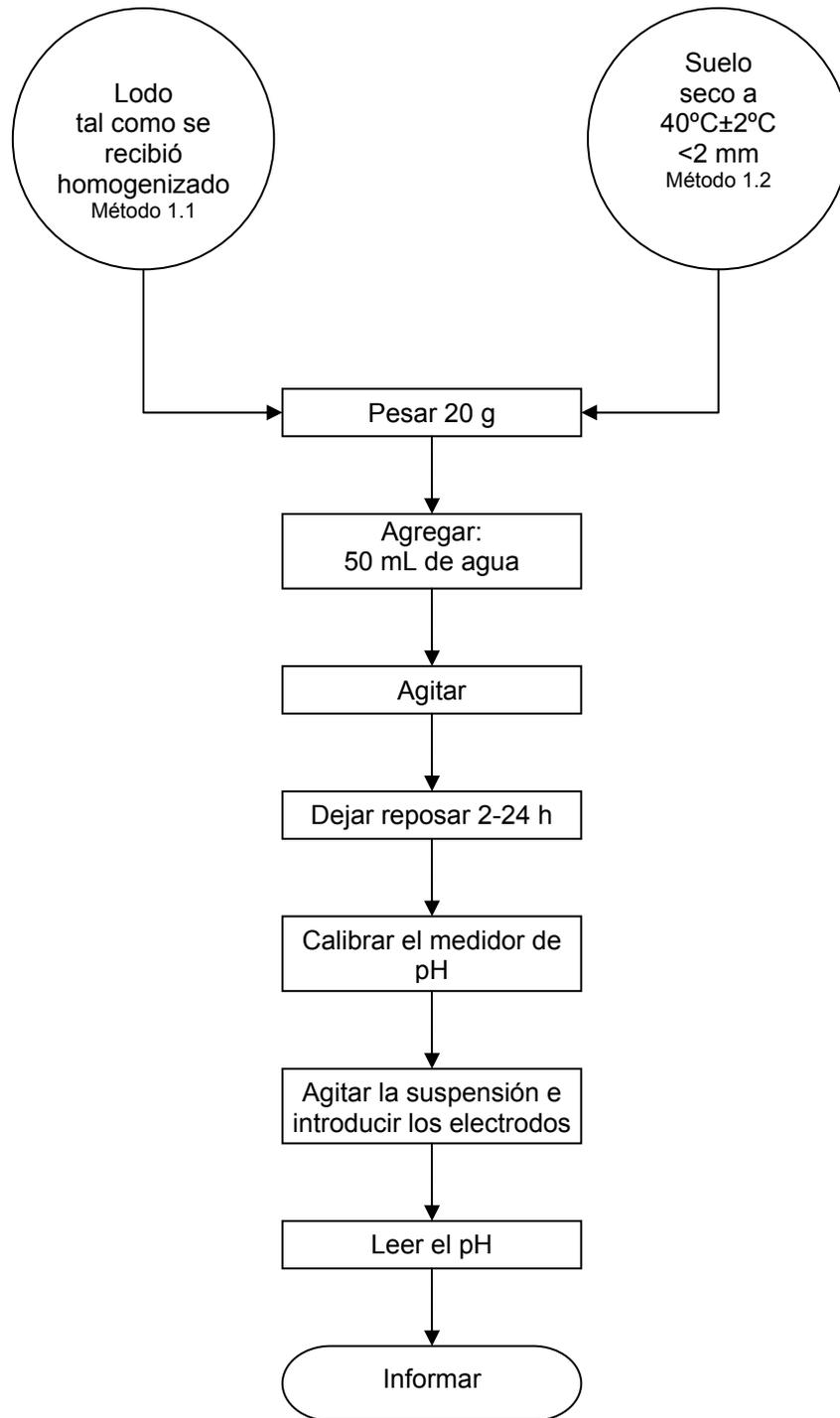
Muestra Nº	Nº de resultados aceptados	Nº de resultados rechazados	Media	Desviación estándar de la reproducibilidad $s_R$	Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	Límite de reproducibilidad $R = 2,8 \times s_R$
1	50	0	4,59	0,14	3,1	0,39
2	38	0	4,77	0,08	1,6	0,21
3	56	1	4,91	0,14	2,9	0,40
4	25	0	4,92	0,14	2,9	0,40
5	76	3	4,94	0,09	1,8	0,25
6	19	0	5,08	0,08	1,6	0,22
7	59	2	5,13	0,12	2,3	0,33
8	83	1	5,17	0,12	2,3	0,33
9	49	0	5,28	0,18	3,5	0,52
10	73	1	5,41	0,09	1,7	0,26
11	62	2	5,41	0,10	1,8	0,28
12	40	0	5,48	0,16	3,0	0,46
13	47	1	5,51	0,11	2,0	0,31
14	51	0	5,57	0,15	2,6	0,41
15	62	2	5,61	0,09	1,6	0,25
16	38	2	5,77	0,20	3,5	0,57
17	19	0	6,77	0,20	3,0	0,56
18	19	0	6,94	0,10	1,4	0,28
19	19	1	7,51	0,12	1,6	0,33
20	46	1	7,55	0,13	1,7	0,35
21	58	0	7,70	0,18	2,3	0,50
22	49	0	7,76	0,16	2,1	0,46
23	11	0	7,92	0,10	1,3	0,28
24	32	0	7,96	0,16	2,0	0,44
25	40	0	7,99	0,12	1,5	0,34
26	40	0	8,06	0,15	1,9	0,43
27	11	0	8,33	0,33	3,9	0,92
28	18	0	8,43	0,13	1,5	0,36
29	33	0	8,49	0,15	1,8	0,43
30	24	1	8,62	0,15	1,9	0,43

\* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 5725-2)

## 8 Bibliografía

- 8.1 AOAC. 1995. Official methods of analysis of AOAC international. 16ª Ed. Volume I. Method 973.04. AOAC International, Virginia, USA.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). 1995. Methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. Method 9045C. Soil and waste pH. SW-846 on line, USA, 5 p.

- 8.3 ISO 5725-2. 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 42 p.
- 8.4 ISO 10390. 1994. Soil quality. Determination of pH. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 8.5 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 8.6 Sadzawka R., A, M.A. Carrasco R., R. Grez Z., M.L. Mora G., H. Flores P. y A. Neaman. 2006. Métodos de análisis de suelos recomendados para los suelos de Chile. Revisión 2006. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 34, Santiago, Chile, 164 p.
- 8.7 Thomas, G.W. 1996. Soil pH and soil acidity. p. 475-490. *In*: Sparks, D.L. (Ed.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical Methods. Number 5 in the Soil Science Society of America Book Series. Soil Science Society of America, Inc., American Society of Agronomy, Inc., Madison, Wisconsin, USA, 1390 p.



**Figura 4.1-1.** Diagrama de flujo del Método 4.1.

## 5 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

### 5.1 Extracto 1:5 y determinación por conductivimetría (lodos y suelos)

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2$  mm de lodo o de suelo se extrae con agua a  $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  en una relación muestra:agua de 1:5 para disolver las sales. En el extracto filtrado se mide la conductividad eléctrica (CE) corregida a  $25^{\circ}\text{C}$ .
- 1.2 Este método es aplicable a todos los tipos de suelos y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases de plástico de base cuadrada, de 150 mL.
- 2.2 Agitador recíproco con ajuste de temperatura a  $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  y lo suficientemente vigoroso como para mantener la suspensión.
- 2.3 Papel filtro de tamaño de poro de  $8\ \mu\text{m}$ .
- 2.4 Conductímetro de exactitud de al menos  $0,01\ \text{dS/m}$  ( $10\ \mu\text{S/cm}$ ) y equipado con corrección automática de temperatura y control de la constante de la celda.

#### 3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 1 según la NCh426/2 ( $\text{CE} \leq 0,2\ \text{mS/m}$  a  $25^{\circ}\text{C}$ ) y con un  $\text{pH} > 5,6$ .

- 3.1 Solución de cloruro de potasio, KCl,  $0,1\ \text{mol/L}$ .  
Disolver  $7,456\ \text{g}$  de cloruro de potasio, KCl, secado a  $105^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas, en agua en un matraz aforado de  $1000\ \text{mL}$  y enrasar con agua.  
La conductividad eléctrica específica de esta solución es  $12,9\ \text{dS/m}$  ( $12,9\ \text{mS/cm}$ ) a  $25^{\circ}\text{C}$ .
- 3.2 Solución de cloruro de potasio, KCl,  $0,02\ \text{mol/L}$ .  
Diluir  $20\ \text{mL}$  de la solución de KCl  $0,1\ \text{mol/L}$  (3.1) a  $100\ \text{mL}$  con agua.  
La conductividad eléctrica específica de esta solución es  $2,77\ \text{dS/m}$  ( $2,77\ \text{mS/cm}$ ) a  $25^{\circ}\text{C}$ .
- 3.3 Solución de cloruro de potasio, KCl,  $0,01\ \text{mol/L}$ .  
Diluir  $10\ \text{mL}$  de la solución de KCl  $0,1\ \text{mol/L}$  (3.1) a  $100\ \text{mL}$  con agua.  
La conductividad eléctrica específica de esta solución es  $1,41\ \text{dS/m}$  ( $1,41\ \text{mS/cm}$ ) a  $25^{\circ}\text{C}$ .

##### Nota 1

Las soluciones de KCl 3.1, 3.2 y 3.3 deben almacenarse herméticamente cerradas en envases de plástico.

##### Nota 2

Pueden usarse soluciones estándares de conductividad eléctrica disponibles en el comercio.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Extracción
  - 4.1.1 Pesar  $20\ \text{g}$  (exactitud  $0,1\ \text{g}$ ) de muestra seca  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2\ \text{mm}$  de lodo (Método 1.1) o de suelo (Método 2.1), en un frasco plástico de  $150\ \text{mL}$  (2.1). Incluir dos blancos.
  - 4.1.2 Agregar  $100\ \text{mL}$  de agua a  $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  y tapar el frasco.
  - 4.1.3 Colocar el frasco en posición horizontal en el agitador (2.2) y agitar durante 30 minutos a  $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ .

##### Nota 3

La velocidad de la agitación debe ser sólo la suficiente para producir y mantener la suspensión. Una agitación más vigorosa puede provocar una excesiva dispersión de la arcilla, dificultando la filtración posterior.

- 4.1.4 Filtrar por papel filtro plegado (2.3) y coleccionar el filtrado.
- 4.2 Determinación de la constante de la celda.
  - 4.2.1 Medir la conductividad eléctrica (CE) de las soluciones de cloruro de potasio (3.1, 3.2, y 3.3) de acuerdo a las instrucciones del fabricante del conductivímetro (2.4).
  - 4.2.2 Calcular, para cada solución de KCl, la constante de la celda según:

$$K = \frac{CE_e}{CE_m}$$

donde:

- K = constante de la celda
- CE<sub>e</sub> = CE específica de una de las soluciones de KCl en dS/m (mS/cm)
- CE<sub>m</sub> = CE medida de la misma solución de KCl en dS/m (mS/cm)

- 4.2.3 Calcular el promedio de los valores de la constante de la celda y ajustar a ese valor la constante de la celda del conductivímetro.

**Nota 4**

La constante de la celda promedio no debe diferir en más de un 5% del valor dado por el fabricante.

- 4.3 Medición de la conductividad eléctrica del filtrado.  
Medir la CE, corregida a 25°C, del filtrado (4.1.4). Anotar los resultados en decisiemens por metro, dS/m, con dos decimales.

**Nota 5**

La conductividad eléctrica de los blancos no debe exceder de 0,01 dS/m (10 µS/cm). Si esto ocurre, repetir la extracción (punto 4.1).

**Nota 6**

La conductividad eléctrica debe medirse en el extracto sin diluir.

**5 Informes**

- 5.1 Informar el resultado obtenido en 4.3, con dos decimales si es <1 dS/m o con tres cifras significativas si es ≥1 dS/m, como:
  - Conductividad eléctrica 1:5 (CE-1:5) = ... dS/m

**6 Repetibilidad**

- 6.1 La repetibilidad de los análisis de CE-1:5 en suelos, obtenida por una comparación interlaboratorios realizada por la Wageningen Agricultural University en 1991 (ISO 11265), se presenta en el Cuadro 5.1-1.

**Cuadro 5.1-1** Repetibilidad\* de la determinación de CE-1:5 en suelos

Muestra Nº	1	2	3	4	5
Nº de laboratorios participantes	26	26	26	26	26
Nº de resultados aceptados	52	52	52	52	50
Media (dS/m)	0,311	0,349	1,17	1,427	6,56
Desviación estándar de la repetibilidad = s <sub>r</sub>	0,011	0,009	0,03	0,017	0,11
Coefficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,4	2,5	2,6	1,2	1,7

Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,030	0,024	0,08	0,048	0,31
--	-------	-------	------	-------	------

\* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 11265)

## 7 Reproducibilidad

- 7.1 La reproducibilidad de los análisis de CE-1:5 en suelos, obtenida por una comparación interlaboratorios realizada por la Wageningen Agricultural University en 1991 (ISO 11265), se presenta en el Cuadro 5.1-2.

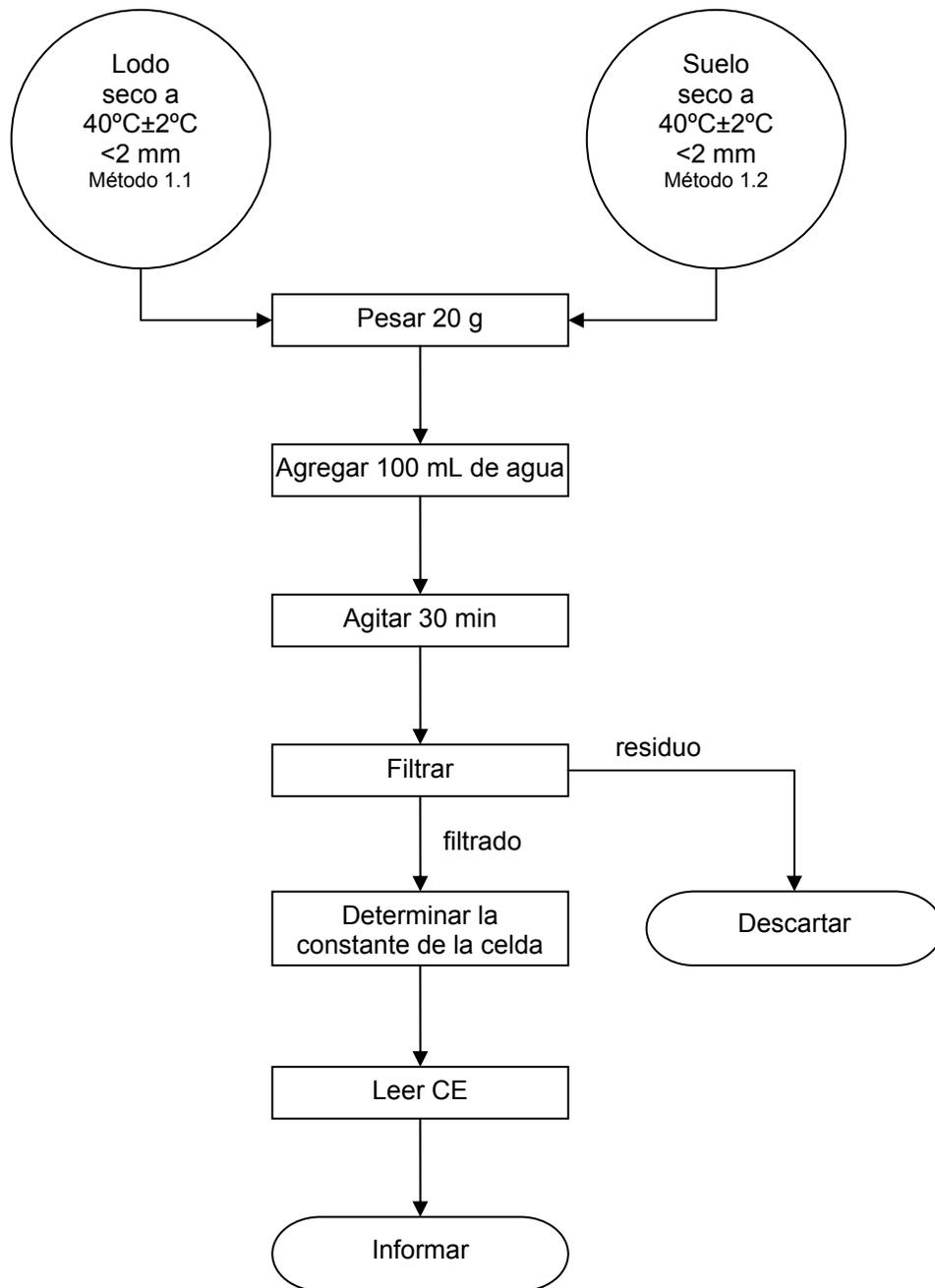
**Cuadro 5.1-2.** Reproducibilidad\* de la determinación de CE-1:5 en suelos

Muestra N°	1	2	3	4	5
N° de laboratorios participantes	26	26	26	26	26
N° de resultados no aceptados	0	0	0	0	2
Media (dS/m)	0,31	0,35	1,17	1,43	6,6
Desviación estándar de la reproducibilidad = $s_R$	0,04	0,08	0,09	0,13	0,6
Coefficiente de variación de la reproducibilidad (%)	13	23	8	9	10
Límite de reproducibilidad = $R = (2,8 \times s_R)$	0,12	0,22	0,25	0,37	1,7

\* Los parámetros se calcularon después de rechazar los valores extraños (ISO 11265)

## 8 Bibliografía

- 8.1 Gartley, K.L. Recommended soluble salts tests. Chapter 10. *In*: Horton, M.L. (Ed.) Recommended soil testing procedures for the northeastern United States. 2<sup>nd</sup> Edition. Northeastern Regional Publication N° 493. Disponible en: [http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil\\_Testing/title-95.htm](http://ag.udel.edu/extension/Information/Soil_Testing/title-95.htm).
- 8.2 ISO 11265. 1994. Soil quality – Determination of the specific electrical conductivity. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 4 p.
- 8.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 8.4 Sadzawka R., A, M.A. Carrasco R., R. Grez Z., M.L. Mora G., H. Flores P. y A. Neaman. 2006. Métodos de análisis de suelos recomendados para los suelos de Chile. Revisión 2006. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 34, Santiago, Chile, 164 p.



**Figura 5.1-1.** Diagrama de flujo del Método 5.1.

## 6 MATERIA ORGÁNICA

### 6.1 Calcinación a 550°C (lodos y suelos)

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 Las muestras de lodos y de suelos, secadas a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ , <2 mm y libre de materiales inertes y de carbonatos, se calcinan a  $550^{\circ}\text{C}$ . Se asume que el material volatilizado es la fracción orgánica.

##### Nota 1

Si la muestra de lodo no contiene carbonatos, se calcula el contenido de materia orgánica a partir de los sólidos volátiles (5.2.1).

- 1.2 Este método es aplicable a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas y a todos los suelos, con excepción de los suelos con predominio de carga variable.

##### Nota 2

Para determinar el contenido de materia orgánica en los suelos con predominio de carga variable puede usarse el Método 7.1 descrito en Sadzawka et al. (2006).

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Crisoles o cápsulas de porcelana, cuarzo o metal de 25-50 mL de capacidad.  
2.2 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de  $100^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ .  
2.3 Desecador con vacío con un agente secante activo.  
2.4 Mufla.

#### 3 Reactivos

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl, 0,05 mol/L.  
Diluir 4 mL de HCl 37% o 5 mL de HCl 32% con agua y llevar a 1 L.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Detectar la presencia de carbonatos agregando gotas de ácido clorhídrico (3.1) a una porción de la muestra seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  de lodo (Método 1.1) o de suelo (Método 1.2).

##### Nota 3

La aparición de burbujas indica presencia de carbonatos.

- 4.2 Alternativas:

4.2.1 La muestra de lodo y/o suelo contiene carbonatos:

4.2.1.1 Colocar entre 10 g y 20 g (exactitud 0,01 g) de muestra seca  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y <2mm de lodo (Método 1.1) o de suelo (Método 1.2) en un crisol o cápsula (2.1) pre-pesado.

4.2.1.2 Agregar ácido clorhídrico (3.1) hasta que cese el burbujeo.

4.2.1.3 Secar en estufa a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$  durante 2 horas.

4.2.2 La muestra de lodo no contiene carbonatos:

4.2.2.1 No continuar el análisis y calcular el contenido de materia orgánica según 5.2.1.

4.2.3 La muestra de suelo no contiene carbonatos:

4.2.3.1 Usar la muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$  después de la determinación del contenido de agua (Método 2.1, punto 3.4).

- 4.3 Colocar en la mufla (2.4) y lentamente subir la temperatura a  $550^{\circ}\text{C}$ . Mantener la temperatura durante 2 h y luego lentamente disminuirla a menos de  $200^{\circ}\text{C}$ .  
4.4 Sacar, colocar en el desecador (2.3) y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.  
4.5 Pesar y registrar la masa con una exactitud de 0,001 g.

## 5 Cálculos

### 5.1 Lodos con carbonatos

5.1.1 Calcular el contenido de materia orgánica en la muestra de lodo que posee carbonatos, en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ , según:

$$\text{Materia orgánica (\%)} = \frac{a - b}{a - c} \times 100 \times Fh_{\text{lodo}}$$

donde:

- a = masa en g de lodo seco a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  (4.2.1.1) + recipiente
- b = masa en g del residuo de calcinación + recipiente
- c = masa en g del recipiente
- $Fh_{\text{lodo}}$  = Factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4)

### 5.2 Lodos sin carbonatos

5.2.1 Calcular el contenido de materia orgánica en la muestra de lodo que no posee carbonatos, en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ , según:

$$\text{Materia orgánica (\%)} = \frac{\text{sólidos volátiles (\%)}}{100 - \text{agua}_{\text{tcsr}} (\%)} \times 100$$

donde:

- sólidos volátiles (%) = valor obtenido por el Método 3.1, punto 5.1
- $\text{agua}_{\text{tcsr}}$  (%) = agua, en %, de la muestra de lodo tal como se recibió (Método 2.1, punto 4.1.1)

### 5.3 Suelos con carbonatos

5.3.1 Calcular el contenido de materia orgánica en la muestra de suelo, en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ , según:

$$\text{Materia orgánica (\%)} = \frac{a - b}{a - c} \times 100 \times Fh_{\text{suelo}}$$

donde:

- a = masa en g de suelo seco a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  (4.2.1.1) + recipiente
- b = masa en g del residuo de calcinación + recipiente
- c = masa en g del recipiente
- $Fh_{\text{suelo}}$  = Factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.2.2)

### 5.4 Suelos sin carbonatos

5.4.1 Calcular el contenido de materia orgánica en la muestra de suelo, en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ , según:

$$\text{Materia orgánica (\%)} = \frac{d - b}{d - c} \times 100$$

donde:

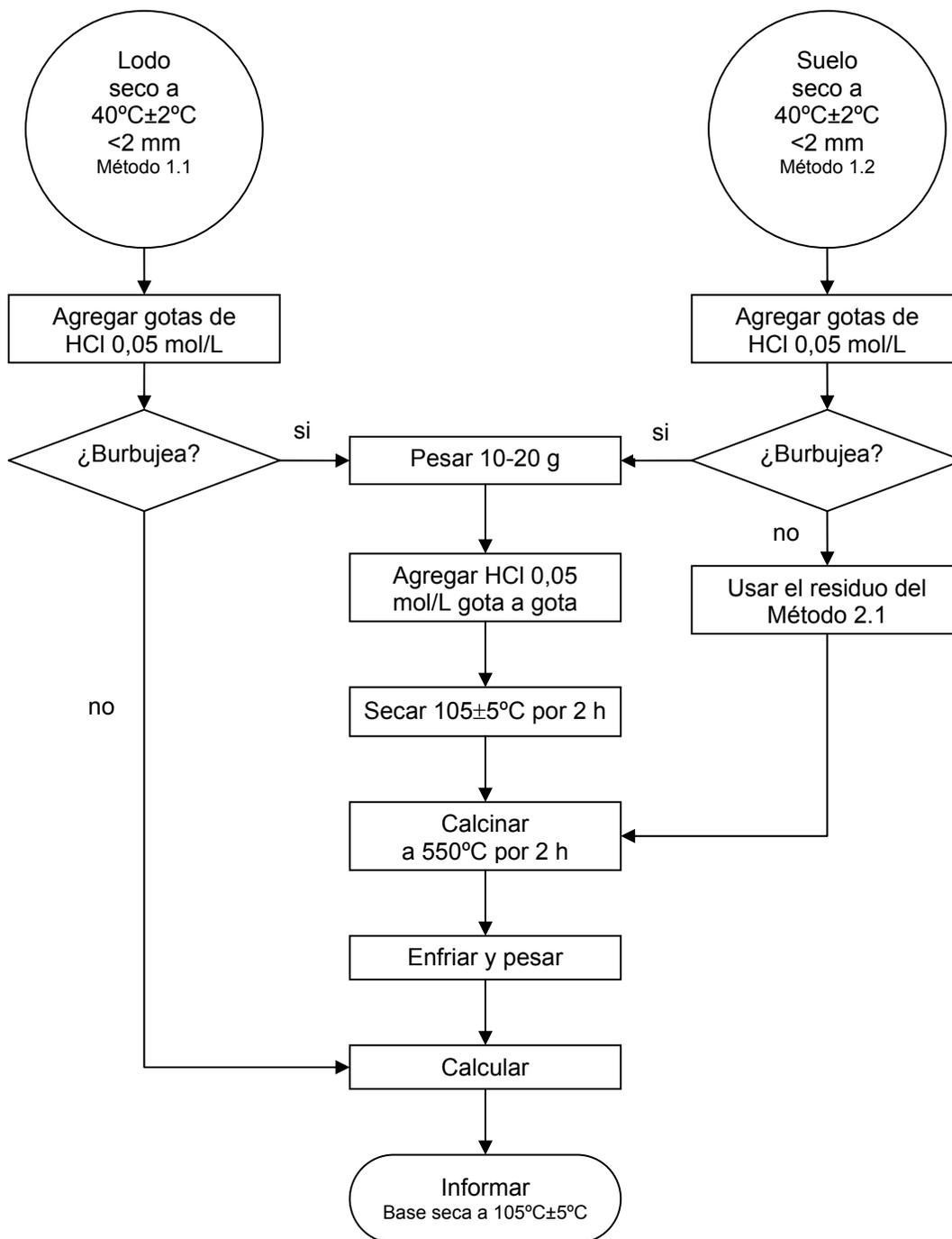
- b = masa, en g, del residuo de calcinación + recipiente
- c = masa, en g, del recipiente
- d = masa, en g, de suelo seco a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$  (Método 2.1, punto 3.4) + recipiente

## **6 Informes**

- 6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1.1 o 5.2.1, con tres cifras significativas, como:  
Materia orgánica del lodo = ... %, en base a muestra seca a 105°C±5°C
- 6.2 Informar el resultado obtenido en 5.3.1 o 5.4.1, con tres cifras significativas, como:  
Materia orgánica del suelo = ... %, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## **7 Bibliografía**

- 7.1 Sadzawka R., A, M.A. Carrasco R., R. Grez Z., M.L. Mora G., H. Flores P. y A. Neaman. 2006. Métodos de análisis de suelos recomendados para los suelos de Chile. Revisión 2006. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Serie Actas INIA N° 34, Santiago, Chile, 164 p.
- 7.2 TMECC Method 05.07. 2001. Organic matter. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, New York, USA.



**Figura 6.1-1.** Diagrama de flujo del Método 6.1.

## 7. DIGESTIONES

### 7.1. Con ácido nítrico-ácido perclórico (lodos y suelos)

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca y molida, de lodo o de suelo, se digiere con ácido nítrico y ácido perclórico. En el digerido se pueden determinar las concentraciones de As, Cd, Cu, Ni, Pb, Se y Zn.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de suelos y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Digestor de tubos.
- 2.2 Tubos de digestión de vidrio de 250 mL de capacidad, con tapones de teflón y tubos refrigerantes para permitir la condensación de vapores.
- 2.3 Discos filtro de tamaño de poro <25 µm.

#### 3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para trazas.

Todas las referencias a "agua" se refieren a agua reactivo que debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 µS/cm (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub> 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido perclórico, HClO<sub>4</sub> 70%, densidad 1,66 kg/L.
- 3.3 Solución para fortificar.

A un matraz aforado de 100 mL agregar:

- alrededor de 50 mL de agua,
- 1 mL de ácido nítrico (3.1),
- 5 ml de solución estándar de 10 mg/L de As (Método 9.1.1, punto 4.4),
- 1 mL de solución estándar de 10 mg/L de Cd (Método 9.2.1, punto 4,6),
- 1 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Zn (Método 9.3.1, punto 4.2),
- 5 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Cu (Método 9.4.1, punto 4.2),
- 5 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Ni (Método 9.6.1, punto 4.2),
- 10 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Pb (Método 9.7.1, punto 4.2),
- 5 mL de solución estándar de 10 mg/L de Se (Método 9.8.1, punto 4.4),
- agua hasta enrasar.

Esta solución para fortificar contiene:

- 500 µg/L de As,
- 100 µg/L de Cd,
- 10 mg/L de Zn,
- 50 mg/L de Cu,
- 50 mg/L de Ni,
- 100 mg/L de Pb y
- 500 µg/L de Se.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 En tubos de digestión (2.2), pesar alrededor de 1 g (exactitud 0,01g) de muestra seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y <0,5 mm de lodo (Método 1.1 punto 4.9), o de suelo (Método 1.2, punto 3.6). Incluir 1 blanco, 1 muestra de referencia fortificada con 2 mL de solución para fortificar (3.3), 1 de las muestras de la tanda fortificada con 2 mL de solución para fortificar (3.3) y 1 duplicado de esta muestra fortificada con 2 mL de solución para fortificar (3.3).
- 4.2 Agregar 25 mL de  $\text{HNO}_3$  100% (3.1) y agitar manualmente el matraz para homogenizar la muestra.
- 4.3 Colocar los tapones de teflón con los refrigerantes.
- 4.4 Digerir a  $60^{\circ}\text{C}$  durante la noche. Mezclar bien.
- 4.5 Digerir a  $120^{\circ}\text{C}$  durante 1 hora. Enfriar, mezclar y remover los refrigerantes.
- 4.6 Calentar a  $140^{\circ}\text{C}$  hasta que quede un volumen de alrededor de 5 mL.
- 4.7 Enfriar a menos de  $60^{\circ}\text{C}$ .
- 4.8 Agregar cuidadosamente 5 mL de  $\text{HClO}_4$  70% (3.2), colocar nuevamente los refrigerantes y digerir a  $220^{\circ}\text{C}$  durante 30 min.

**Nota 1**

El período de predigestión, el uso de refrigerantes y el aumento progresivo del poder oxidante, combinando ácidos y temperaturas, evita la formación de compuesto volátiles de As y Se.

**Nota 2**

No debe usarse ácido perclórico en campanas de extracción de madera por el peligro de explosión.

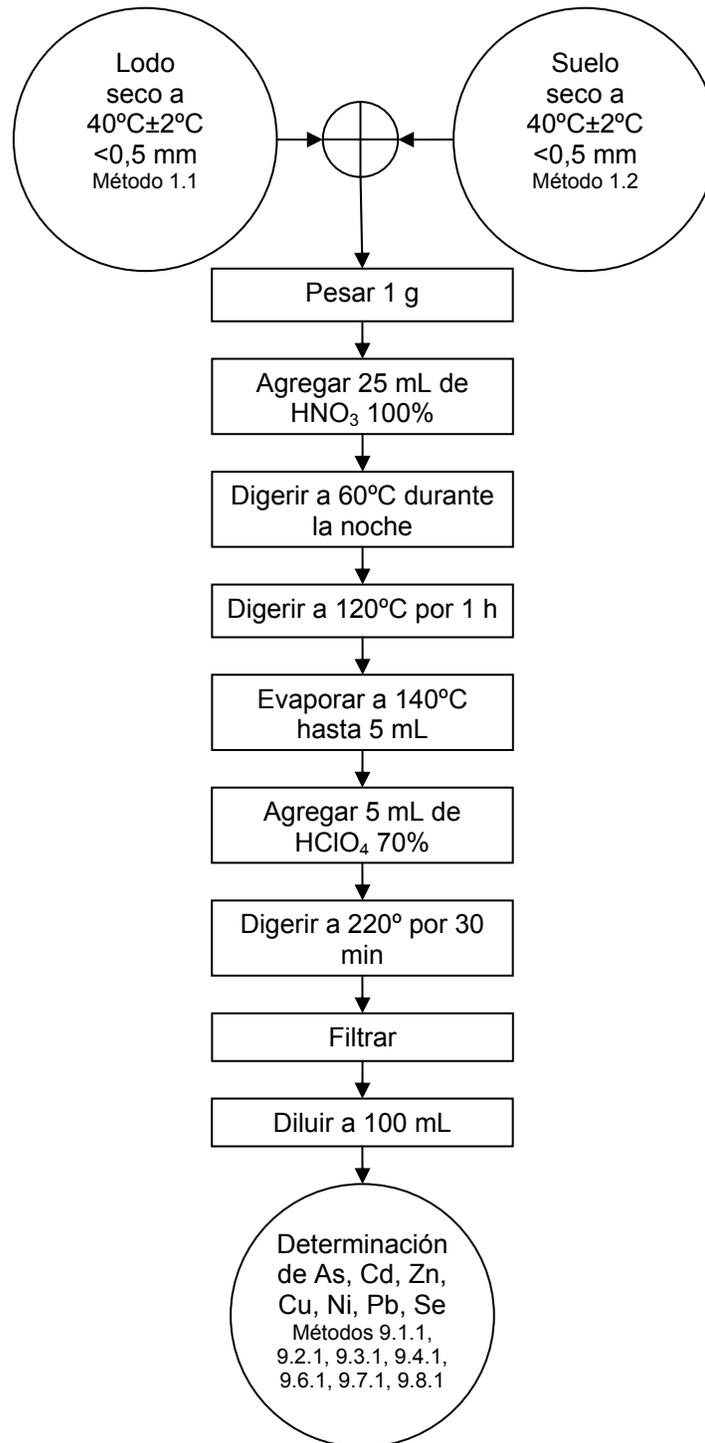
- 4.9 Enfriar y lavar los refrigerantes y las paredes de los tubos con agua.
- 4.10 Filtrar y enrasar con agua a 100 mL.

**Nota 3**

En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de As (Método 9.1.1), Cd (Método 9.2.1), Cu (Método 9.4.1), Ni (Método 9.6.1), Pb (Método 9.7.1), Se (Método 9.8.1) y Zn (Método 9.3.1).

## 5 Bibliografía

- 5.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 5.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). 1996. Method 3050B. Acid digestion of sediments, sludges, and soils. Revision 2. *In*: Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846, Volume 1, Section A, Part I, Chapter 3, 3050B-1 – 3050B-12.
- 5.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 5.4 TMECC Method 04.12. 2002. Digestion techniques. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, New York, USA.
- 5.5 Verlinden, M. 1982. On the acid decomposition of human blood and plasma for the determination of selenium. *Talanta* 29: 875–882.



**Figura 7.1-1.** Diagrama de flujo del Método 7.1.

## 7. DIGESTIONES

### 7.2 Con ácido nítrico asistido con microondas (lodos y suelos)

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca y molida, de lodo o de suelo, se digiere con ácido nítrico usando una unidad de microondas. En el digerido se pueden determinar las concentraciones de: As, Cd, Cu, Hg, Ni, Pb, Se y Zn.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de suelos y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas servidas.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Sistema de digestión de microondas con las siguientes características:
  - potencia de 574 W programable en  $\pm 10$  W,
  - monitoreo y control de la presión o la temperatura,
  - cámara bien ventilada y resistente a la corrosión,
  - componentes eléctricos y electrónicos protegidos contra la corrosión,
  - vasos de digestión recubiertos de Teflón PFA, de 120 mL de capacidad y capaces de resistir presiones de hasta  $15,3 \pm 1,7$  atm ( $225 \pm 25$  psi) y controlar la liberación de presión a presiones que excedan 17,0 atm (250 psi),
  - plato giratorio de velocidad mínima de 3 rpm.
- 2.2 Discos filtro de tamaño de poro  $< 25 \mu\text{m}$

#### 3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza.

Todas las referencias a "agua" se refieren a agua reactivo que debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima  $0,06 - 0,1 \mu\text{S/cm}$  ( $0,006 - 0,01 \text{ mS/m}$ )).

- 3.1 Acido nítrico,  $\text{HNO}_3$ , 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Acido nítrico,  $\text{HNO}_3$ , 1+1.  
Diluir ácido nítrico 100% (3.1) con igual volumen de agua.
- 3.3 Solución para fortificar.

A un matraz aforado de 100 mL agregar:

- alrededor de 50 mL de agua,
- 1 mL de ácido nítrico (3.1)
- 2,5 mL de solución estándar de 10 mg/L de As (Método 9.1.1, punto 4.4),
- 0,5 mL de solución estándar de 10 mg/L de Cd (Método 9.2.1, punto 4.6),
- 0,5 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Zn (Método 9.3.1, punto 4.2),
- 2,5 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Cu (Método 9.4.1, punto 4.2),
- 2,5 mL de solución estándar de 10 mg/L de Hg (Método 9.5.1, punto 3.10),
- 2,5 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Ni (Método 9.6.1, punto 4.2),
- 5 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Pb (Método 9.7.1, punto 4.2),
- 2,5 mL de solución estándar de 10 mg/L de Se (Método 9.8.1, punto 4.4),
- agua hasta enrasar.

Esta solución para fortificar contiene:

- 250  $\mu\text{g/L}$  de As,
- 50  $\mu\text{g/L}$  de Cd,

- 5 mg/L de Zn,
- 25 mg/L de Cu,
- 250 µg/L de Hg,
- 25 mg/L de Ni,
- 50 mg/L de Pb y
- 250 µg/L de Se.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Calibrar el digestor de microondas, siguiendo las instrucciones del fabricante, con el método de calibración de 3 puntos o de múltiples puntos, dependiendo de si la unidad tiene o no una relación lineal exacta y precisa entre la potencia indicada y la potencia absorbida (EPA, 1994; TMECC, 2002).
- 4.2 Limpiar los vasos de digestión calentándolos con ácido nítrico 1:1 (3.2) a una temperatura superior a 80°C, pero sin hervir, por un mínimo de 2 h, lavar con agua y secar en un ambiente limpio.
- 4.3 Lavar todo el material de plástico que tenga contacto con las muestras con ácidos diluidos (alrededor del 10%) apropiados para los plásticos específicos, enjuagar con agua y secar en un ambiente limpio.

##### Nota 1

Es recomendable mantener separados los materiales usados para concentraciones bajas de metales de aquellos usados para concentraciones altas.

- 4.4 Colocar alrededor de 0,2 g (exactitud 0,001 g) de muestra seca 40°C±2°C y <0,5 mm de lodo (Método 1.1 punto 4.9), o de suelo (Método 1.2, punto 3.6), en un vaso de digestión. Incluir 1 blanco, 1 muestra de referencia fortificada con 2 mL de solución para fortificar (3.3), 1 de las muestras de la tanda fortificada con 2 mL de solución para fortificar (3.3) y 1 duplicado de esta muestra fortificada con 2 mL de solución para fortificar (3.3).
- 4.5 Agregar 10 mL (exactitud 0,1 mL) de HNO<sub>3</sub> (3.1) bajo campana y esperar hasta que cese la reacción.
- 4.6 Tapar el vaso y conectar el vaso de rebalse según las instrucciones del fabricante.
- 4.7 Pesar los vasos de digestión con exactitud 0,001 g.
- 4.8 Colocar en el plato giratorio del microondas.

##### Nota 2

Debe completarse la capacidad del microondas. Si el número de vasos es inferior al recomendado, completar con vasos con 10 mL de HNO<sub>3</sub> (3.1) que además sirven de blancos analíticos.

- 4.9 Irradiar con la potencia suficiente para que la temperatura de cada muestra suba a 175°C en menos de 5,5 min y permanezca entre 170 y 180°C durante 4,5 min.
- 4.10 Dejar enfriar por un mínimo de 5 min y sacar los vasos del equipo.
- 4.11 Cuando los vasos alcancen la temperatura ambiente (aprox. 23°C) pesar con una exactitud de 0,001 g. Si la masa ha disminuido más de un 10%, lo que indica pérdida de material, corregir el problema y repetir desde el punto 4.4.
- 4.12 Cuidadosamente destapar los vasos bajo campana, transferir a un matraz aforado de polietileno de 50 mL, lavado con ácido, y enrasar con agua.

##### Nota 3

Si el digerido contiene material en suspensión proceder según una de las siguientes alternativas:

- Centrifugar a 2000-3000 rpm por 10 min, o
- Dejar decantar durante la noche, o
- Filtrar usando un filtro fino y un aparato de filtración prelavado con HNO<sub>3</sub>.

##### Nota 4

En el digerido se pueden determinar las concentraciones de As (Método 9.1.1), Cd (Método 9.2.1), Cu (Método 9.4.1), Hg (Método 9.5.1), Ni (Método 9.6.1), Pb (Método 9.7.1), Se (Método 9.8.1) y Zn (Método 9.3.1).

#### 5 Bibliografía

- 5.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 5.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). 1994. Method 3051. Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. Revision 0. *In*: Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846, Volume 1, Section A, Part I, Chapter 3. 3051-1 – 3051-14.
- 5.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 5.4 TMECC Method 04.12. 2002. Digestion techniques. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, New York, USA.

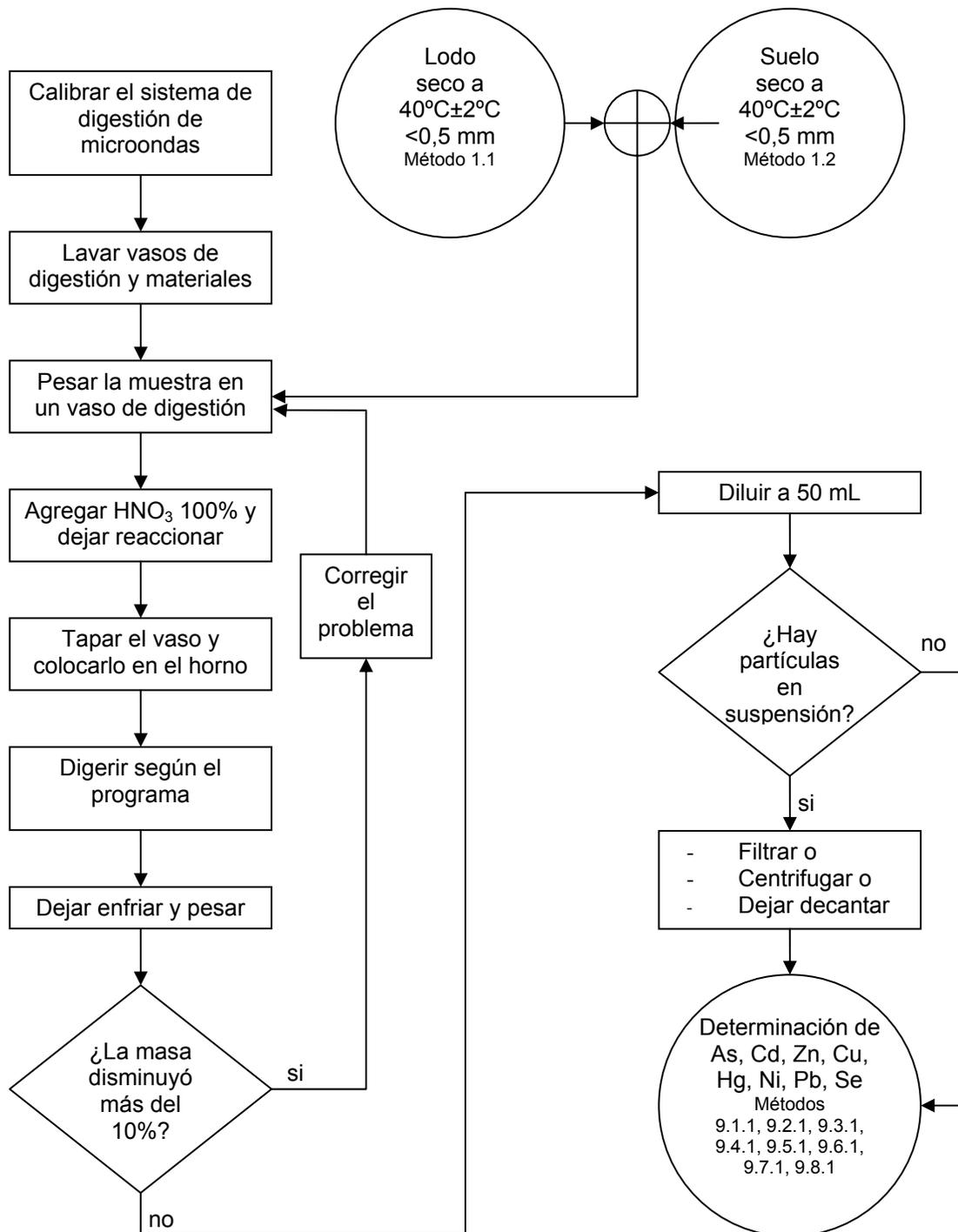


Figura 7.2-1. Diagrama de flujo del Método 7.2.

## 8 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

### 8.1 General

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 En la espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama (aspiración directa) la muestra se aspira y atomiza en una llama. Un rayo de luz proveniente de una lámpara de cátodo hueco, o de una lámpara de descarga, se dirige a través de la llama a un monocromador y a un detector que mide la cantidad de luz absorbida. La absorción depende de la presencia de los átomos libres en la llama. Debido a que la longitud de onda del rayo de luz es característica del elemento que se está determinando, la luz absorbida por la llama es una medida de la concentración del metal en la muestra. En la técnica del horno de grafito o electrotérmica el principio es esencialmente el mismo, excepto que usa un horno, en lugar de la llama, para atomizar la muestra.
- 1.2 La técnica es simple, rápida y aplicable a un gran número de elementos. Pero, aunque se han informado métodos para el análisis de sólidos, está generalmente limitada a elementos en solución. Por lo tanto, para el análisis de metales totales en lodos y suelos se requiere una digestión previa de la muestra.
- 1.3 Los límites de detección, la sensibilidad y los rangos óptimos para el análisis de los metales varían con las matrices y con los modelos de los espectrofotómetros de absorción atómica. Los límites de detección pueden disminuirse usando la técnica del horno de grafito o aumentarse usando una longitud de onda menos sensible o por rotación del mechero. Los límites de detección deben establecerse empíricamente para cada tipo de matriz analizada. Cuando se usa la técnica del horno de grafito, se debe asegurar la validez de los datos examinando las interferencias en cada matriz y, si se detectan, tratarlas con diluciones sucesivas, modificación de la matriz o con el método de adiciones de estándares.
- 1.4 Pueden usarse, además del horno de grafito, procedimientos especiales como el método de la generación de hidruros para As y Se y la técnica del vapor frío para Hg.

#### 2 Interferencias

##### 2.1 Aspiración directa

###### 2.1.1 Interferencia química.

Es la más común y se produce cuando el elemento de interés se encuentra en combinación molecular con otros átomos y la llama no tiene el calor suficiente como para disociar la molécula. Es el caso de la interferencia de fosfato en las determinaciones de Mg, Ca y Ba. Se reduce o elimina con la adición de lantano. Similarmente, la introducción de calcio elimina la interferencia de sílice en la determinación de manganeso. Sin embargo, Si y metales como Al, Ba, Be y V requieren la llama más caliente de óxido nitroso – acetileno para disociar sus moléculas. La llama de óxido nitroso – acetileno también puede ser útil para minimizar la interferencia causada por altas concentraciones de fosfato en la determinación de calcio.

###### 2.1.2 Interferencia por absorción no atómica.

Se debe a la presencia de altas concentraciones de sólidos disueltos en la muestra y se detecta haciendo la medida con una radiación a la que no absorba el elemento de interés. Cuando se analizan muestras con un contenido de sólidos sobre 1%, especialmente si la línea de resonancia principal del elemento de interés está bajo 240 nm, es recomendable usar corrección de fondo (fuente continua, Zeeman o Smith-Hieftje).

###### 2.1.3 Interferencia de ionización.

Se produce cuando la temperatura de la llama es lo suficientemente alta como para eliminar un electrón de un átomo neutro produciendo un ión cargado positivamente. Este tipo de interferencia generalmente se puede controlar agregando a las soluciones de la muestra y de los estándares una concentración alta (1.000 mg/L) de un elemento fácilmente ionizable como K, Na, Li o Cs.

- 2.1.4 Interferencia espectral.  
Ocurre cuando la longitud de onda absorbente de un elemento presente en la muestra pero distinto al de interés, cae en el ancho de la línea de absorción del elemento de interés, causando una sobreestimación de la concentración del elemento. Puede ocurrir un problema similar cuando una impureza metálica en la lámpara de cátodo o en la lámpara multielemental se encuentra también en la solución y cae en el ancho de banda permitido por el *slit*. Puede solucionarse el problema reduciendo el *slit*.
- 2.1.5 Interferencia por viscosidad.  
Las soluciones de las muestras y de los estándares deben monitorearse para detectar diferencias en la viscosidad que puedan alterar la velocidad de aspiración.
- 2.1.6 Interferencia por inestabilidad de los elementos.  
Los elementos no son igualmente estables en el digerido, especialmente si contiene solamente ácido nítrico. Por lo tanto, debe realizarse el análisis tan pronto como sea posible, especialmente en el caso de Sn, Sb, Mo, Ba y Ag.
- 2.2 Horno de grafito.
- 2.2.1 Interferencia química o de matriz.  
Aunque el problema de la formación de óxidos está fuertemente reducido debido a que la atomización ocurre en una atmósfera inerte, esta técnica aún está sujeta a interferencia química, especialmente dependiendo de la composición de la matriz. Para detectar interferencias químicas o de matriz se puede usar la prueba de la dilución (5.5.2). Las muestras que indican interferencias pueden tratarse de una o varias de las siguientes maneras:
- 2.2.1.1 Diluir sucesivamente y reanalizar las muestras para eliminar la formación de óxidos o compuestos.
- 2.2.1.2 Modificar la matriz de la muestra ya sea eliminando los contaminantes y/o estabilizando el elemento. Por ejemplo, adición de nitrato de amonio para eliminar los cloruros alcalinos, adición de fosfato de amonio para reaccionar con el cadmio, mezclar hidrógeno con el gas inerte de purga como agente reductor y ayudante en la disociación molecular.
- 2.2.1.3 Analizar las muestras por el método de las adiciones de estándares (5.7), considerando las precauciones y limitaciones de su uso.
- 2.2.2 Los gases generados en el horno durante la atomización pueden tener bandas de absorción molecular que rodean la longitud de onda analítica. Cuando esto ocurre, usar ya sea corrección de fondo o una longitud de onda alternativa. La corrección de fondo también puede compensar la interferencia por bandas anchas de absorción no específica.
- 2.2.3 La corrección continua de fondo no siempre puede corregir todos los tipos de interferencias de fondo. Cuando esto ocurre, remover químicamente el analito o usar una forma alternativa de corrección de fondo, como la corrección de fondo Zeeman o Smith-Hieftje.
- 2.2.4 Algunas matrices producen humo que puede interferir con el análisis. Para reducir este problema, aumentar el tiempo y la temperatura de carbonización o utilizar un ciclo de calcinación en presencia de aire. Especial cuidado se debe tener para evitar la pérdida de analito.
- 2.2.5 Las muestras que contienen grandes cantidades de materiales orgánicos deben oxidarse, por digestión ácida convencional, antes de colocarlas en el horno. Así, se minimizan las bandas anchas de absorción.
- 2.2.6 Preferir el ácido nítrico en la digestión y solubilización. Si, además, se requiere otro ácido, usar una cantidad mínima. Esto se aplica especialmente al ácido clorhídrico y, en una menor extensión, a los ácidos sulfúrico y fosfórico. Los aniones de estos ácidos interfieren más en el análisis que el ácido nítrico.
- 2.2.7 Los metales pueden formar carburo en el horno (por ejemplo Mo). Cuando esto ocurre, el metal se libera muy lentamente. El Mo puede requerir un tiempo de atomización de 30 segundos o más antes de que la señal regrese a la línea base. La formación de carburo se reduce fuertemente y la sensibilidad aumenta con el uso de grafito pirolíticamente recubierto.

2.2.8 La contaminación y la contaminación cruzada de la muestra son las principales fuentes de error debido a los límites de detección extremos que se alcanzan con el horno. Por lo tanto, debe considerarse:

- Mantener escrupulosamente limpia el área de preparación de las muestras.
- Limpiar todo el material de vidrio según se describe más adelante en 3.8.
- Lavar las puntas de pipeta con ácido nítrico 1+4, agua potable y agua destilada.
- Prestar especial atención a los blancos, tanto en el análisis como en la corrección de los resultados.
- Si el grafito pirolítico se contamina, quemarlo a alta temperatura antes del uso. Puede requerir cinco a diez ciclos de limpieza.

### 3 Equipos y materiales especiales

#### 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica

Instrumento de uno o dos canales, mono o doble haz, con monocromador, detector fotomultiplicador, *slit* ajustable, rango de longitud de onda de 190 a 800 nm.

#### 3.2 Mecheros

Recomendados por el fabricante. Para algunos elementos se requiere un mechero para óxido nítrico.

#### 3.3 Lámparas

Lámparas de cátodo hueco, preferiblemente de un elemento, pero pueden usarse las multielementales. También pueden usarse lámparas de descarga u otro tipo que cumpla los requisitos del método.

#### 3.4 Horno de grafito

Puede usarse cualquier horno capaz de alcanzar la temperatura especificada.

#### 3.5 Visualizador gráfico y registrador

Es recomendable el uso de un registrador para mantener un registro permanente de las condiciones del análisis y poder detectar cualquier problema que se presente.

#### 3.6 Válvulas reductoras de presión

Válvulas adecuadas para mantener los suministros de combustible y oxidante a presiones ligeramente superiores a las de operación.

#### 3.7 Campana de extracción de gases

Campana de extracción de gases, preferiblemente con un extractor de velocidad variable, colocada a 15 cm a 30 cm sobre el mechero.

#### 3.8 Pipetas

Pipetas clase A o micropipeteador con puntas de 5  $\mu$ L a 100  $\mu$ L desechables. Debe monitorearse la limpieza de las puntas cuando se sospecha una contaminación o cuando se usa un paquete nuevo. La exactitud de las pipetas de volumen variable debe verificarse diariamente. Las pipetas clase A pueden usarse para medir volúmenes  $\geq 1$  mL.

#### 3.9 Materiales

Todo el material de vidrio y de plástico debe lavarse siguiendo la secuencia:

- Detergente
- Agua potable
- Ácido clorhídrico 1+1
- Agua potable
- Ácido nítrico 1+1
- Agua potable
- Agua reactivo

### 4 Reactivos

- 4.1 Deben usarse solamente reactivos de grado para elementos traza. Todos los reactivos deben analizarse para demostrar que el *blanco del método* (Nota 1) no contiene el analito de interés sobre el *límite de detección del método* (Nota 2).
- 4.2 Agua reactivo  
Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera. El agua reactivo debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S/cm}$  (0,006 – 0,01 mS/m)).
- 4.3 Combustible y oxidantes  
Acetileno y óxido nitroso (requerido para ciertos análisis) de alta pureza. El aire puede suministrarse desde una línea de aire comprimido, un compresor o un cilindro de aire comprimido. Es recomendable colocar un filtro en la línea para eliminar agua, aceite y partículas.
- 4.4 Soluciones estándares.  
Disponibles en el comercio.

## 5 Control de la calidad

- 5.1 Todos los datos de control de la calidad deben mantenerse y estar disponibles para una fácil referencia e inspección.
- 5.2 En cada tanda de muestras procesadas debe incluirse al menos un *blanco del método* (Nota 1). Si el contenido de analitos de interés es menor que el *límite de detección del método* (Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja para cada analito, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben prepararse y reanalizarse.

### Nota 1

*Blanco del método* es una solución libre de analitos que contiene todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en las muestras y que se somete al procedimiento completo de preparación y análisis. Se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

### Nota 2

*Límite de detección del método* es la mínima concentración de un analito que se puede medir e informar como mayor que cero con un 99% de confianza. Corresponde a la desviación estándar de 8 a 10 repeticiones del blanco multiplicada por el correspondiente estadístico  $t$ -99% de una cola (normalmente este valor se considera igual a 3).

- 5.3 En cada tanda de muestras procesadas debe incluirse al menos una *muestra de control o de referencia interna del laboratorio* (Nota 3) fortificada con cada analito de interés en concentraciones entre el estándar más bajo y el medio. El criterio de aceptación se deriva de los análisis históricos del laboratorio. En ausencia de éstos, se considera una desviación  $\pm 20\%$  del valor fortificado. Después de la obtención de los datos históricos,  $\pm 20\%$  debe ser aún el límite máximo de desviación para expresar aceptabilidad. Si la muestra de control del laboratorio es inaceptable, volverla a procesar. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de control del laboratorio aceptable deben prepararse y reanalizarse.

### Nota 3

*Muestra de control o de referencia interna del laboratorio* es una matriz conocida que se somete al procedimiento completo de preparación y análisis. Esta muestra se incluye en cada tanda de análisis, de manera que el laboratorio dispone de valores históricos de la(s) concentración(es) del o de los analitos de interés. Se usa para documentar el funcionamiento del laboratorio.

- 5.4 En cada tanda de muestras procesadas debe incluirse el menos una *muestra fortificada* y un *duplicado de la muestra fortificada* (Nota 4). Estas muestras se deben fortificar con cada analito de interés en concentraciones entre el estándar más bajo y el medio. El criterio de aceptación se deriva de los análisis históricos del laboratorio. En ausencia de éstos, se considera  $\pm 20\%$  del valor fortificado. Después de la obtención de los datos históricos,  $\pm 20\%$  debe ser aún el límite máximo de desviación para expresar aceptabilidad. Si el sesgo y la precisión están fuera de los límites de

control del laboratorio, o si la recuperación es menor que 80% o mayor que 120%, o si la diferencia relativa es mayor que 20%, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (5.5).

**Nota 4**

*Muestra fortificada* es una alícuota de una muestra de la tanda que se fortifica, antes de la preparación y análisis, con una concentración conocida del o los analitos de interés. Se usa para documentar el sesgo del método en una matriz dada.

*Duplicado de la muestra fortificada* es duplicado de la anterior. Se usa para documentar la precisión y el sesgo de un método en una matriz dada.

5.5 Pruebas de interferencia

5.5.1 Prueba de recuperación (fortificación después de la digestión).

Esta prueba debe realizarse en todas las muestras de una tanda que no cumple los requisitos dados para la muestra fortificada y el duplicado de la muestra fortificada (5.4). La prueba consiste en tomar una alícuota de la muestra digerida y agregar una concentración conocida de analito de manera de aumentar entre 2 y 5 veces la concentración original. Si la concentración final excede el rango lineal del instrumento, puede usarse una fortificación menor. Si todas las muestras de la tanda tienen concentraciones de analito bajo el límite de detección, se fortifican entre los estándares más bajo y medio. Analizar las muestras y calcular la recuperación. Si ésta es menor que 85% o mayor que 115%, debe usarse el método de las adiciones de estándares (5.7) en todas las muestras de la tanda.

5.5.2 Prueba de dilución.

Esta prueba se realiza cuando se sospecha alguna interferencia y la concentración del analito de interés en la muestra es lo suficientemente alta para permitir una interpretación apropiada de los resultados. Proceder como sigue:

- Determinar la concentración aparente en la muestra sin diluir,
- Diluir la muestra cinco veces (1+4),
- Reanalizar.

Una diferencia relativa entre las concentraciones de la muestra sin diluir y la diluida cinco veces  $\leq 10\%$ , indica ausencia de interferencias. Una diferencia relativa  $>10\%$  indica presencia de interferencias y todas las muestras de la tanda deben analizarse usando el método de las adiciones de estándares (5.7).

5.6 Cuando la matriz de la muestra es tan compleja que no se pueden reproducir la viscosidad, la tensión superficial y los componentes en los estándares, se recomienda usar el método de las adiciones de estándares (5.7). Otras opciones incluyen el uso de diferentes modificadores de matrices, de condiciones del horno, de métodos de preparación, de métodos analíticos.

5.7 Método de las adiciones de estándares.

Este método consiste en la adición de cantidades conocidas de estándar a una o más alícuotas de la solución de la muestra digerida. Intenta compensar un constituyente de la muestra que aumenta o deprime la señal del analito, produciendo una pendiente diferente a la de la curva de calibración. No corrige las interferencias aditivas que causan un cambio en la línea base.

5.7.1 Método de adición única de estándar.

Es la versión más simple y consiste en:

- Tomar dos alícuotas (A y B) de volumen idéntico ( $V_x$ ) de solución de la muestra digerida,
- A la alícuota A, agregar un volumen conocido ( $V_s$ ) de una solución estándar de analito de concentración  $C_s$ ,
- A la alícuota B, agregar el mismo volumen  $V_s$  de agua,
- Medir las señales de A y B y corregirlas por el blanco,
- Calcular la concentración ( $C_x$ ) de la muestra según:

$$C_x = \frac{S_B \times V_s \times C_s}{(S_A - S_B) \times V_x}$$

donde:

$S_A$  y  $S_B$  = señales de A y B corregidas por el blanco

El volumen  $V_s$  y la concentración  $C_s$  deben elegirse de modo que la señal  $S_A$  sea, en promedio, aproximadamente el doble que la señal  $S_B$ , evitando el exceso de dilución de la muestra.

**Nota 5**

Si en el método se usan etapas de separación o concentración, las adiciones deben realizarse antes de efectuar el procedimiento completo.

5.7.2 Método de adiciones múltiples de estándares.

Con este método se pueden obtener mejores resultados y consiste en agregar, a iguales volúmenes de muestra, una serie de soluciones estándares que contienen diferentes cantidades conocidas de analito y luego todas las soluciones se diluyen al mismo volumen final. Como ejemplo, se puede proceder según:

- Calcular los volúmenes de solución estándar de analito que debe agregarse a la muestra para que la absorbancia sea aproximadamente del 50%, 100% y 150% de la absorbancia esperada del analito en la muestra,
- Tomar cuatro alícuotas de volúmenes idénticos de solución de la muestra,
- A tres alícuotas agregar el volumen calculado de la serie de estándares,
- Diluir las cuatro alícuotas al mismo volumen con agua,
- Leer la absorbancia de cada solución,
- Graficar las absorbancias sobre el eje vertical de un gráfico y las concentraciones de los estándares conocidos sobre el eje horizontal,
- Extrapolar a cero la línea resultante,
- Leer en el punto de intersección de la absisa la concentración del analito en la muestra (Figura 8.1-1).

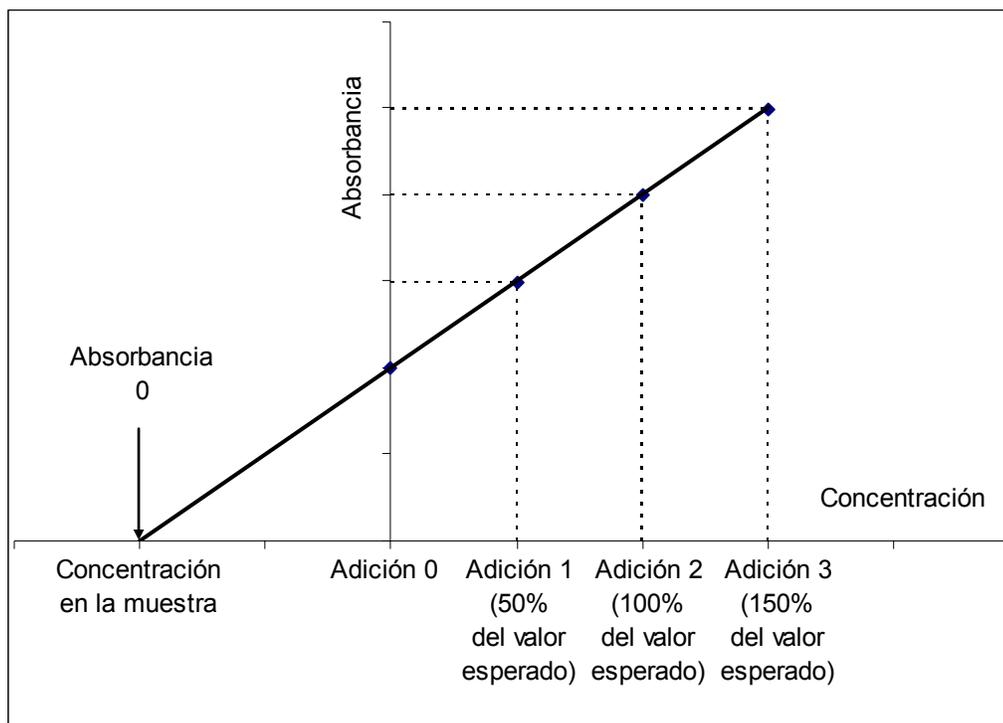


Figura 8.1-1. Gráfico de adición de estándares

5.7.3 Limitaciones que se deben considerar para que los resultados del método de adiciones de estándares sean válidos:

- La concentración aparente de la curva de calibración debe ser lineal y con un coeficiente de determinación  $R^2 \geq 0,99$ , en el rango de concentración utilizado.

- La pendiente de la curva del método de adiciones de estándares no debe diferir en más de un 20% de la pendiente de la curva estándar.
- El efecto de la interferencia no debe variar cuando la relación entre la concentración de analito y la matriz de la muestra cambia.
- La determinación debe estar libre de interferencias espectrales y corregida de interferencias de fondo no específicas.

## 6 Calibración

### 6.1 Estándares para la calibración.

6.1.1 Preparar una curva de calibración de al menos un estándar 0 y tres estándares que cubran el rango de concentración esperado de la muestra y que estén en el rango óptimo del elemento (Cuadro 8.1-1 para aspiración directa o Cuadro 8.1-2 para horno de grafito).

#### **Nota 6**

Los rangos de concentración dados en el Cuadro 8.1-1 pueden extenderse hacia abajo por expansión de la escala o por integración de la señal en un período largo de tiempo. También pueden extenderse hacia arriba por dilución, usando una longitud de onda menos sensible, rotando el mechero o linearizando la curva de calibración en las concentraciones altas.

#### **Nota 7**

Los rangos de concentración dados en el Cuadro 8.1-2 pueden extenderse hacia abajo usando un volumen mayor de muestra, reduciendo la velocidad de flujo del gas de purga o interrumpiendo el gas durante la atomización. También pueden extenderse hacia arriba por dilución, reducción del volumen de muestra, aumento del flujo de gas de purga o usando una longitud de onda menos sensible.

6.1.2 Los estándares de calibración deben prepararse con el mismo tipo de ácido o combinación de ácidos usados en las muestras.

6.1.3 Los estándares de calibración deben prepararse cada vez que el análisis de un *estándar de verificación de la calibración* (Nota 8) indique una variación mayor a  $\pm 10\%$  del valor real.

#### **Nota 8**

*Estándar de verificación de la calibración* es un estándar preparado diariamente de un material independiente y con una concentración cercana al medio del rango.

6.2 Aspirar o inyectar las soluciones empezando por el estándar 0 y terminando con el estándar más alto. Es recomendable que cada estándar se lea dos veces y se promedien los valores. Los replicados deben tener una diferencia relativa máxima de  $\pm 10\%$ .

6.3 Graficar la curva de calibración. Debe ser lineal o linearizable y con un coeficiente de determinación  $R^2 > 0,99$ . Si esto no se cumple, puede usarse una ecuación cuadrática, con un  $R^2 > 0,99$ , pero el cálculo de la concentración del analito en las muestras debe hacerse por resolución de la ecuación cuadrática obtenida con las concentraciones del analito en la serie de estándares y las absorbancia correspondientes.

6.4 En el análisis de trazas, es recomendable que el estándar de calibración menor corresponda al *límite de determinación* (Nota 9) o *límite de cuantificación estimado* (Nota 10) del laboratorio.

#### **Nota 9**

*Límite de determinación* es la concentración de metal que produce una absorción de 1% (absorbancia aproximada de 0,0044).

#### **Nota 10**

*Límite de cuantificación estimado* es la menor concentración que puede determinarse con precisión y exactitud especificadas, durante las condiciones de operación rutinaria del laboratorio. Generalmente, corresponde a 6 a 10 veces el *límite de detección del método* (Nota 2).

6.5 Si se analizan más de 10 muestras por día, la curva estándar de trabajo debe verificarse midiendo un estándar cercano al medio del rango o un estándar de verificación de la calibración, cada 10 muestras. Este valor debe estar dentro del 10% del valor verdadero, de lo contrario, las 10 muestras previas deben reanalizarse.

## 7 Procedimiento

### 7.1 Digestión

La determinación de los elementos totales en lodos y en suelos requiere una digestión previa (Métodos 7.1 o 7.2).

### 7.2 Aspiración directa

Dada las diferencias entre las marcas y modelos de los espectrofotómetros de absorción atómica, no es posible dar instrucciones detalladas del procedimiento y, por lo tanto, deben seguirse las instrucciones de operación dadas por el fabricante para cada equipo en particular. Sin embargo, algunas recomendaciones generales son:

- Una vez elegida la lámpara a usar, dejarla calentar por un mínimo de 15 min, a menos que se use un modelo doble haz,
- Mientras, alinear el equipo, seleccionar la longitud de onda y el ancho del slit,
- Encender la llama y regular el flujo del acetileno y del oxidante,
- Ajustar el mechero y el flujo del nebulizador hasta obtener absorción y estabilidad máximas,
- Leer una serie de estándares del elemento a analizar y construir la curva de calibración o colocar las concentraciones correspondientes,
- Aspirar la muestra y determinar la concentración ya sea directamente mediante el sistema de cálculo provisto en el instrumento o de la curva de calibración graficada en el monitor del computador o manualmente.

### 7.3 Horno de grafito

Seguir las instrucciones de operación dadas por el fabricante para el equipo en particular. Algunas recomendaciones generales son:

- Hacer corrección de fondo, especialmente bajo 350 nm, para evitar la sobreestimación de los resultados por la presencia de especies moleculares gaseosas, partículas de sales o humo en el haz de la muestra. La corrección de fondo Zeeman es efectiva, especialmente cuando se analiza As en presencia de Al y cuando se analiza Se en presencia de Fe.
- Limpiar el tubo a intervalos regulares durante una serie de determinaciones cuando el blanco detecta efectos de memoria (contaminación cruzada), debido a que el elemento no se ha volatilizado totalmente durante la atomización.
- Inyectar la muestra y atomizar. Si la concentración es mayor que la del estándar más alto, diluir en la misma matriz ácida y reanalizar.
- El uso de inyecciones múltiples de diferentes concentraciones de la muestra puede mejorar la exactitud y ayudar a detectar errores del horno y de pipetas.
- Verificar la ausencia de interferencias realizando la prueba de la dilución (5.5.2).
- Leer un estándar aproximadamente cada 10 inyecciones de muestras. La falta de reproducibilidad o un cambio significativo en la señal del estándar indica que debe cambiarse el tubo. La vida útil del tubo depende de la matriz de las muestras y de la temperatura de atomización, pero, en general, puede estimarse en al menos de 50 combustiones. Con recubrimiento pirolítico la vida útil puede extenderse en un factor de tres.

## 8 Cálculos

### 8.1 Obtener los valores de concentración del analito en los digeridos:

8.1.1 Directamente del sistema de lectura del equipo, o

8.1.2 Por resolución de la ecuación de regresión calculada de la curva de calibración dibujada con las concentraciones de analito en la serie de estándares y las absorbancias respectivas.

#### Nota 11

Si la concentración de elemento en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en metal, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

**Nota 12**

La concentración de metal en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 80% y 120% de la fortificación. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben prepararse y reanalizarse.

**Nota 13**

La recuperación de metal en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (5.5).

- 8.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de elemento en la muestra, en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$M(\text{mg/kg}) = \frac{(a - b) \times d \times v}{m} \times Fh$$

donde:

M	=	concentración de elemento en la muestra, en base seca a 105°C±5°C
a	=	concentración, en mg/L, en el digerido de la muestra
b	=	concentración, en mg/L, en el blanco del método
d	=	factor de dilución, si corresponde
v	=	volumen, en mL, de digerido
m	=	masa, en g, de muestra usada en la digestión
Fh	=	factor de corrección por humedad

**9 Bibliografía**

- 9.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 9.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7000B. 1998. Flame atomic absorption spectrophotometry. Revision 2. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 9.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 9.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3111. Metals by flame atomic absorption spectrometry. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-13 a 3-17.
- 9.5 TMECC Method 04.13. 2001. Atomic absorption spectrometry. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, New York, USA.

**Cuadro 8.1-1.**

Límites de detección, límites de determinación y rangos óptimos de concentración de elementos para la determinación por espectrofotometría de absorción atómica de llama por aspiración directa.

Elemento	Longitud de onda nm	Gases de la llama* mg/L	Límite de detección del instrumento mg/L	Límite de determinación mg/L	Rango óptimo de concentración mg/L
Ag	328,1	A-Ac	0,01	0,06	0,1 – 4
Al	309,3	N-Ac	0,1	1	5 – 100
Au	242,8	A-Ac	0,01	0,25	0,5 – 20
Ba	553,6	N-Ac	0,03	0,4	1 – 20
Be	234,9	N-Ac	0,005	0,03	0,05 – 2
Bi	223,1	A-Ac	0,06	0,4	1 – 50
Ca	422,7	A-Ac	0,003	0,08	0,2 – 20
Cd	228,8	A-Ac	0,002	0,025	0,05 – 2
Co	240,7	A-Ac	0,03	0,2	0,5 – 10
Cr	357,9	A-Ac	0,02	0,1	0,2 – 10
Cs	852,1	A-Ac	0,02	0,3	0,5 – 15
Cu	324,7	A-Ac	0,01	0,1	0,2 – 10
Fe	248,3	A-Ac	0,02	0,12	0,3 – 10
Ir	264,0	A-Ac	0,6	8	–
K	766,5	A-Ac	0,005	0,04	0,1 – 2
Li	670,8	A-Ac	0,002	0,04	0,1 – 2
Mg	285,2	A-Ac	0,0005	0,007	0,02 – 2
Mn	279,5	A-Ac	0,01	0,05	0,1 – 10
Mo	313,3	N-Ac	0,1	0,5	1 – 20
Na	589,0	A-Ac	0,002	0,015	0,03 – 1
Ni	232,0	A-Ac	0,02	0,15	0,3 – 10
Os	290,9	N-Ac	0,08	1	–
Pb	283,3	A-Ac	0,05	0,5	1 – 20
Pt	265,9	A-Ac	0,1	2	5 – 75
Rh	343,5	A-Ac	0,5	0,3	–
Ru	349,9	A-Ac	0,07	0,5	–
Sb	217,6	A-Ac	0,07	0,5	–
Si	251,6	N-Ac	0,3	2	5 – 150
Sn	224,6	A-Ac	0,8	4	10 – 200
Sr	460,7	A-Ac	0,03	0,15	0,3 – 5
Ti	365,3	N-Ac	0,3	2	5 – 100
V	318,4	N-Ac	0,2	1,5	2 – 100
Zn	213,9	A-Ac	0,005	0,02	0,05 – 2

\* A-Ac = aire – acetileno, N-Ac = óxido nítrico - acetileno  
(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 2005)

**Cuadro 8.1-2.**

Límites de detección y rangos óptimos de concentración de elementos para la determinación por espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito

Elemento	Longitud de onda	Límite de detección estimado	Rango óptimo de concentración
	nm	µg/L	µg/L
Ag	328,1	0,2	1 – 25
Al	309,3	3	20 – 200
As	193,7	1	5 – 100
Ba	553,6	2	10 – 200
Be	234,9	0,2	1 – 30
Cd	228,8	0,1	0,5 – 10
Co	240,7	1	5 – 100
Cr	357,9	2	5 – 100
Cu	324,7	1	5 – 100
Fe	248,3	1	5 – 100
Mn	279,5	0,2	1 – 30
Mo	313,3	1	3 – 60
Ni	232,0	1	5 – 100
Pb*	283,3	1	5 – 100
Sb	217,6	3	20 – 300
Se	196,0	2	5 – 100
Sn	224,6	5	20 – 300

\* Para instrumentos con corrección de fondo es recomendable la longitud de onda más sensible de 217,0 nm.  
(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 2005)

## 8 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

### 8.2 Llama de aire – acetileno por aspiración directa

#### 1. Principio y alcance

- 1.1 La muestra se aspira en una llama de aire - acetileno.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de Ag, Au, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, Ir, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Pt, Rh, Ru, Sb, Sn, Sr, Ti y Zn.
- 1.3 Ver las interferencias en el Método 8.1, punto 2.1.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica y equipos y materiales asociados.  
Usar un quemador recomendado por el fabricante.

#### 3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (0,006 – 0,01  $\text{mS}/\text{m}$ )).

- 3.1 Aire  
Aire limpio y seco a través de un filtro adecuado para eliminar agua, aceite y partículas. Puede ser suministrado desde una línea de aire comprimido, un compresor o un cilindro de aire comprimido.
- 3.2 Acetileno de grado comercial estándar.  
Debe reemplazarse el cilindro cuando la presión de acetileno sea menor de 689 kPa (100 psi) para evitar la entrada de acetona que puede dañar el mechero.
- 3.3 Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$  100%,  $d=1,52$  kg/L.
- 3.4 Soluciones estándares de elementos.  
Disponibles en el comercio de 1000 mg/L de elemento.
- 3.5 Serie de soluciones estándares de elementos.  
Diluir apropiadamente cada solución estándar de 1000 mg/L (3.4) con agua y ácido nítrico 100% (3.3) en la misma concentración de las muestras, de manera de cubrir el rango óptimo de concentraciones (Método 8.1, Cuadro 8.1-1). Incluir en cada serie un estándar 0.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Seleccionar la solución de la muestra del digerido proveniente del Método 7.1 o 7.2.
- 4.2 Seleccionar al menos un estándar 0 y tres soluciones estándares que cubran el rango de concentración esperado de la muestra y que estén en el rango óptimo del elemento a determinar (Método 8.1, Cuadro 8.1-1)
- 4.3 Elegir la lámpara a usar y dejarla calentar por un mínimo de 15 min, a menos que se use un modelo doble haz.
- 4.4 Mientras, alinear el equipo, seleccionar la longitud de onda y el ancho del *slit*.
- 4.5 Encender la llama y regular el flujo del acetileno y del oxidante.
- 4.6 Aspirar un blanco cero consistente en agua con ácido en la misma concentración de las muestras y de la serie de estándares.
- 4.7 Ajustar el 0 del instrumento.
- 4.8 Aspirar una solución estándar y ajustar la velocidad de aspiración del nebulizador hasta obtener la máxima respuesta.
- 4.9 Ajustar el mechero, vertical y horizontalmente, hasta obtener la máxima respuesta.

- 4.10 Aspirar el blanco cero nuevamente y reajustar el 0.
- 4.11 Aspirar una solución estándar de concentración cercana al medio del rango.
- Nota 1**  
Registrar la absorbancia de esta solución estándar cuando esté recién preparada y con una lámpara nueva. Este registro es útil para verificar la consistencia del funcionamiento del instrumento y del envejecimiento de la lámpara y de la solución estándar en subsecuentes determinaciones.
- 4.12 Aspirar el blanco cero nuevamente y reajustar el 0.
- 4.13 Calibrar el instrumento con la serie de soluciones estándares (3.5) empezando por el estándar 0 y terminando con el estándar más alto.
- 4.14 Aspirar el blanco cero nuevamente y reajustar el 0.
- 4.15 Aspirar y registrar la absorbancia o la concentración del elemento en los blancos del método y en la muestra (4.1). Diluir si es necesario.
- 4.16 Cuando se ha finalizado el análisis, aspirar el blanco cero, cerrar primero la válvula del acetileno y luego la del aire.

## 5 Cálculos

- 5.1 Obtener los valores de concentración del analito en los digeridos:
- 5.1.1 Directamente del sistema de lectura del equipo, o
- 5.1.2 Por resolución de la ecuación de regresión calculada de la curva de calibración dibujada con las concentraciones de analito en la serie de estándares y las absorbancias respectivas.

### Nota 2

Si la concentración de elemento en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en elemento, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben prepararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de elemento en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 80% y 120% de la fortificación. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben prepararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación del elemento en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 5.2 Calcular la concentración, en mg/kg, de metal total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$M (\text{mg/kg}) = \frac{(a - b) \times d \times v}{m} \times Fh$$

donde:

M	=	concentración de elemento en la muestra, en base seca a 105°C±5°C
a	=	concentración, en mg/L, leída en la muestra digerida
b	=	concentración, en mg/L, del blanco del método
d	=	factor de dilución, si corresponde
v	=	volumen, en mL, de digerido
m	=	masa, en g, de muestra usada en la digestión
Fh	=	factor de corrección por humedad

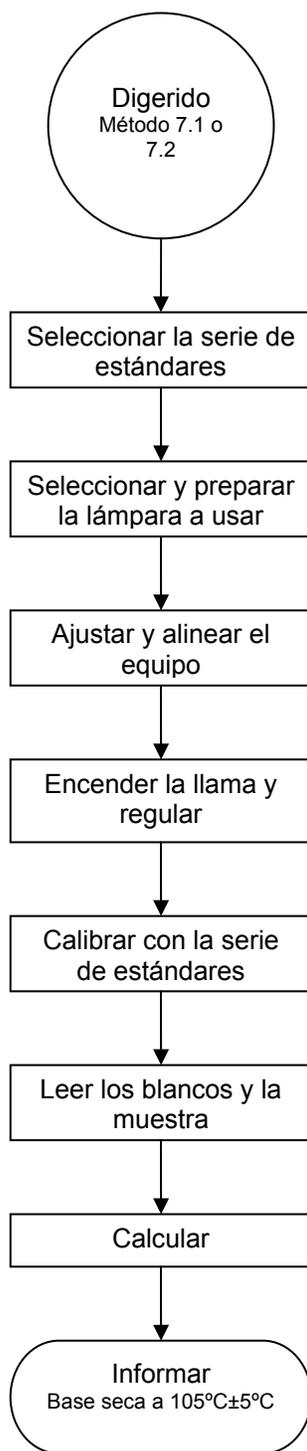
## 6 Informes

6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.2, en mg/kg, como:

Metal total = ... mg/kg, en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$

## 7 Bibliografía

- 7.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.2 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.3 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3111 B. Direct air-acetylene flame method. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-17 a 3-19.



**Figura 8.2-1.** Diagrama de flujo del Método 8.2

## 8 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

### 8.3 Técnica del horno de grafito o electrotérmica

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra se coloca en un tubo o naveta de grafito, se introduce en un horno y se calienta en etapas hasta la atomización del elemento a determinar. El vapor atómico producido absorbe la radiación monocromática emitida por una fuente y un detector fotoeléctrico mide la intensidad de la radiación emitida.
- 1.2 Este método se aplica en la determinación de microcantidades de Al, Ag, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se y Sn. También es aplicable al análisis de Au, Bi, Ga, Ge, Hg, Ir, Te, Tl y V.

#### 2 Interferencias

- 2.1 Las principales interferencias se producen por absorción molecular y por la matriz. Ver Método 8.1, punto 2.2.
- 2.2 Las interferencias por absorción molecular pueden ser compensadas con las técnicas de corrección de fondo: arco de deuterio (absorbancias hasta 0,8), efecto Zeeman (absorbancias hasta 1,5-2,0) o Smith-Hieftje (absorbancias hasta 2,5-3,0). Debe usarse corrección de fondo cuando se analizan muestras que contienen altas concentraciones de ácido o sólidos disueltos y cuando se determinan elementos con líneas de absorción bajo 350 nm.
- 2.3 Las interferencias de la matriz pueden minimizarse agregando modificadores químicos. Para determinar la necesidad de modificadores de la matriz se debe evaluar la recuperación de una muestra fortificada con una cantidad conocida (ver Método 8.1, punto 5.5.1). Algunos modificadores químicos específicos y las concentraciones aproximadas se indican en el Cuadro 8.3-1.
- 2.4 Las interferencias de la matriz también pueden eliminarse controlando los aumentos de temperatura en la atomización, de manera que la volatilización del elemento a determinar se produzca antes que la de la matriz. Esto es especialmente aplicable a elementos volátiles como Cd y Pb.
- 2.5 Otra opción para eliminar las interferencias de la matriz es usar el método de la adición de estándares (ver Método 8.1, punto 5.7).
- 2.6 El uso de tubos pirolíticamente recubiertos minimiza la interferencia producida por los carburos refractarios que forman los elementos Ba, Mo, Ni, Si, Ti y V.

#### 3 Límites de detección y rangos óptimos de concentración

- 3.1 Los límites estimados de detección y los rangos óptimos de concentración se encuentran en el Cuadro 8.1-2 (Método 8.1). Estos valores pueden variar con la forma química del elemento, la composición de la muestra o las condiciones instrumentales.
- 3.2 Los rangos de concentración dados en el Cuadro 8.1-2 pueden extenderse hacia abajo usando un volumen mayor de muestra, reduciendo la velocidad de flujo del gas de purga o interrumpiendo el gas durante la atomización. También pueden extenderse hacia arriba por dilución, reducción del volumen de muestra, aumento del flujo de gas de purga o usando una longitud de onda menos sensible.

#### 4 Equipos y materiales especiales

- 4.1 Espectrofotómetro de absorción atómica y equipos y materiales asociados.  
Ver Método 8.1, puntos 3.1, 3.3, 3.4, 3.5 a 3.9.  
El instrumento debe tener la capacidad de corrección de fondo.
- 4.2 Horno de grafito con control electrónico de temperatura, preferiblemente de más de tres pasos de calentamiento. Usar argón como gas de purga y tubos de grafito con plataforma.
- 4.3 Sistema de circulación de agua potable de 1 a 4 L/min o un sistema de enfriamiento por recirculación.
- 4.4 Sistema de filtración con filtros de membrana de tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$  o menor (para el análisis de aluminio, usar polipropileno o TFE).

## 5 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S/cm}$  (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 5.1 Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$  100%,  $d=1,52$  kg/L.
- 5.2 Solución de nitrato de níquel, 1% en Ni.  
Disolver 4,96 g de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en agua y diluir a 100 mL.
- 5.3 Solución de nitrato de magnesio, 1% en Mg.  
Disolver 10,5 g de  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en agua y diluir a 100 mL.
- 5.4 Solución de nitrato de paladio, 0,4% en Pd.  
Disolver 8,89 g de  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  en agua y diluir a 1 L.
- 5.5 Ácido fosfórico 10%.  
Agregar 10 mL de ácido fosfórico concentrado a agua y diluir a 100 mL.
- 5.6 Solución de ácido cítrico, 4%.  
Disolver 40 g de ácido cítrico en agua y diluir a 1 L.
- 5.7 Soluciones estándares de elementos.  
Disponibles en el comercio de 1000 mg/L de metal.
- 5.8 Serie de soluciones estándares de elementos.  
Diluir apropiadamente cada solución estándar de elemento de 1000 mg/L (5.7) con agua y 10 mL/L de ácido nítrico 100% (5.1), de manera de cubrir el rango óptimo de concentraciones (Método 8.1, Cuadro 8.1-2). Incluir en cada serie un estándar 0.

## 6 Procedimiento

- 6.1 Utilizar los digeridos provenientes del Método 7.1 o 7.2. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificada y del duplicado de esta muestra fortificada.
- 6.2 Seleccionar al menos un estándar 0 y tres soluciones estándares que cubran el rango de concentración esperado de la muestra y que estén en el rango óptimo del elemento a determinar (Cuadro 8.1-2)
- 6.3 Seguir las instrucciones de operación dadas por el fabricante para el equipo en particular. Usar corrección de fondo, especialmente para longitudes de onda  $<350$  nm.
- 6.4 Calibrar el instrumento con la serie de estándares seleccionados, analizando cada solución estándar en triplicado para verificar la precisión del método.

### Nota 3

Si la determinación de la muestra requiere la adición de modificadores de la matriz, agregarlos en igual volumen y concentración a la serie de estándares.

- 6.5 Analizar la muestra por:
  - 6.5.1 Determinación directa.
    - Inyectar una alícuota de la muestra digerida (6.1) de volumen igual al usado con la serie de estándares.

- Si se requiere, agregar las soluciones modificadoras de la matriz indicadas en el Cuadro 8.3-1.
- Aplicar el programa seleccionado y repetir hasta obtener resultados reproducibles. Si la concentración es mayor que la del estándar más alto, diluir y reanalizar.
- Limpiar el tubo a intervalos regulares durante una serie de determinaciones cuando el blanco detecta efectos de memoria (contaminación cruzada), debido a que el elemento no se ha volatilizado totalmente durante la atomización.

#### 6.5.2 Método de las adiciones de estándares

Optimizar la sensibilidad del instrumento y establecer el rango lineal para el elemento de interés,

Seguir las indicaciones dadas en el Método 8.1, punto 5.7.2

##### **Nota 4.**

Analizar todas las muestras usando el método de las adiciones de estándares (Método 8.1, punto 5.7), excepto aquellas que han demostrado que están libres de interferencias de la matriz en base a recuperaciones entre 85% y 115% (Método 8.1, punto 5.5.1). Analizar todas las muestras en duplicado o hasta obtener resultados reproducibles. Una variación  $\leq 10\%$  se considera una reproducibilidad aceptable. Promediar los valores de los replicados.

## 7 Cálculos

- 7.1 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de elemento total en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , según:

$$M(\text{mg/kg}) = \frac{(a - b) \times v \times d}{m} \times Fh$$

donde:

- |    |   |   |
|----|---|---|
| M  | = | metal total   |
| a  | = | concentración, en mg/L, de elemento en la muestra   |
| b  | = | concentración, en $\mu\text{g/L}$ , del blanco del método                                       |
| v  | = | volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)                   |
| d  | = | factor de dilución, si corresponde  |
| m  | = | masa, en g, de muestra usada en el digestión (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)    |
| Fh | = | factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos) |

## 8 Bibliografía

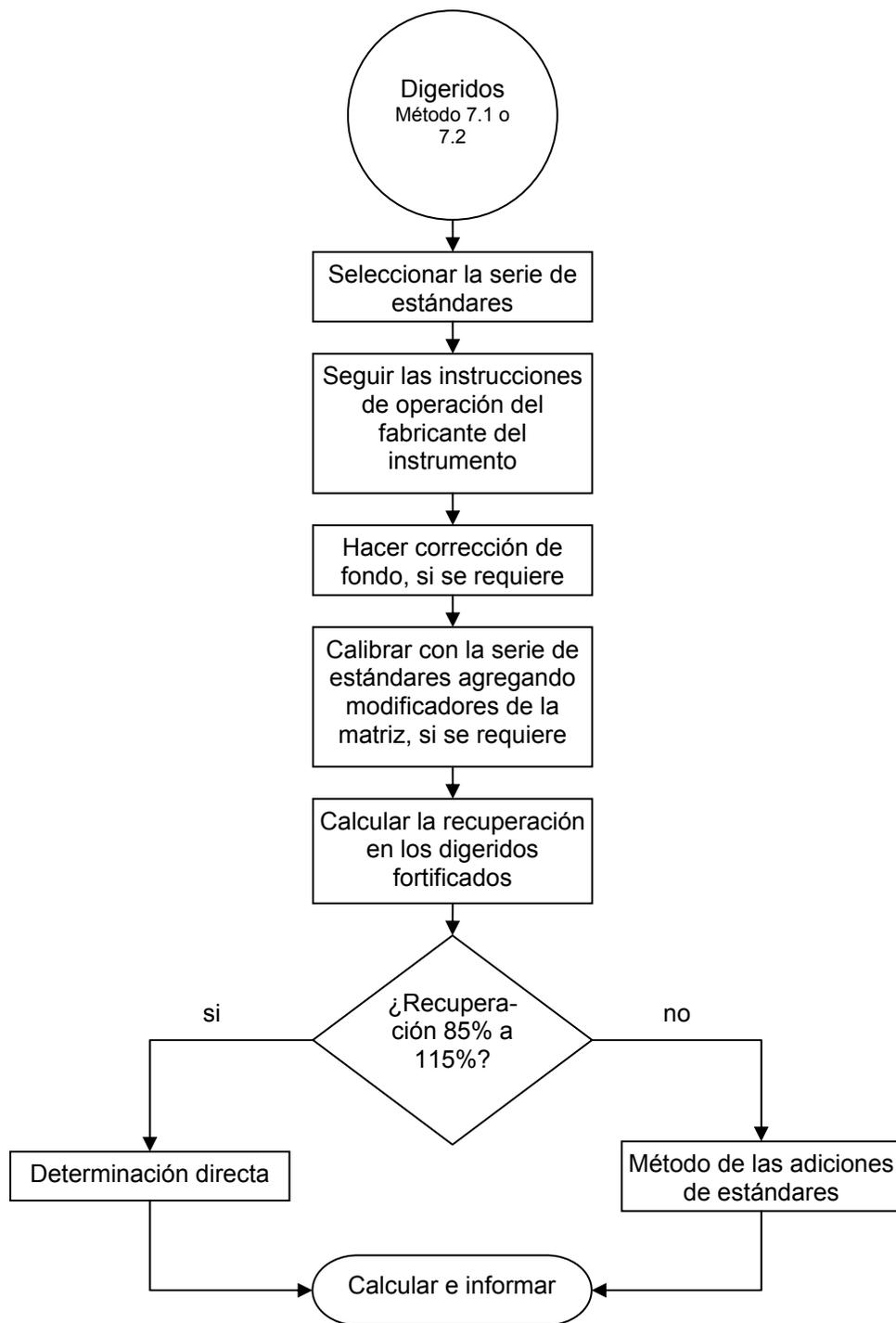
- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7000A. 1992. Atomic adsorption methods. Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3113 Metals by electrothermal atomic absorption spectrometry. American Public Health Association, American

Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-25 a 3-32.

**Cuadro 8.3-1** Potenciales modificadores de la matriz para espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito\*.

Modificador	Análisis para los cuales el modificador puede ser útil
Pd (150 mg/L) + Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (100 mg/L)	Ag, As, Au, Bi, Cu, Ge, Mn, Hg, In, Sb, Se, Sn, Ti, Tl
Pd (500-2000 mg/L) + ácido cítrico (1-2%)	Ag, As, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (500 mg/L)	Be, Co, Cr, Fe, Mn, V
Pd (100-500 mg/L)	As, Ga, Ge, Sn
Ni (50 mg/L)	As, Se, Sb
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> (2%) + Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (100 mg/L)	Cd, Pb

\* Se asume una adición de 10 µL de modificador por 10 µL de muestra.



**Figura 8.3-1.** Diagrama de flujo del Método 8.3.

## 9 METALES

### 9.1 Arsénico

#### 9.1.1 EAA electrotérmica (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de arsénico por espectrofotometría de absorción atómica electrotérmica (con horno de grafito), previa adición de una solución de nitrato de níquel para minimizar las pérdidas por volatilización de As.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de arsénico en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de detección instrumental de 1 µg/L o menor y un rango óptimo de concentración de 5 µg/L a 100 µg/L.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de arsénico en:
  - 1.4.1 Lodos es de 20 mg/kg de As para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de arsénico en lodos es de 40 mg/kg de As.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 20 mg/kg de As, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 12,5 mg/kg de As, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de arsénico es de 10 mg/kg de As.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Ver Método 8.3 punto 2.
- 2.2 El As elemental y muchos de sus compuestos son volátiles, por lo tanto, deben digerirse muestras fortificadas para determinar si el método de disolución es adecuado.
- 2.3 Además de las interferencias normales que ocurren en el análisis con horno de grafito, el análisis de As puede sufrir severa absorción no específica y dispersión de la luz, por lo que debe usarse corrección de fondo.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito (ver Método 8.3, punto 4) con lámpara de arsénico.

##### 4 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1 µS/cm (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 4.1 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, 100%, d=1,52 kg/L.
- 4.2 Solución de nitrato de níquel, 0,1% en Ni.  
Disolver 0,5 g de Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O en agua y diluir a 100 mL.
- 4.3 Solución estándar de As de 1000 mg/L = 1 mg/mL.
  - 4.3.1 Disolver 1,320 g de trióxido de arsénico, As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en agua que contiene 4 g de hidróxido de sodio, NaOH. Agregar 20 mL de ácido nítrico 100% (4.1) y diluir a 1000 mL.
  - 4.3.2 Disponible en el comercio.

- 4.4 Solución estándar de 10 mg/L de As.  
A un matraz aforado de 1000 mL, agregar:
- 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de As (4.3),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- 4.5 Solución estándar de 0,5 mg/L de As.  
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
- 5 mL de la solución estándar de 10 mg/L de As (4.4),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- 4.6 Serie de estándares de As.  
A 5 matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 0,5 mg/L de As (4.5),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene 0-5-10-25-50-100 µg/L de As.  
Preparar diariamente.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Montar, alinear el horno de grafito y seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar el instrumento inyectando un volumen adecuado de cada una de la soluciones de la serie de estándares de As (4.6) con un volumen igual de solución de níquel (4.2). Leer a 193,7 nm cada solución estándar en triplicado para verificar la precisión del método.
- 5.3 Inyectar una alícuota, de volumen igual al usado con la serie de estándares, de los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras de la tanda fortificada y del duplicado de esta muestra fortificada. Inyectar el mismo volumen de solución de níquel (4.2).
- 5.4 Aplicar el programa seleccionado y repetir hasta obtener resultados reproducibles.

### Nota 1

Si la concentración de la muestra es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

- 5.5 Limpiar el tubo a intervalos regulares durante una serie de determinaciones cuando el blanco detecta efectos de memoria (contaminación cruzada), debido a que el elemento no se ha volatilizado totalmente durante la atomización.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de As en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de As en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en As, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de As en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 8 µg/L y 12 µg/L de As. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de As en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (8 µg/L y 12 µg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de As total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{As (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m \times 1000} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en µg/L, de As en la muestra
- b = concentración, en µg/L, de As en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)
- Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

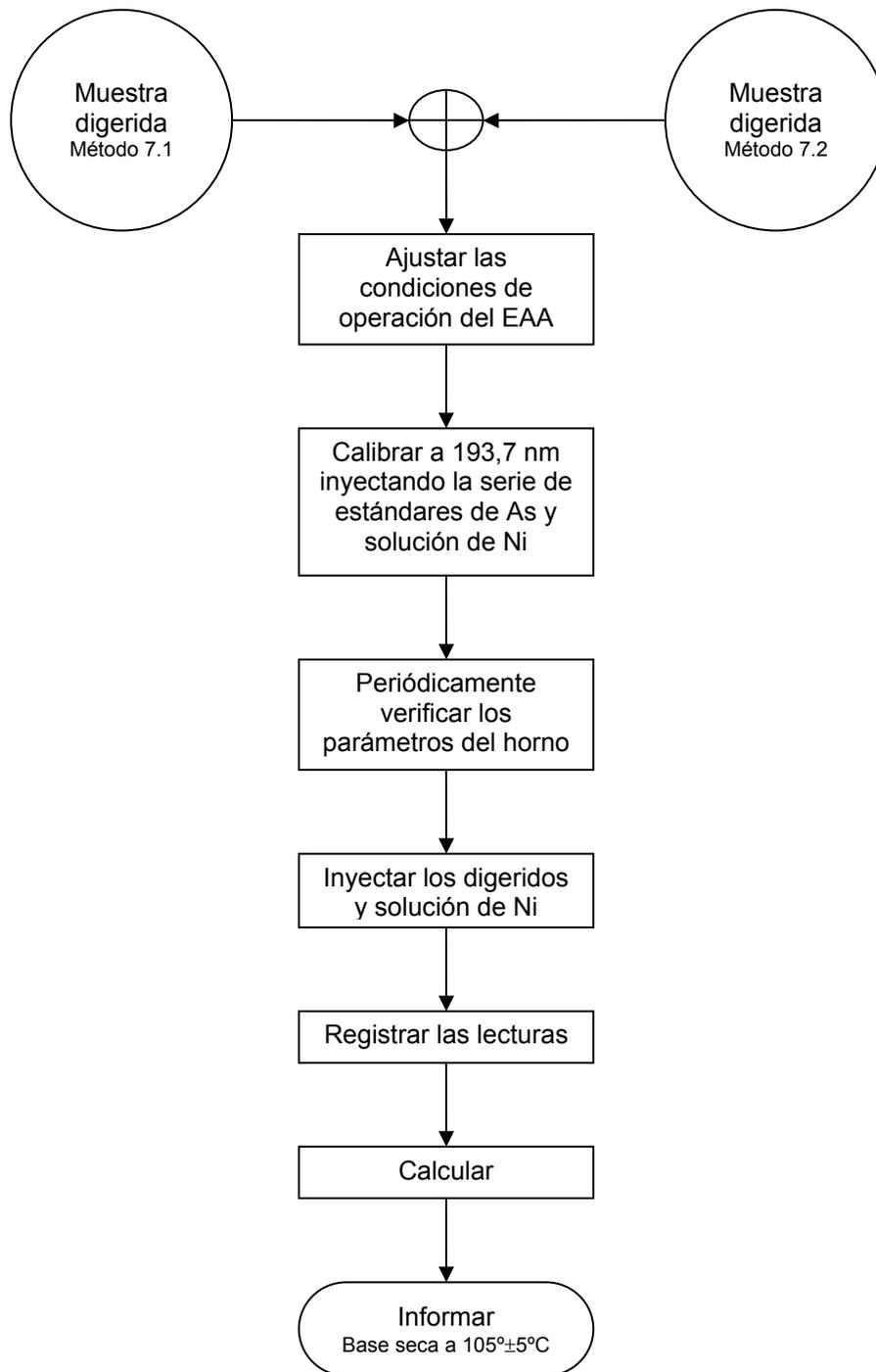
## 7 Informes

- 7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg con un decimal, como:

Arsénico total = ... mg/kg de As, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7060A. 1994. Arsenic (atomic absorption, furnace technique). Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 TMECC Method 04.06-As. 2001. Arsenic. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, New York, USA.



**Figura 9.1.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.1.1.

## 9 METALES

### 9.2 Cadmio

#### 9.2.1 EAA electrotérmica (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de cadmio por espectrofotometría de absorción atómica electrotérmica (con horno de grafito).
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de cadmio en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de detección instrumental de 0,1 µg/L o menor y un rango óptimo de concentración de 0,5 µg/L a 10 µg/L de Cd.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de cadmio en:
  - 1.4.1 Lodos es de 8 mg/kg de Cd para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de cadmio en lodos es de 40 mg/kg de Cd.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 2 mg/kg de Cd, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 1,25 mg/kg de Cd, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de cadmio es de 2 mg/kg de Cd.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Ver Método 8.3 punto 2.
- 2.2 El análisis de cadmio por horno de grafito puede sufrir una severa absorción no específica y dispersión de la luz. Se requiere corrección de fondo.
- 2.3 Exceso de cloruro puede causar una volatilización prematura de cadmio, por lo que se debe usar un modificador de la matriz.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito (ver Método 8.3, punto 4) con lámpara de cadmio.

##### 4 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1 µS/cm (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 4.1 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub> 100%, d=1,52 kg/L.
- 4.2 Solución de nitrato de paladio, 4 g/L de Pd.  
Disolver 8,89 g de Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O en agua y diluir a 1 L.
- 4.3 Solución de ácido cítrico, 4%.  
Disolver 40 g de ácido cítrico en agua y diluir a 1 L.
- 4.4 Solución modificadora de la matriz.  
Mezclar volúmenes iguales de las soluciones de nitrato de paladio (4.2) y de ácido cítrico (4.3).
- 4.5 Solución estándar de cadmio de 1000 mg/L de Cd.

- Disponible en el comercio.
- 4.6 Solución estándar de cadmio de 10 mg/L de Cd.  
A un matraz aforado de 1000 mL agregar:
- 10 mL de la solución de 1000 mg/L de Cd (4.5),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- 4.7 Solución estándar de cadmio de 50 µg/L de Cd.  
A un matraz aforado de 200 mL agregar:
- 1 mL de la solución de 10 mg/L de Cd (4.6),
  - 20 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- 4.8 Serie de soluciones estándares de cadmio.  
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución de 50 µg/L de Cd (4.7),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene: 0,0-0,5-1,0-2,5-5,0-10,0 µg/L de Cd.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Montar, alinear el horno de grafito y seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar el instrumento inyectando un volumen adecuado de cada una de la soluciones de la serie de estándares de Cd (4.8) con un volumen igual de solución modificadora de la matriz (4.4). Leer a 228,8 nm cada solución estándar en triplicado para verificar la precisión del método.
- 5.3 Inyectar una alícuota, de volumen igual al usado con la serie de estándares, de los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificada y del duplicado de esta muestra fortificada. Inyectar el mismo volumen de solución modificadora de la matriz (4.4).
- 5.4 Aplicar el programa seleccionado y repetir hasta obtener resultados reproducibles.

### Nota 1

Si la concentración de la muestra es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

- 5.5 Limpiar el tubo a intervalos regulares durante una serie de determinaciones cuando el blanco detecta efectos de memoria (contaminación cruzada), debido a que el elemento no se ha volatilizado totalmente durante la atomización.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Cd en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de Cd en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Cd, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben prepararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de Cd en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 1,6 µg/L y 2,4 µg/L de Cd. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben prepararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de Cd en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (1,6 µg/L y 2,4 µg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Cd total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Cd (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m \times 1000} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en µg/L, de Cd en la muestra
- b = concentración, en µg/L, de Cd en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)
- Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

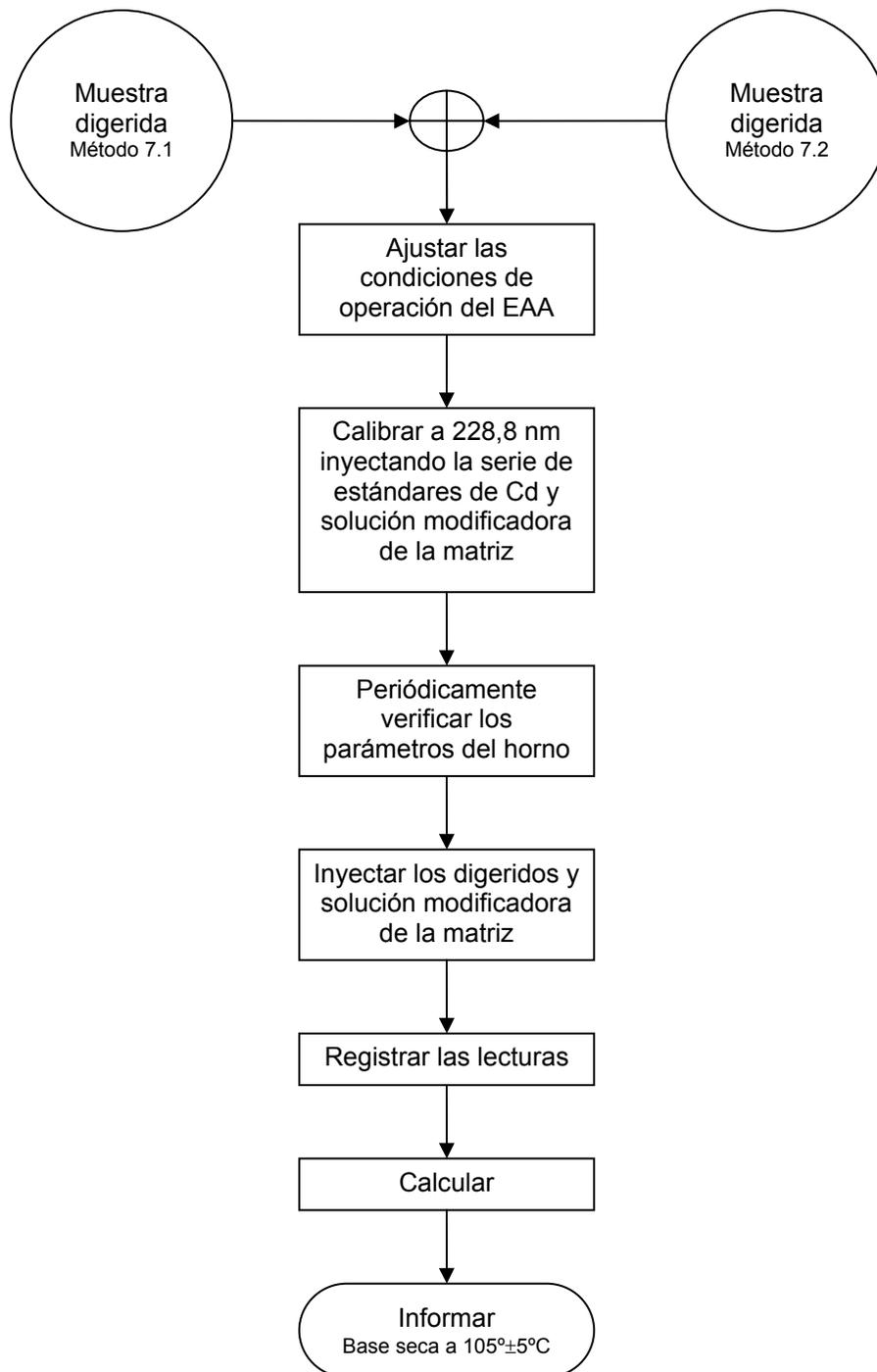
## 7 Informes

- 7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg con dos decimales, como:

Cadmio total = ... mg/kg de Cd, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7131A. 1994. Cadmium (atomic absorption, furnace technique). Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3500-Cd Cadmium. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-64.



**Figura 9.2.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.2.1.

## 9 METALES

### 9.3 Cinc

#### 9.3.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de cinc por espectrofotometría de absorción atómica de llama aire – acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de cinc en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de determinación instrumental de 0,02 mg/L o menor y un rango óptimo de concentración de 0,05 mg/L a 2 mg/L de Zn.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de cinc en:
  - 1.4.1 Lodos es de 2000 mg/kg de Zn para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de cinc en lodos es de 2800 mg/kg de Zn.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 175 mg/kg de Zn, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 120 mg/kg de Zn, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de cinc es de 175 mg/kg de Zn.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Absorción no específica que requiere corrección de fondo.
- 2.2 Altas concentraciones de silicio, cobre o fosfato pueden interferir. La adición de 1500 mg/L de estroncio elimina las interferencias de cobre y fosfato.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
  - Lámpara de cinc,
  - Longitud de onda: 213,9 nm,
  - Combustible: acetileno,
  - Oxidante: aire,
  - Corrección de fondo: se requiere.

##### 4 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 4.1 Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$ , 100%,  $d=1,52$  kg/L.
- 4.2 Solución estándar de cinc de 1000 mg/L de Zn.  
Disponibile en el comercio.
- 4.3 Solución estándar de cinc de 10 mg/L de Zn.  
A un matraz aforado de 100 mL agregar:
  - 1 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Zn (4.2),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.

- 4.4 Serie de estándares de cinc.  
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Zn (4.3),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene: 0,0-0,1-0,2-0,5-1,0-2,0 mg/L de Zn.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar a 213, 9 nm con la serie de estándares de cinc (4.4).
- 5.3 Leer la concentración de cinc en los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificadas y del duplicado de esta muestra fortificada.

### Nota 1

Si la concentración en los digeridos es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Zn en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de Zn en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Zn, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de Zn en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 0,16 mg/L y 0,24 mg/L de Zn. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de Zn en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (0,16 mg/L y 0,24 mg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Zn total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Zn (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en mg/L, de Zn en la muestra
- b = concentración, en mg/L, de Zn en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)
- Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

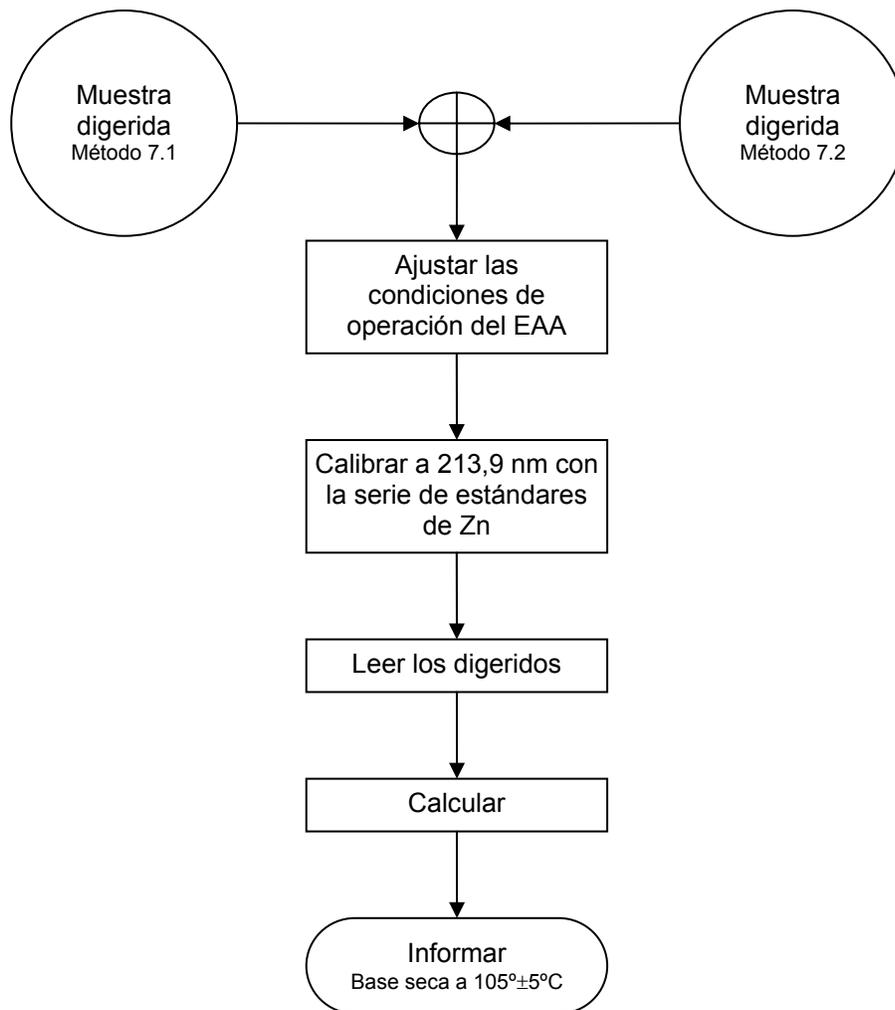
## 7 Informes

- 7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg sin decimales, como:

Cinc total = ... mg/kg de Zn, en base a muestra seca a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7950. 1986. Zinc (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3500-Zn Zinc. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-106.



**Figura 9.3.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.3.1.

## 9 METALES

### 9.4 Cobre

#### 9.4.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de cobre por espectrofotometría de absorción atómica de llama aire – acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de cobre en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de determinación instrumental de 0,1 mg/L o menor y un rango óptimo de concentración de 0,2 mg/L a 10 mg/L de Cu.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de cobre en:
  - 1.4.1 Lodos es de 1000 mg/kg de Cu para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de cinc en lodos es de 1200 mg/kg de Cu.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 150 mg/kg de Cu, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 100 mg/kg de Cu, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de cobre es de 75 mg/kg de Cu.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Absorción no específica que puede requerir corrección de fondo.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
  - Lámpara de cobre,
  - Longitud de onda: 324,7 nm,
  - Combustible: acetileno,
  - Oxidante: aire,
  - Corrección de fondo: recomendable.

##### 4 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 4.1 Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$ , 100%,  $d=1,52$  kg/L.
- 4.2 Solución estándar de cobre de 1000 mg/L de Cu.  
Disponible en el comercio.
- 4.3 Solución estándar de cobre de 50 mg/L de Cu.  
A un matraz aforado de 100 mL agregar:
  - 5 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Cu (4.2),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),

- agua hasta enrasar.
- 4.4 Serie de estándares de cobre.  
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 50 mg/L de Cu (4.3),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene: 0,0-0,5-1,0-2,5-5,0-10,0 mg/L de Cu.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Es recomendable usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar a 324,7 nm con la serie de estándares de cobre (4.4).
- 5.3 Leer la concentración de cobre en los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificadas y del duplicado de esta muestra fortificada.

### Nota 1

Si la concentración en los digeridos es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Cu en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de Cu en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Cu, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de Cu en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 0,8 mg/L y 1,2 mg/L de Cu. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de Cu en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (0,8 mg/L y 1,2 mg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Cu total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Cu (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en mg/L, de Cu en la muestra
- b = concentración, en mg/L, de Cu en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)

Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

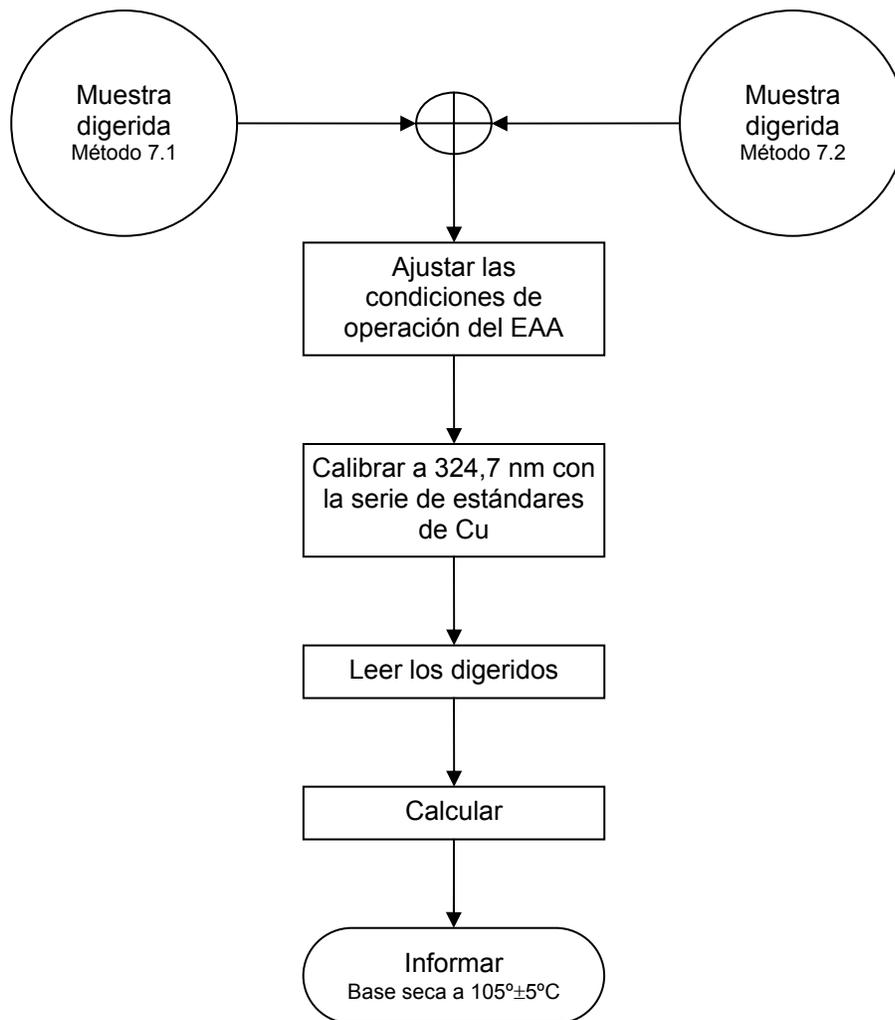
## 7 Informes

7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg sin decimales, como:

Cobre total = ... mg/kg de Cu, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7210. 1986. Copper (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3500-Cu Copper. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-71 a 3-72.



**Figura 9.4.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.4.1.

## 9 METALES

### 9.5 Mercurio

#### 9.5.1 EAA – Técnica del vapor frío (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca y molida, de lodo o de suelo, se digiere con agua regia y se oxida con permanganato de potasio y persulfato de potasio. Luego, los iones de mercurio se reducen con cloruro estanoso a mercurio elemental gaseoso volátil. El vapor de Hg<sup>0</sup> se introduce en el espectrofotómetro de absorción atómica y se registra la señal.

##### **Nota 1**

También puede usarse el digerido proveniente del Método 7.2.

- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de Hg en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de detección instrumental de 0,2 µg/L.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de mercurio en:
- 1.4.1 Lodos para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales es de 10 mg/kg y en suelos degradados es de 20 mg/kg.
- 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 1,5 mg/kg si el pH del suelo es mayor de 6,5 y de 1 mg/kg si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH>5, la concentración máxima permitida de mercurio es de 1 mg/kg.

##### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los accesorios diseñados para la medición de mercurio por la técnica del vapor frío.
- 2.2 Celda de absorción de vidrio o plástico con ventanas de cuarzo.
- 2.3 Bomba para aire o aire comprimido.
- 2.4 Medidor de flujo capaz de medir un flujo de aire de 2 L/min.
- 2.5 Matraces de reacción de 250 mL, con tapones de goma con perforaciones para los tubos de entrada y salida de aire.
- 2.6 Baño de agua o plancha calefactora capaz de mantener una temperatura de 90-95°C.

##### 3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1 µS/cm (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl 30%, d=1,15 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, 100%, d=1,52 kg/L.
- 3.3 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, 15%.  
Diluir 15 de ácido nítrico 100% (3.2) a 100 mL con agua.
- 3.4 Agua regia.  
Mezclar inmediatamente antes del uso, agregando cuidadosamente 3 volúmenes de ácido clorhídrico (3.1) a 1 volumen de ácido nítrico (3.2).

- 3.5 Ácido sulfúrico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 96%, d=1,84 kg/L.
- 3.6 Solución de permanganato de potasio, KMnO<sub>4</sub>, 5%.  
Disolver 5 g de KMnO<sub>4</sub> en agua y diluir a 100 L.
- 3.7 Solución de cloruro de sodio e hidroxilamina.  
*Alternativas:*  
3.7.1 Disolver 120 g de NaCl y 120 g de sulfato de hidroxilamina (NH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en agua y diluir a 1 L, o  
3.7.2 Disolver 120 g de NaCl y 100 g de cloruro de hidroxilamina (NH<sub>2</sub>OH.HCl) en agua y diluir a 1 L.
- 3.8 Solución de ión estanoso, Sn<sup>+2</sup>.  
*Alternativas:*  
3.8.1 Disolver 10 g de cloruro estanoso, SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O, en agua que contiene 5 mL de ácido clorhídrico 30% (3.1) y diluir a 100 mL con agua, o  
3.8.2 Disolver 10 g de sulfato estanoso, SnSO<sub>4</sub>, en agua que contiene 2 mL de ácido sulfúrico 96% (3.5) y diluir a 100 mL con agua.

## Nota 2

Las soluciones 3.8.1 y 3.8.2 se descomponen con el envejecimiento. Si se forma una suspensión, agitar continuamente durante el uso.

- 3.9 Solución estándar de 1000 mg/L de Hg.  
*Alternativas:*  
3.9.1 Disponible en el comercio, o  
3.9.2 A un matraz aforado de 100 mL agregar:  
- alrededor de 75 mL de agua,  
- 0,1354 g de cloruro mercuríco, HgCl<sub>2</sub> y disolver,  
- 10 mL de ácido nítrico 100% (3.2) y mezclar,  
- agua hasta enrasar.
- 3.10 Solución estándar de 10 mg/L de Hg.  
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:  
- 1 mL de ácido nítrico 15% (3.3),  
- 1 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Hg (3.9.1 o 3.9.2) y  
- agua hasta enrasar  
Preparar diariamente.
- 3.11 Solución estándar de 500 µg/L de Hg.  
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:  
- 1 mL de ácido nítrico 15% (3.3),  
- 5 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Hg (3.10),  
- agua hasta enrasar.  
Preparar diariamente.
- 3.12 Serie de estándares de Hg.  
A cinco matraces aforados de 100 mL agregar:  
- 1 mL de ácido nítrico 15% (3.3),  
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 500 µg/L de Hg (3.11),  
- agua hasta enrasar.  
Preparar diariamente.  
Esta serie de estándares contiene 0-5-10-25-50-100 µg/L de Hg.

## 4 Procedimiento

- 4.1 *Alternativamente:*  
4.1.1 Pesar en triplicado 0,2 g (exactitud 0.001) de muestra seca a 40°C±2°C y molida a <0,5 mm de lodo (Método 1.1) o de suelo (Método 1.2), en matraces de reacción (2.5). Incluir 1 blanco, 1 muestra de referencia fortificada con 1 mL de solución estándar de 100 µg/L de Hg (3.12), 1 de las muestras de la tanda fortificada con 1 mL de solución estándar de 100 µg/L de Hg (3.12), 1 duplicado de esta muestra fortificada con 1 mL

de solución estándar de 100 µg/L de Hg (3.12) y agregar agua a cada matraz hasta completar un volumen de 10 mL, o

4.1.2 Transferir 10 mL de los digeridos provenientes del Método 7.2 a matraces de reacción (2.5). Estos digeridos incluyen los de las muestras, de los blancos, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificadas y del duplicado de esta muestra fortificada.

4.2 Transferir 10 mL de la serie de estándares de Hg (3.12) a frascos de reacción (2.5).

4.3 Agregar 5 mL de agua regia (3.4).

4.4 Calentar en un baño de agua por 2 min a 95°C. Enfriar.

4.5 Agregar 50 mL de agua.

4.6 Agregar 15 mL de solución de permanganato de potasio (3.6). Mezclar.

4.7 Calentar en el baño de agua durante 30 min a 95°C. Enfriar.

4.8 Agregar 6 mL de solución de cloruro de sodio e hidroxilamina (3.7).

**Nota 3**

Esta adición debe realizarse bajo campana porque puede liberarse Cl<sub>2</sub>.

4.9 Agregar 50 mL de agua.

4.10 Ajustar las condiciones del espectrofotómetro con los accesorios (2.1) según las instrucciones del fabricante.

4.11 Continuar con cada matraz individualmente.

4.12 Agregar 5 mL de solución de ión estano (3.8.1 o 3.8.2) e inmediatamente conectar el matraz al sistema de aireación.

4.13 Sin agitar la muestra, hacer circular el aire. Registrar a 253,7 nm la absorbancia máxima que se alcanza en pocos segundos.

4.14 Una vez que la absorbancia vuelve a la línea base, cambiar el matraz por uno con agua y continuar la aireación por algunos segundos.

4.15 Repetir los puntos 4.12 a 4.14 con el matraz siguiente.

**Nota 4**

Para la calibración deben colocarse las concentraciones de la serie de estándares indicadas en 3.12.

## 5 Cálculos

5.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Hg en los digeridos.

**Nota 5**

Si la concentración de Hg en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Hg, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben prepararse y reanalizarse.

**Nota 6**

La concentración de Hg en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 8 µg/L y 12 µg/L de Hg. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben prepararse y reanalizarse.

**Nota 7**

La recuperación de Hg en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (8 µg/L y 12 µg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

5.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Hg total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

5.2.1 Para muestras procesadas según el Punto 4.1.1:

$$\text{Hg (mg/kg)} = \frac{(a - b)}{m \times 100} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en µg/L, de Hg en el digerido de la muestra
- b = concentración, en µg/L, de Hg en el blanco
- m = masa, en g, de muestra (4.1.1)
- Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

5.2.2 Para muestras procesadas según el Punto 4.1.2:

$$\text{Hg (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v}{m \times 1000} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en µg/L, de Hg en el digerido de la muestra
- b = concentración, en µg/L, de Hg en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.2, punto 4.12)
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.2, punto 4.4)
- Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

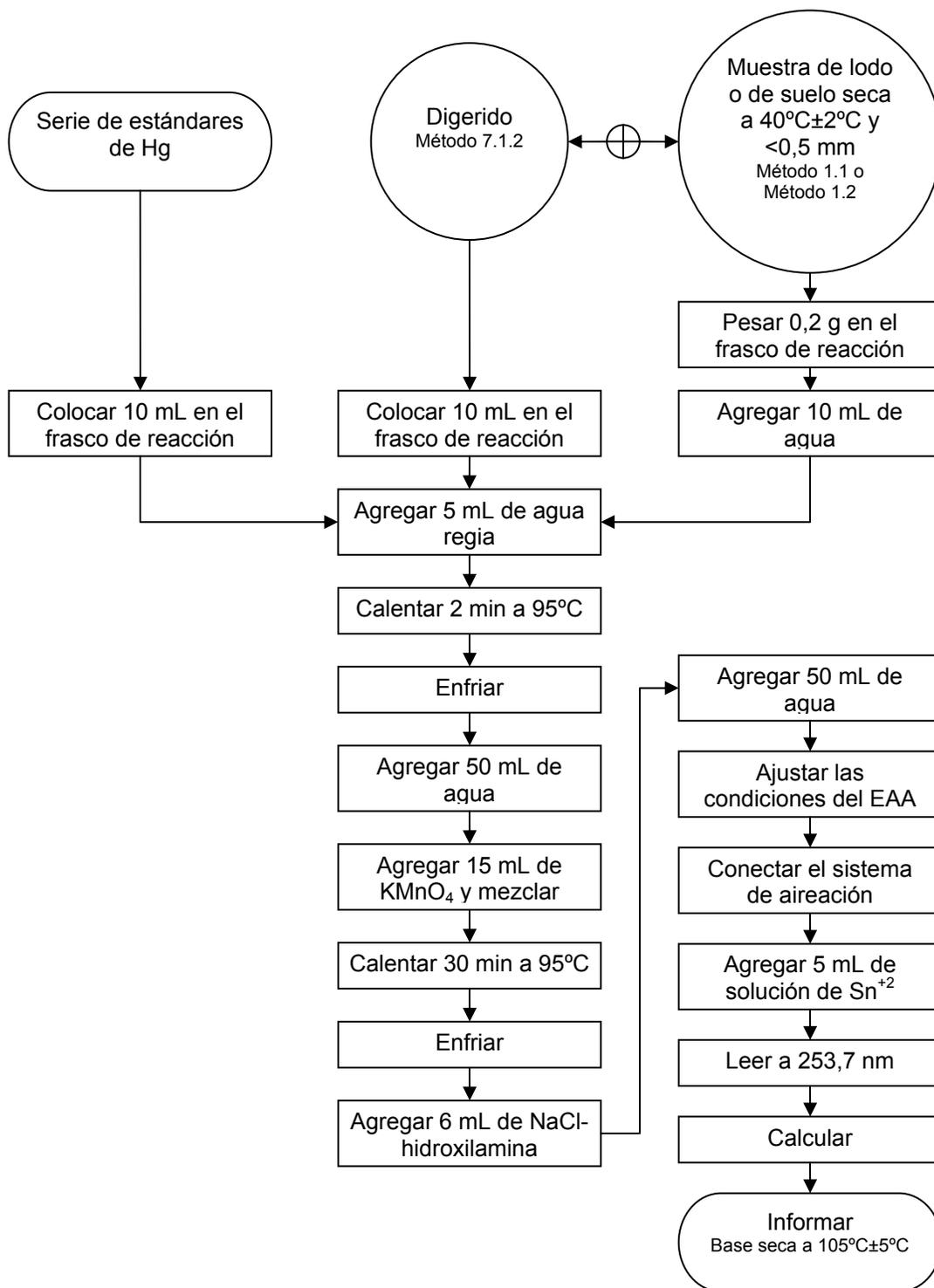
## 6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.2.1 o 5.2.2, en mg/kg con un decimal, como:

Mercurio total = ... mg/kg de Hg, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 7 Bibliografía

- 7.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7471A. 1994. Mercury in solid or semisolid waste (manual cold-vapor technique) Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 7.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3112 Metals by cold-vapor atomic absorption spectrometry. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-23 a 3-24.



**Figura 9.5.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.5.1.

## 9 METALES

### 9.6 Níquel

#### 9.6.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de níquel por espectrofotometría de absorción atómica de llama aire – acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de níquel en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de determinación instrumental de 0,15 mg/L de Ni o menor y un rango óptimo de concentración de 0,3 mg/L a 10 mg/L de Ni.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de níquel en:
  - 1.4.1 Lodos es de 80 mg/kg de Ni para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de níquel en lodos es de 420 mg/kg de Ni.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 112 mg/kg de Ni, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 50 mg/kg de Ni, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de níquel es de 30 mg/kg de Ni.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Absorción no específica que requiere corrección de fondo.
- 2.2 Altas concentraciones hierro, cobalto o cromo pueden interferir. Se minimizan usando llama de óxido nitroso – acetileno.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:  
Lámpara de níquel,  
Longitud de onda: 232,0 nm,  
Combustible: acetileno,  
Oxidante: aire,  
Corrección de fondo: se requiere.

##### 4 Reactivos

- Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S/cm}$  (0,006 – 0,01 mS/m)).
- 4.1 Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$ , 100%,  $d=1,52$  kg/L.
  - 4.2 Solución estándar de níquel de 1000 mg/L de Ni.  
Disponibile en el comercio.
  - 4.3 Solución estándar de níquel de 50 mg/L de Ni.  
A un matraz aforado de 100 mL agregar:
    - 5 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Ni (4.2),
    - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),

- agua hasta enrasar.
- 4.4 Serie de estándares de níquel.  
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 50 mg/L de Ni (4.3),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene: 0,0-0,5-1,0-2,5-5,0-10,0 mg/L de Ni.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar a 232,0 nm con la serie de estándares de níquel (4.4).
- 5.3 Leer la concentración de níquel en los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificadas y del duplicado de esta muestra fortificada.

### Nota 1

Si la concentración en los digeridos es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Ni en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de Ni en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Ni, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de Ni en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 0,8 mg/L y 1,2 mg/L de Ni. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de Ni en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (0,8 mg/L y 1,2 mg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Ni total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Ni (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en mg/L, de Ni en la muestra
- b = concentración, en mg/L, de Ni en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)

Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

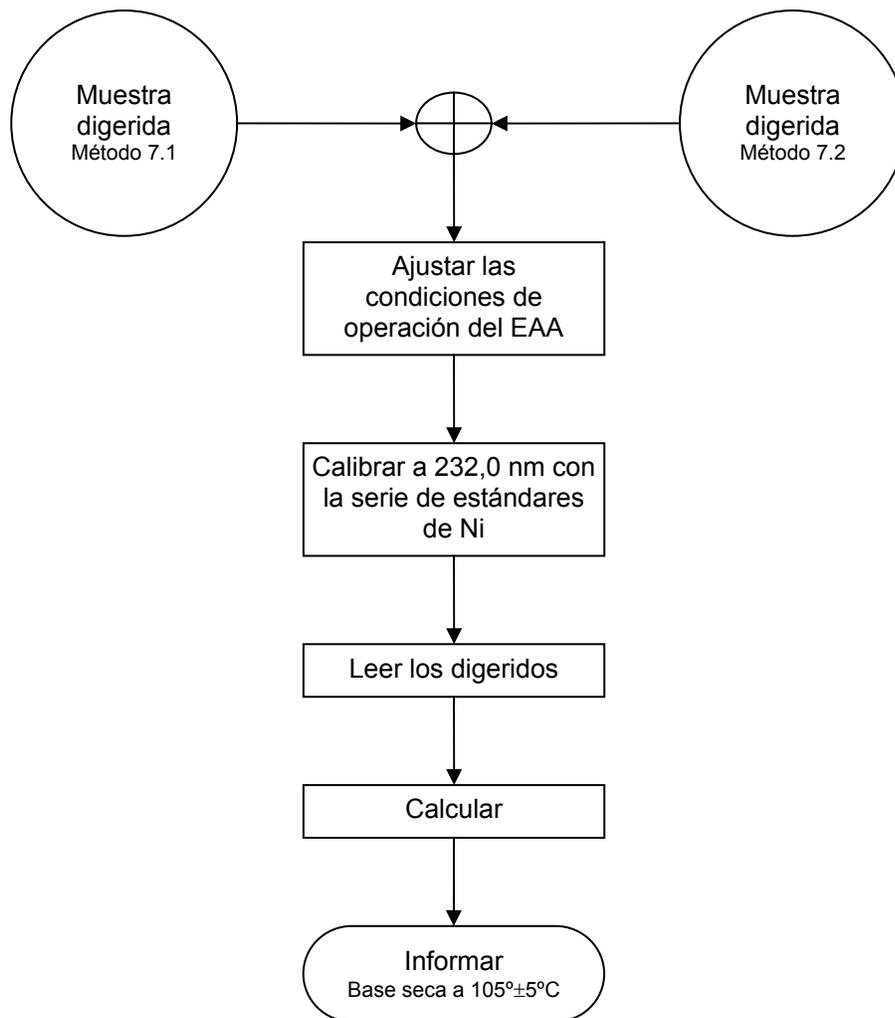
## 7 Informes

7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg sin decimales, como:

Níquel total = ... mg/kg de Ni, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7520. 1986. Nickel (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3500-Ni Nickel. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-71 a 3-87.



**Figura 9.6.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.6.1.

## 9 METALES

### 9.7 Plomo

#### 9.6.1 EAA de llama aire – acetileno por aspiración directa (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de plomo por espectrofotometría de absorción atómica de llama aire – acetileno por aspiración directa.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de plomo en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de determinación instrumental de 0,5 mg/L o menor de Pb y un rango óptimo de concentración de 1 mg/L a 20 mg/L de Pb.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de plomo en:
  - 1.4.1 Lodos es de 300 mg/kg de Pb para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de níquel en lodos es de 400 mg/kg de Pb.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 75 mg/kg de Pb, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 50 mg/kg de Pb, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de níquel es de 50 mg/kg de Pb.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Absorción no específica que requiere corrección de fondo.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:  
Lámpara de plomo,  
Longitud de onda: 283,3 nm,  
Combustible: acetileno,  
Oxidante: aire,  
Corrección de fondo: se requiere.

##### 4 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1  $\mu\text{S/cm}$  (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 4.1 Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$ , 100%,  $d=1,52$  kg/L.
- 4.2 Solución estándar de plomo de 1000 mg/L de Pb.  
Disponible en el comercio.
- 4.3 Solución estándar de plomo de 100 mg/L de Pb.  
A un matraz aforado de 100 mL agregar:
  - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Pb (4.2),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),

- agua hasta enrasar.
- 4.4 Serie de estándares de plomo.  
A seis matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Pb (4.3),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (5.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene: 0-1-2-5-10-20 mg/L de Pb.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar a 283,3 nm con la serie de estándares de plomo (4.4).
- 5.3 Leer la concentración de plomo en los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificada y del duplicado de esta muestra fortificada.

### Nota 1

Si la concentración en los digeridos es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Pb en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de Pb en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Ni, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de Pb en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 1,6 mg/L y 2,4 mg/L de Pb. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de Pb en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (1,6 mg/L y 2,4 mg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Pb total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Pb (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en mg/L, de Pb en la muestra
- b = concentración, en mg/L, de Pb en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)

Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

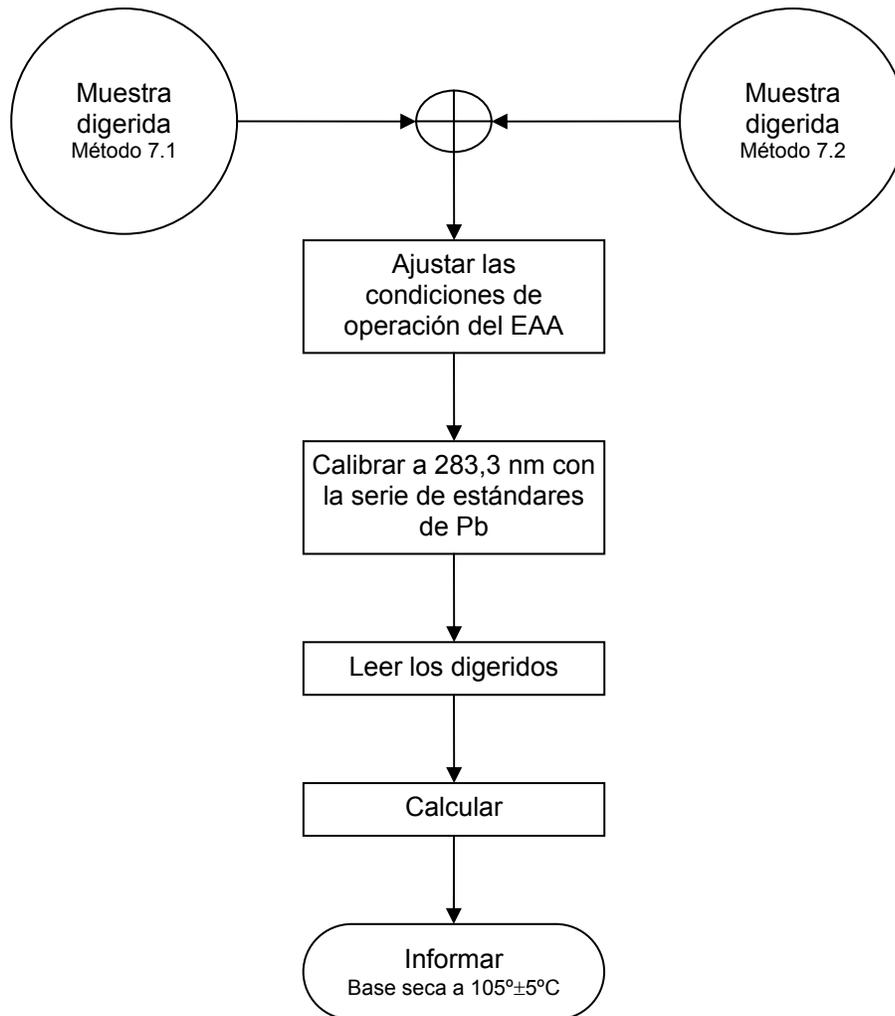
## 7 Informes

7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg sin decimales, como:

Plomo total = ... mg/kg de Pb, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7420. 1986. Lead (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21<sup>st</sup> Edition. 2005. 3500-Pb Lead. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Port City Press, Baltimore, Maryland, p: 3-79 a 3-80.



**Figura 9.7.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.7.1.

## 9 METALES

### 9.8 Selenio

#### 9.8.1 EAA electrotérmica (lodos y suelos)

##### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 7.1 o del Método 7.2 se determina la concentración de selenio por espectrofotometría de absorción atómica electrotérmica (con horno de grafito), previa adición de una solución de nitrato de níquel para minimizar las pérdidas por volatilización de Se.
- 1.2 Este método es aplicable en la determinación de selenio en lodos generados de plantas de tratamiento de aguas servidas y en suelos.
- 1.3 Este método tiene un límite de detección instrumental de 2 µg/L o menor de Se y un rango óptimo de concentración de 5 µg/L a 100 µg/L de Se.
- 1.4 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la concentración máxima permitida de selenio en:
  - 1.4.1 Lodos es de 50 mg/kg de Se para la aplicación en suelos con severas limitaciones para uso agrícola o en suelos forestales. Para la aplicación en suelos degradados, la concentración máxima permitida de arsénico en lodos es de 100 mg/kg de Se.
  - 1.4.2 Suelos receptores de lodos de la macrozona norte es de 4 mg/kg de Se, si el pH del suelo es mayor de 6,5, y de 3 mg/kg de Se, si el pH del suelo es menor o igual a 6,5. Para los suelos receptores de lodos de la macrozona sur de pH mayor de 5, la concentración máxima permitida de selenio es de 4 mg/kg de Se.

##### 2 Interferencias

- 2.1 Ver Método 8.3 punto 2.
- 2.2 El Se elemental y muchos de sus compuestos son volátiles, por lo tanto, deben digerirse muestras fortificadas para determinar si el método de disolución es adecuado.
- 2.3 Además de las interferencias normales que ocurren en el análisis con horno de grafito, el análisis de Se puede sufrir severa absorción no específica y dispersión de la luz, por lo que debe usarse corrección de fondo.

##### 3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito (ver Método 8.3, punto 4) con lámpara de selenio.

##### 4 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos para análisis de trazas y agua reactivo Tipo I de ASTM D1193 (1999) o Grado 1 de ISO 3696 (1987) (CE máxima 0,06 – 0,1 µS/cm (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 4.1 Ácido nítrico, HNO<sub>3</sub>, 100%, d=1,52 kg/L.
- 4.2 Solución de nitrato de níquel, 0,1% en Ni.  
Disolver 0,5 g de Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O en agua y diluir a 100 mL.
- 4.3 Solución estándar de selenio de 1000 mg/L de Se.
  - 4.3.1 Disolver 1,73 g de ácido selenioso, H<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub>, en agua y diluir a 1000 mL.
  - 4.3.2 Disponible en el comercio.
- 4.4 Solución estándar de selenio de 10 mg/L de Se.

- A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
- 1 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Se (4.3),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- 4.5 Solución estándar de selenio de 0,5 mg/L de Se.  
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
- 5 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Se (4.4),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- 4.6 Serie de estándares de selenio.  
A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 0,5 mg/L de Se (4.5),
  - 10 mL de ácido nítrico 100% (4.1),
  - agua hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene 0-5-10-25-50-100 µg/L de Se.  
Preparar diariamente.

## 5 Procedimiento

- 5.1 Montar, alinear el horno de grafito y seleccionar las condiciones de operación según las instrucciones del fabricante del espectrofotómetro (3.1). Usar corrección de fondo.
- 5.2 Calibrar el instrumento inyectando un volumen adecuado de cada una de la soluciones de la serie de estándares de selenio (4.6) con un volumen igual de solución de nitrato de níquel (4.2). Leer a 196,0 nm cada solución estándar en triplicado para verificar la precisión del método.
- 5.3 Inyectar una alícuota, de volumen igual al usado con la serie de estándares, de los digeridos provenientes del Método 7.1, punto 4.10, o del Método 7.2, punto 4.12. Estos digeridos incluyen los de las muestras, del blanco, de la muestra de referencia fortificada, de una de las muestras fortificada y del duplicado de esta muestra fortificada. Inyectar el mismo volumen de solución de nitrato de níquel (4.2).
- 5.4 Aplicar el programa seleccionado y repetir hasta obtener resultados reproducibles.

### Nota 1

Si la concentración de la muestra es mayor que la de la solución estándar más alta, diluir manteniendo una concentración de ácido nítrico de 10% y reanalizar.

- 5.5 Limpiar el tubo a intervalos regulares durante una serie de determinaciones cuando el blanco detecta efectos de memoria (contaminación cruzada), debido a que el metal no se ha volatilizado totalmente durante la atomización.

## 6 Cálculos

- 6.1 Examinar los valores obtenidos de concentración de Se en los digeridos.

### Nota 2

Si la concentración de Se en el blanco del método es menor que el *límite de detección del método* (Método 8.1, Nota 2) o menor que el 10% de la concentración de la muestra más baja en Se, cualquiera sea mayor, entonces el blanco del método se puede considerar aceptable. Si no es así, volverlo a leer y si aún es inaceptable, todas las muestras después del último blanco del método aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 3

La concentración de Se en la muestra de referencia fortificada debe ser igual al valor de referencia más un valor entre 8 µg/L y 12 µg/L de Se. Si esto no se cumple, volverla a leer. Si aún es inaceptable, todas las muestras después de la última muestra de referencia aceptable deben repararse y reanalizarse.

### Nota 4

La recuperación de Se en la muestra fortificada debe estar entre 80% y 120% (8 µg/L y 12 µg/L) y la diferencia relativa con el duplicado de la muestra fortificada debe ser menor del 20%. Si no es así, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (Método 8.1, punto 5.5).

- 6.2 Calcular la concentración, expresada en mg/kg, de Se total en base a muestra seca a 105°C±5°C, según:

$$\text{Se (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times v \times d}{m \times 1000} \times Fh$$

donde:

- a = concentración, en µg/L, de Se en el digerido de la muestra
- b = concentración, en µg/L, de Se en el blanco
- v = volumen, en mL, de digerido (Método 7.1, punto 4.10 o Método 7.2, punto 4.12)
- d = factor de dilución, si corresponde
- m = masa, en g, de muestra (Método 7.1, punto 4.1 o Método 7.2, punto 4.4)
- Fh = factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.1.4 para lodos y punto 4.2.2 para suelos)

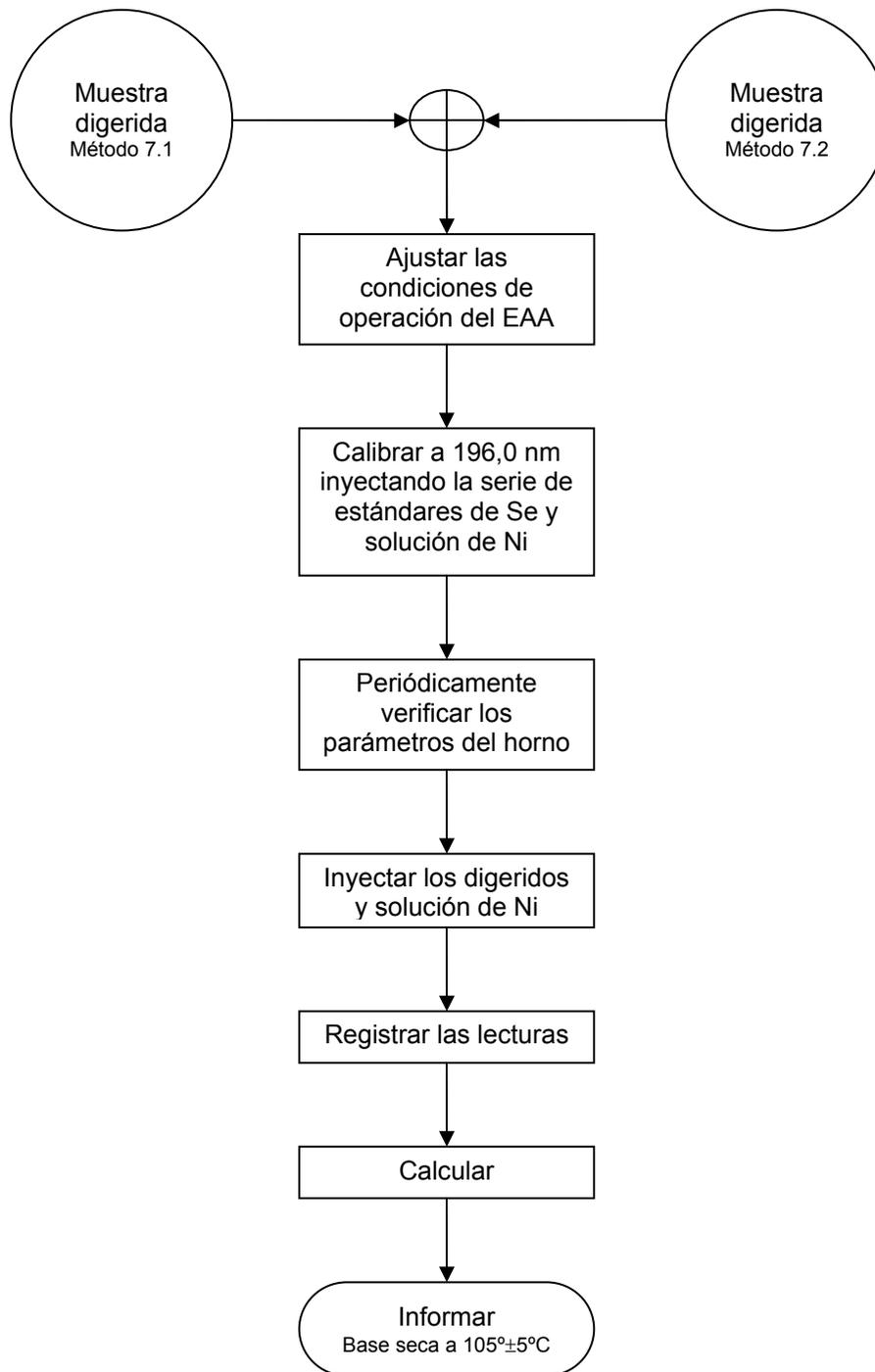
## 7 Informes

- 7.1 Informar el resultado obtenido en 6.2, en mg/kg con un decimal, como:

Selenio total = ... mg/kg de Se, en base a muestra seca a 105°C±5°C

## 8 Bibliografía

- 8.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.2 EPA (United States Environmental Protection Agency). Method 7740. 1986. Selenium (atomic absorption, furnace technique). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.4 TMECC Method 04.06-Se. 2001. Selenium. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.



**Figura 9.8.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.8.1.

## 10 TEXTURA (suelos)

### 10.1 Hidrómetro

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 En el método básico, también conocido como “Método de Bouyoucos”, la muestra de suelo seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2$  mm se dispersa con hexametáfosfato de sodio. Luego, se mide la densidad de la suspensión resultante con un hidrómetro después de 40 s y de 7 h de sedimentación y con las lecturas obtenidas se calcula la distribución de las partículas de arcilla, limo y arena.
- 1.2 El método básico es aplicable en suelos receptores de lodos no salinos y con contenidos bajos de materia orgánica.
- 1.3 Si el suelo es salino y/o tiene un contenido importante de materia orgánica, es recomendable realizar pretratamientos para minimizar los problemas de dispersión.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Plancha calefactora o baño de arena.
- 2.2 Bomba de agua o sifón.
- 2.3 Batidora con un vástago que gire a tres velocidades.
- 2.4 Probetas para sedimentación de 1 L, preferentemente de una altura de 457 mm y de un diámetro de 64 mm (ASTM D\_422).
- 2.5 Termómetro  $0$ - $50^{\circ}\text{C}$ .
- 2.6 Bagueta de un largo aproximado de 60 cm y provista de un disco perforado en un extremo.
- 2.7 Hidrómetro estándar (ASTM N° 1, 152 H), con escala Bouyoucos en g/L.

#### 3 Reactivos

- 3.1 Solución dispersante.  
Disolver 50 g de hexametáfosfato de sodio,  $(\text{Na PO}_3)_6$ , en agua agregando lentamente el polvo sobre alrededor de 800 mL de agua con agitación constante. Diluir a 1 L.
- 3.2 Agua oxigenada (peróxido de hidrógeno),  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 30%. Opcional.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Examinar los resultados obtenidos en los análisis del suelo de materia orgánica (Método 6.1) y de conductividad eléctrica (Método 5.1).
  - 4.1.1 Si los resultados indican:
    - materia orgánica  $> 1\%$Continuar con “Eliminación de la materia orgánica” (punto 4.2).
  - 4.1.2 Si los resultados indican:
    - materia orgánica  $< 1\%$ , y
    - conductividad eléctrica (CE 1:5)  $> 2$  dS/m.Continuar con “Eliminación de las sales solubles” (punto 4.3).
  - 4.1.4 Si los resultados indican:
    - materia orgánica  $< 1\%$ ,
    - conductividad eléctrica (CE 1:5)  $< 2$  dS/m.Continuar con “Método básico” (punto 4.4).
- 4.2 Eliminación de la materia orgánica.
  - 4.2.1 Pesar 40 g a 50 g (exactitud 0,1 g) de muestra de suelo seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2$  mm (Método 1.2) en un vaso de vidrio de 400-600 mL.
  - 4.2.2 Agregar alrededor de 50 mL de agua.

- 4.2.3 Agregar 10 mL de agua oxigenada (3.2) y cubrir con un vidrio de reloj.
- 4.2.4 Dejar que la reacción inicial se complete y colocar sobre una plancha calefactora (4.1).
- Nota 1**  
Si la espuma excede la capacidad del vaso, trasladar a uno de mayor capacidad.
- 4.2.5 Calentar a menos de 90°C y agregar porciones de 5 mL de agua oxigenada (3.2) cada 30 min hasta que no se observe reacción.
- 4.2.6 Hervir suavemente durante una hora para eliminar el exceso de agua oxigenada.
- 4.2.7 Enfriar, dejar sedimentar y eliminar el sobrenadante con un sifón (4.2).
- 4.2.8 Continuar procesando el residuo según las siguientes alternativas:
- 4.2.8.1 Si el suelo es salino, continuar con el punto 4.3.2.
- 4.2.8.2 Si el suelo es no salino, continuar con el punto 4.4.2.
- 4.3 Eliminación de sales solubles.
- 4.3.1 Pesar 40 g a 50 g (exactitud 0,1 g) de muestra de suelo seca a 40°C±2°C y <2 mm (Método 1.2) en un vaso de vidrio de 400-600 mL.
- 4.3.2 Agregar alrededor de 200 mL de agua y agitar.
- 4.3.3 Filtrar al vacío y lavar el residuo con agua.
- 4.3.4 Repetir el lavado hasta la eliminación de las sales.
- Nota 2**  
Evitar el exceso de lavado porque se puede producir desfloculación y pérdida de arcilla a través del filtro.
- 4.3.5 Transferir cuantitativamente el residuo a un vaso de 400-600 mL, usando una piseta con agua hasta completar un volumen de alrededor de 100 mL.
- 4.3.6 Continuar con el punto 4.4.3.
- 4.4 Método básico.
- 4.4.1 Pesar 40 g a 50 g (exactitud 0,1 g) de muestra de suelo seca a 40°C±2°C y <2 mm (Método 1.2) en un vaso de vidrio de 400-600 mL. Incluir un blanco.
- 4.4.2 Agregar alrededor de 100 mL de agua.
- 4.4.3 Agregar 100 mL de solución dispersante (3.1). Mezclar.
- 4.4.4 Dejar reposar durante la noche.
- 4.4.5 Transferir cuantitativamente al vaso de la batidora (2.3) y agitar por 2 min usando la velocidad baja (suelos arenosos) o media (suelos de texturas medias) o alta (suelos arcillosos).
- 4.4.6 Transferir cuantitativamente a una probeta de sedimentación (2.4) y diluir a 1 L.
- 4.4.7 Mezclar bien levantando y bajando la bagueta (2.6) una diez veces en la suspensión.
- Nota 3**  
Si se forma espuma, agregar unas gotas de alcohol.
- 4.4.8 Inmediatamente introducir el hidrómetro y registrar su lectura a los 40 s de terminada la agitación.
- 4.4.9 Sacar el hidrómetro y medir la temperatura de la suspensión.
- 4.4.10 Dejar reposar durante 7 h.
- 4.4.11 Introducir el hidrómetro y registrar su lectura.
- 4.4.12 Sacar el hidrómetro y medir la temperatura de la suspensión.

## 5 Cálculos

- 5.1 Calcular el contenido de limo + arcilla, en %, según:

$$(\text{limo} + \text{arcilla})\% = \frac{[a_{40s} + ((20 - t_{a40s}) \times 0,35)] - [b_{40s} + ((20 - t_{b40s}) \times 0,35)]}{m \times (1 - 0,01 \times \text{MO} / \text{Fh}_{\text{suelo}})} \times 100 \times \text{Fh}_{\text{suelo}}$$

donde:

- $a_{40s}$  = lectura, en g/L, de la muestra a los 40 s  
 $b_{40s}$  = lectura, en g/L, del blanco a los 40 s  
 $t_{a40s}$  = temperatura, en °C, de la muestra a los 40 s

$t_{b40s}$  = temperatura, en °C, del blanco a los 40 s  
 0,35 = factor de corrección por temperatura  
 $m$  = masa, en g, de muestra  
 MO = materia orgánica, en % (Método 6.1)  
 $Fh_{suelo}$  = Factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.2.2)

**Nota 6**

La literatura informa factores de corrección por temperatura que varían entre 0,3 g/L y 0,5 g/L por cada °C.

**Nota 7**

El término “ $0,01 \times MO / Fh_{suelo}$ ” del denominador de la fórmula se incluye solamente si en el procedimiento se eliminó materia orgánica.

5.2 Calcular el contenido de arcilla, en %, según:

$$\text{arcilla (\%)} = \frac{[a_{2h} + ((20 - t_{a2h}) \times 0,35)] - [b_{2h} + ((20 - t_{b2h}) \times 0,35)]}{m \times (1 - 0,01 \times MO / Fh_{suelo})} \times 100 \times Fh_{suelo}$$

donde:

$a_{2h}$  = lectura, en g/L, de la muestra a las 7 h  
 $b_{2h}$  = lectura, en g/L, del blanco a las 7 h  
 $t_{a2h}$  = temperatura, en °C, de la muestra a las 7 h  
 $t_{b2h}$  = temperatura, en °C, del blanco a las 7 h  
 0,35 = factor de corrección por temperatura  
 $m$  = masa, en g, de muestra  
 MO = materia orgánica, en % (Método 6.1)  
 $Fh_{suelo}$  = Factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.2.2)

**Nota 8**

La literatura informa factores de corrección por temperatura que varían entre 0,3 g/L y 0,5 g/L. por cada °C.

**Nota 9**

El término “ $0,01 \times MO$ ” del denominador de la fórmula se incluye solamente si en el procedimiento se eliminó materia orgánica.

5.3 Calcular el contenido de limo, en %, según:

$$\text{Limo (\%)} = (\text{limo} + \text{arcilla}) - (\text{arcilla})$$

donde:

(limo + arcilla) = (limo + arcilla), en %, calculado en 5.1  
 (arcilla) = arcilla, en %, calculado en 5.2

5.4 Calcular el contenido de arena, en %, según:

$$\text{arena (\%)} = 100 - (\text{limo} + \text{arcilla})$$

donde:

(limo + arcilla) = (limo + arcilla) % calculado en 5.1

**6 Informes**

6.1 Informar los resultados obtenidos en 5.2, 5.3 y 5.4, sin decimales, como:

Arcilla (<0,002 mm)	= ... %
Limo (0,002 mm a 0,05 mm)	= ... %
Arena (>0,05 mm)	= ... %

## 7 Bibliografía

- 7.1 Day, P. R. 1965. Particle fractionation and particle-size analysis. *In*: Black, C.A. (ed) Methods of soil analysis, Part I, Agronomy N° 9, American Society of Agronomy, Madison, WI, USA, p. 545-567.
- 7.2 Dewis, J. and F. Freitas. 1970. Physical and chemical methods of soil and water analysis. FAO, Soils Bulletin N° 10, Rome, Italy. 275 p.
- 7.3 Millán A., R. 2007. AGROLAB Ltda., Santiago, Chile (Comunicación personal).
- 7.4 Sheldrick, B.H. and C. Wang. 1993. Particle size distribution. *In*: Carter, M.R. (ed.) Soil sampling and methods of analysis. Chapter 47. Canadian Society of Soil Science. Lewis Publishers, p. 499-511.
- 7.5 USDA (United States Department of Agriculture). 2004. Soil survey laboratory methods manual. Soil Survey Investigations Report N° 42. Version 4.0. U.S. Department of Agriculture, Washington DC, USA, 700p.

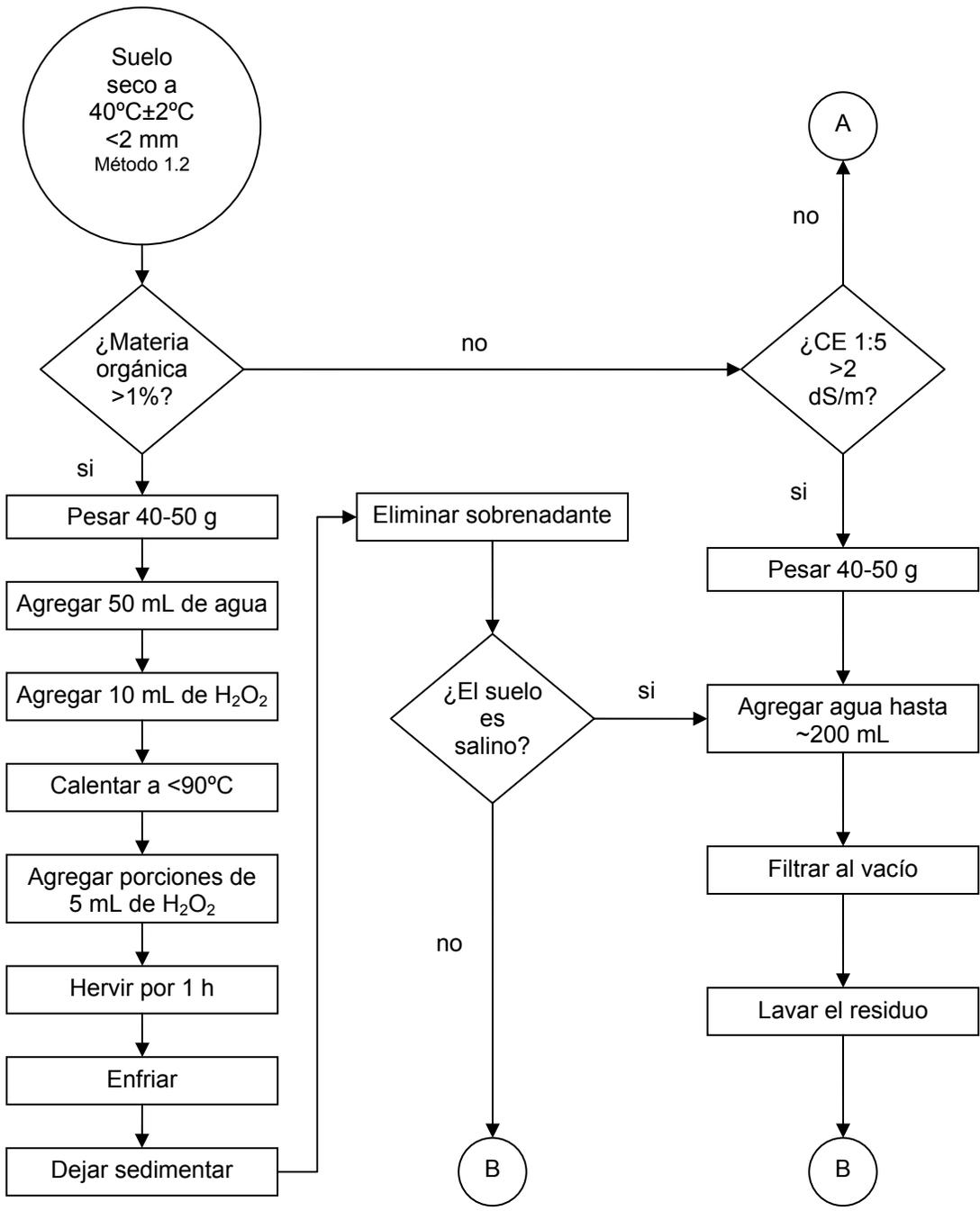
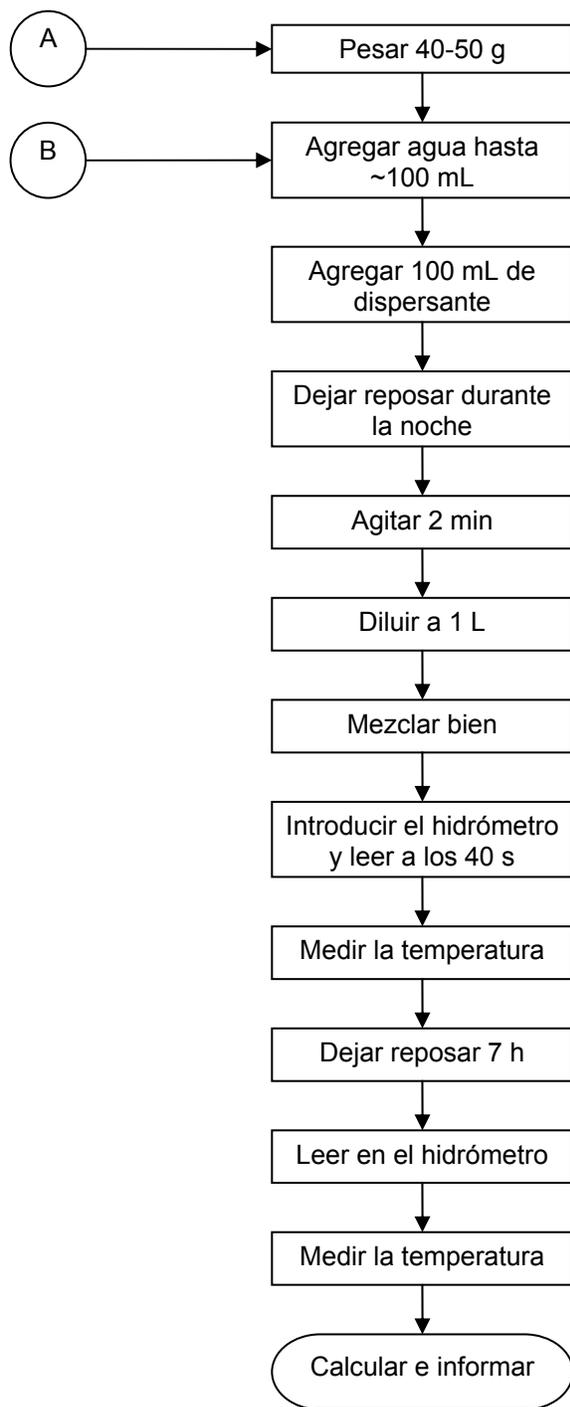


Figura 10.1-1. Diagrama de flujo del Método 10.1. (continúa..)



**Figura 10.1-1.** Diagrama de flujo del Método 10.1. (continuación)

## 10 TEXTURA (suelos)

### 10.2 Clase textural

#### 1 Principio y alcance

- 1.1 Los resultados obtenidos con el Método del hidrómetro (Método 10.1) se interpolan en un triángulo denominado “triángulo textural”, que consiste en un gráfico de tres ejes que representan al contenido de arcilla, limo y arena, respectivamente, y que está dividido en una serie de áreas correspondientes a las diversas clases texturales.
- 1.2 Este método es aplicable a los análisis de textura en suelos.
- 1.3 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la aplicación de lodos está restringida en los suelos que tengan una profundidad efectiva igual o superior a 50 cm y que cuenten con una clase textural franca o con predominancia de textura franca (franco arcillosa a franco arenosa).

#### 2 Procedimiento

- 2.1 Seleccionar los resultados de dos de las fracciones determinadas por el Método 10.1.
- 2.2 Interpolarse el porcentaje de una de las fracciones seleccionadas en el eje correspondiente del triángulo textural (Figura 10.2.1).
- 2.3 Desde el punto interpolado, trazar una paralela al eje de la otra fracción seleccionada.
- 2.4 Interpolarse en la paralela el porcentaje de la segunda fracción seleccionada.
- 2.5 Leer la clase textural del área de ubicación del punto.

#### 3 Informes

- 3.1 Informar el resultado obtenido en 2.5, como:

Clase textural del suelo = ....

#### 4 Bibliografía

- 4.1 Millán A., R. 2007. AGROLAB Ltda., Santiago, Chile.
- 4.2 Soil Survey Staff. 2006. Keys to Soil Taxonomy, 10th ed. USDA-Natural Resources Conservation Service, Washington, DC, USA, 333 p.

Tamaño de las partículas en mm.	
Arena	: 0,050 - 2,00
Limo	: 0,002 - 0,05
Arcilla	: <0,002

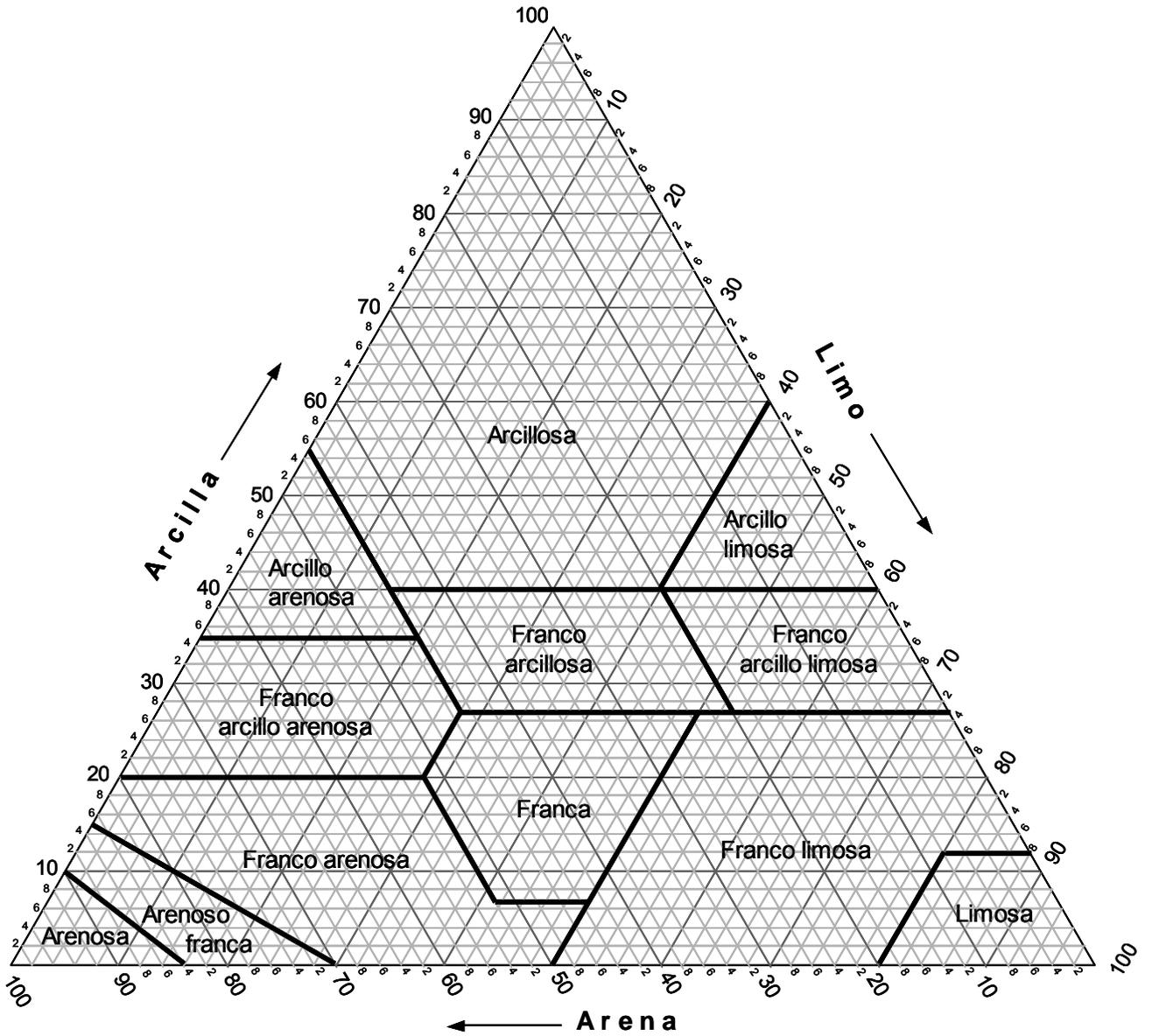


Figura 10.2.1 Triángulo textural (gentileza de Rodrigo Millán A., 2007).

## 11 ARENA (suelos)

### 11.1 Gravimetría

#### 1 Principio

- 1.1 La muestra de suelo seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  y  $< 2$  mm se dispersa y se lava con agua sobre un tamiz con orificios de 0,05 mm. La fracción que no pasa por el tamiz se seca y se pesa.
- 1.2 Este es un método semicuantitativo para ser aplicado en potenciales suelos receptores de lodos.
- 1.3 El Proyecto Reglamento de CONAMA establece que la aplicación de lodos está restringida en los suelos con contenidos de arena igual o superior a 70% que se encuentren en zonas de precipitación media anual superior a 100 mm.

#### 2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Batidora con un vástago que gire a tres velocidades.
- 2.2 Tamiz de acero inoxidable o de otro material inerte, con orificios de 0,05 mm.
- 2.3 Guantes de goma.

#### 3 Reactivos

- 3.1 Solución dispersante.  
Disolver 50 g de hexametáfosfato de sodio,  $(\text{Na PO}_3)_6$ , en agua agregando lentamente el polvo sobre alrededor de 800 mL de agua con agitación constante. Diluir a 1 L.

#### 4 Procedimiento

- 4.1 Pesar 20 g a 50 g (exactitud 0,1 g) de muestra de suelo seca a  $40^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  (Método 1.2) en un vaso de vidrio de 400-600 mL.
- 4.2 Agregar alrededor de 100 mL de agua.
- 4.3 Agregar 100 mL de solución dispersante (3.1). Mezclar.
- 4.4 Dejar reposar durante la noche.
- 4.5 Transferir cuantitativamente al vaso de batidora (2.1) y agitar por 2 min usando la velocidad baja (suelos arenosos) o media (suelos de texturas medias) o alta (suelos arcillosos).
- 4.6 Transferir cuantitativamente sobre el tamiz (2.2).
- 4.7 Lavar bajo el chorro del agua potable, disgregando los agregados con las manos protegidas con guantes (2.3).
- 4.8 Trasladar cuantitativamente la fracción que queda sobre el tamiz a una cápsula prepesada con la ayuda de una mínima cantidad de agua.
- 4.9 Secar en una estufa con aire forzado a  $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$  durante la noche.
- 4.10 Enfriar y pesar.

#### 5 Cálculos

- 5.1 Calcular el contenido de arena en la muestra, según:

$$\text{Arena (\%)} = \frac{a - c}{m} \times 100 \times Fh_{\text{suelo}}$$

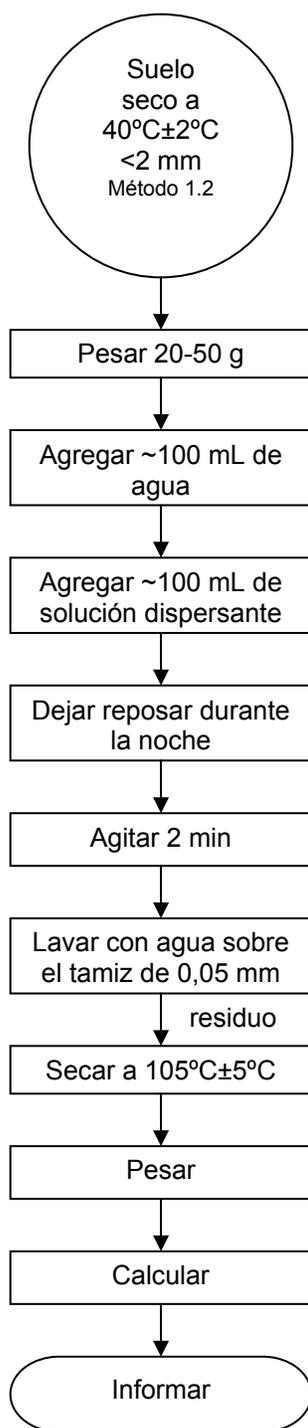
donde:

a = masa, en g, del residuo + cápsula  
c = masa, en g, de la cápsula  
m = masa, en g, de muestra  
 $F_{h_{\text{suelo}}}$  = Factor de corrección por humedad (Método 2.1, punto 4.2.2)

## 6 Informes

6.1 Informar el resultado obtenido en 5.1, sin decimales, como:

Arena = ... %



**Figura 11.1-1.** Diagrama de flujo del Método 11.1.