

02294
319/00
1/2
HH

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2797:2000**

**DESECHOS SÓLIDOS Y
SEMISÓLIDOS PELIGROSOS.
PROCEDIMIENTO DE
LIXIVIACIÓN**



PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a las directrices del Comité Técnico de Normalización **CT44 Calidad Ambiental**, por el Subcomité Técnico **SC3 Suelo** y aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior N° **2000-06** de fecha **21/06/2000**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: Universidad Simón Bolívar (Unidad de Gestión Ambiental); Universidad Central de Venezuela (Dpto. de Ingeniería Sanitaria); Ministerio de Salud y Desarrollo Social - MSDS; Ministerio de ambiente y de los Recursos Naturales - MARN; Universidad Central de Venezuela (Instituto de Ciencia de la Tierra), PROSERVFACICA – UCV - Ciencias; Promotora Maragua; PDVSA-INTEVEP.



**NORMA VENEZOLANA
DESECHOS SÓLIDOS Y SEMISÓLIDOS
PELIGROSOS. PROCEDIMIENTO
DE LIXIVIACIÓN**

**COVENIN
2797:2000**

1 OBJETO

1.1 Esta Norma Venezolana establece el procedimiento a seguir para lixiviar los componentes orgánicos e inorgánicos presentes en un desecho que ha sido caracterizado como peligroso. El proceso simula la movilidad potencial de los componentes solubles de desechos dispuestos en un relleno sanitario, por efecto de un disolvente acuoso.

1.2 Este método se aplica a los desechos que se encuentran en estado sólido o semisólidos cuyo contenido de sólidos sea superior al 0,5%.

1.3 El procedimiento se aplica para evaluar a los desechos que hayan sido sometidos a tratamiento y eliminado sus características peligrosas, a fin de que su disposición final, sea de conformidad con las normativas ambientales vigentes.

1.4 Esta Norma Venezolana no aplica a la determinación de la composición del extracto final de la lixiviación. Para la determinación de los parámetros requeridos, se debe consultar las normas COVENIN correspondientes.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplican las siguientes definiciones:

3.1 Desecho

Material, sustancia, solución, mezcla u objeto para los cuales no se prevé un destino inmediato y deba ser eliminado o dispuesto en forma permanente.

3.2 Desecho peligroso

Desecho en cualquier estado físico sólido, líquido o gaseoso que presenta características peligrosas o que esta constituido por sustancias peligrosas y que no conserva propiedades físicas ni químicas útiles y por lo tanto no puede ser reusado, reciclado, regenerado u otro diferente.

3.3 Disposición final de desechos peligrosos

Operación que permite mantener minimizadas las posibilidades de migración de los componentes de un desecho peligroso al ambiente en forma permanente, de conformidad con las normas establecidas.

3.4 Eliminación de desechos peligrosos

Proceso de transformación de los desechos peligrosos, previo a la disposición final, cuyo objetivo no sea el aprovechamiento de alguno de sus componentes, ni de su contenido energético, ni conduzca a la recuperación de los elementos resultantes.

3.5 Lixiviación

Separación, remoción selectiva o disolución de componentes solubles de un cuerpo sólido o semisólido por la acción de fluidos de percolación o fluidos de extracción.

3.6 Lixiviado

La sustancia obtenida por efecto de la lixiviación.

3.7 Peligro

Fuente u origen de un riesgo a la salud o al ambiente; amenaza que puede causar un accidente con consecuencia a la salud o al ambiente.

3.8 Relleno sanitario

Es la técnica empleada para la disposición final de los desechos sólidos municipales en el suelo, fundamentada en criterios de ingeniería y normas operacionales y específicas, de tal manera que el confinamiento de los desechos se haga en forma segura y confiable para minimizar el impacto a la salud pública y al ambiente.

3.9 Tratamiento de desechos peligrosos

Operaciones realizadas con la finalidad de reducir o anular algunas de las características peligrosas del desecho, a los fines de facilitar su manejo.

3.10 Tóxicos (Venenos) agudos

Sustancias o desechos que pueden causar la muerte o lesiones graves o daños a la salud humana, si se ingieren o inhalan o entran en contacto con la piel.

3.11 Concentraciones máximas permisibles en lixiviado

Son aquellos valores de concentraciones contaminantes, contenidos en los desechos, para determinar su toxicidad y efectos negativos al ambiente establecidos en la normativa legal vigente.

3.12 Características peligrosas

Son aquellas propiedades que presenta todo elemento, compuesto, material o mezcla de ellos que van a producir efectos de riesgo nocivos a la salud humana o pueden causar efectos adversos al ambiente debido a reacciones químicas o de manera espontánea.

4 MÉTODOS DE ENSAYO

4.1 Principio

El proceso para la lixiviación consiste en un método físico que comprende operaciones de filtración para separar del desecho las fases sólida y líquida. La fase sólida es filtrada con un solvente acuoso, obteniéndose un extracto que es separado por filtración. Este extracto es combinado y ponderado con la fase líquida originalmente separada, para generar así el lixiviado correspondiente. La Figura 1 muestra el diagrama de flujo del procedimiento para lixiviar el desecho.

4.2 Equipos y materiales

4.2.1 Equipo para agitación de las muestras

Utilizar un equipo de agitación rotatoria similar a los ilustrados en las figuras 2 y 3, en ellos pueden ser colocados varios recipientes de extracción para someterlos a rotación, a una velocidad constante de 30 ± 2 r.p.m., durante periodos continuos de 18 ± 2 h. Las cavidades o dispositivos para colocar los recipientes deben tener capacidad para alojar los dos tipos de envases para la extracción.

4.2.2 Recipiente de extracción

4.2.2.1 Para sustancias volátiles usar un recipiente especialmente diseñado para permitir que el extracto sea filtrado sin pasos intermedios, y sin necesidad de volverlo a abrir después de iniciada la extracción. La figura 4 muestra un recipiente de este tipo; estos envases son cilíndricos, con una capacidad interna de 500 a 600 ml; contienen un pistón o émbolo que debe desplazarse con cambios de presión inferiores a $1,05 \text{ kg/cm}^2$ (15 lb/pulg^2). El émbolo debe estar provisto de unas empaaduras de anillo para evitar que ocurra pérdida de presión sobre el mismo y escape de las sustancias. Las tapas superior e inferior son removibles; la superior

tiene una válvula para la entrada y salida del gas a presión, para mover el pistón y un dispositivo para medir la presión aplicada.

El recipiente está dotado de un soporte sobre el cual se coloca un filtro de fibra de vidrio de borosilicato, con un tamaño efectivo de poro $0,6\ \mu\text{m}$ a $0,8\ \mu\text{m}$ y capaz de resistir una presión de $3,51\ \text{kg/cm}^2$ ($50\ \text{lb/pulg}^2$).

El material del recipiente y del soporte debe ser inerte a los componentes del desecho, preferiblemente de vidrio de borosilicato de politetrafluoroetileno o de acero inoxidable (tipo 316).

4.2.2.2 Para sustancias no volátiles pueden utilizarse envases o botellas previstas de una tapa con cierre hermético. Las capacidades pueden variar de 1,5 a 4,0 l; deben estar fabricados de materiales inertes (vidrio de borosilicato, politetrafluoroetileno o acero inoxidable tipo 316), y si se van a utilizar solamente para extraer metales, pueden ser de polietileno de alta densidad, de polipropileno o de cloruro de polivinilo.

4.2.3 Equipo de filtración

4.2.3.1 Este equipo está constituido por el filtro y su soporte. El soporte debe ser apto para sostener filtros de fibra de vidrio de borosilicato con diámetros variables entre 47 mm y 142 mm, debe ser capaz de resistir una presión de hasta $10,55\ \text{kg/cm}^2$ ($150\ \text{lb/pulg}^2$), debe estar hecho de material que no reaccione con los componentes del desecho, y su volumen debe ser de 300 ml a 1,5 l.

4.2.3.2 Filtro: debe tener características similares a las del utilizado en el recipiente para sustancias volátiles (Véase 4.2.2.1).

4.2.4 Tamiz con tamaño efectivo de poro de 9,5 mm ($0,375\ \text{pulg.}$).

4.2.5 Medidor de pH con una precisión de $\pm 0,05$ a 25°C .

4.2.6 Recipiente sin espacio de aire para coleccionar el extracto de sustancias volátiles en la lixiviación tales como: bolsas tipo tedlar o jeringas de vidrio de borosilicato de politetrafluoroetileno o acero inoxidable con volúmenes de 600 ml o más.

4.2.7 Equipo para transferir el fluido de extracción al recipiente para sustancias volátiles; bombas de desplazamiento positivo o peristálticas, jeringas impermeables a gases y resistentes a los componentes del desecho. Cualquier equipo que permita efectuar la transferencia del líquido sin cambiar la naturaleza del fluido de extracción.

4.2.8 Balanza con precisión de $\pm 0,01\ \text{g}$.

4.2.9 Material usual de laboratorio.

4.3 Reactivos

4.3.1 Agua destilada y desionizada.

4.3.2 Ácido clorhídrico 1N.

4.3.3 Hidróxido de sodio 1N.

4.3.4 Ácido nítrico 1N.

4.3.5 Ácido acético glacial.

NOTA 1: Todas las sustancias que se utilicen deben ser de grado analítico.

4.3.6 Patrones analíticos de las sustancias a determinar.

4.3.7 Fluidos de extracción:

4.3.7.1 Fluido N° 1: Medir 500 ml de agua destilada y desionizada, colocarla en un beaker y agregar 5,7 ml de Ácido acético glacial; añadir 64,3 ml de Hidróxido de sodio 1N y completar con agua destilada y desionizada hasta 1 litro, el pH debe ser $4,93 \pm 0,05$.

4.3.7.2 Fluido N° 2: Medir 500 ml de agua destilada y desionizada, en un beaker y agregar 5,7 ml de Ácido acético glacial y completar con agua destilada y desionizada hasta 1 litro, el pH debe ser $2,88 \pm 0,05$.

NOTA 2: Almacenar los fluidos en envases provistos de tapas de plásticos refrigerados a 4 °C. Si al cabo de un tiempo presentan impurezas visibles o cambios de pH, no pueden ser utilizados en la extracción.

4.4 Interferencias

Se pueden considerar como interferencias todos aquellos factores que reduzcan la solubilidad de los componentes en el fluido de extracción o que cambien irreversiblemente las características del desecho. Estos factores pueden ser, entre otros: temperatura, pH, agitación insuficiente o poco tiempo de contacto entre el fluido y el desecho, área superficial de las partículas sólidas a lixiviar. En los análisis químicos para determinar la composición del desecho o del extracto final pueden presentarse interferencias químicas que escapen del objetivo de esta norma.

4.5 Procedimiento

4.5.1 Muestras requeridas para el ensayo

NOTA 3: Todas las determinaciones de peso deben ser realizadas con una precisión relativa de $\pm 1\%$.

4.5.1.1 Captar todas las muestras siguiendo un plan de muestreo acorde con objetivos que se persiguen a través de estas pruebas.

4.5.1.2 Para las pruebas de lixiviación se requiere muestras de más de 100 g por ensayo. Dependiendo del plan de muestreo, de la composición del desecho y del número de componentes a determinar, se debe estimar el peso total de muestra requerida. A manera de ilustración se puede realizar el siguiente cálculo: 100 g mínimo para determinar el porcentaje de sólidos presentes; 200 g si hay que reducir el tamaño de las partículas o si el material es difícil de transferir sin provocar pérdidas; 100 g para cada determinación de sustancias no volátiles, y otro tanto para las volátiles; 200 g para las pruebas de control de calidad y para tener duplicados; a éstas se debe añadir la cantidad requerida para analizar la composición química del desecho; en consecuencia, se puede necesitar de 1 a 3 kg de desechos.

4.5.1.3 La muestra se debe mantener a 4 °C, a menos que esta temperatura pudiera causar un cambio irreversible del desecho. No se debe añadir ningún preservativo para almacenar las muestras.

4.5.2 Acondicionamiento de los filtros

Si el desecho contiene sustancias metálicas, los filtros se deben lavar previamente con ácido nítrico 1 N y luego con agua destilada y desionizada, tres veces seguidas, usando en cada lavado por lo menos 1 litro de agua.

4.5.3 Prueba de fugas de fluidos en el recipiente para extracción de sustancias volátiles

Esta prueba se debe practicar antes y después de realizar una extracción con este aparato. Según el diseño del equipo, aplicar, bien sea por medio de aire a presión o mecánicamente $3,51 \text{ kg/cm}^2$ (50 lb/pulg^2); colocar verticalmente y esperar 1 h para medir la presión; si se observa pérdida de presión, revisar todas las uniones y reemplazar las empacaduras del anillo.

Aplicar nuevamente la presión de $3,51 \text{ kg/cm}^2$ (50 lb/pulg^2) y esperar otra hora para determinar si la fuga fue corregida.

Si el aparato no tiene incorporado un medidor de presión, aplicar la presión indicada y sumergir en un recipiente con agua, observar si se desprenden burbujas de aire por cualquiera de sus conexiones o juntas. En caso positivo, revisar las juntas y las empacaduras y volver a practicar la prueba. Si no se logra corregir la fuga, o si el émbolo no se desplaza al variar la presión de $1,05 \text{ kg/cm}^2$ (15 lb/pulg^2), el aparato no es apto para la prueba de lixiviación.

4.5.4 Determinación preliminar del porcentaje de sólidos presentes en la muestra de desecho

Para esta determinación se requiere una muestra de 100 g de desecho o dos, si la prueba se va a realizar por duplicado y utilizar el equipo de filtración indicado en el punto 4.2.3. El porcentaje de sólidos del desecho es la fracción remanente que queda después de haber extraído todo el contenido líquido, siguiendo el procedimiento siguiente:

4.5.4.1 Pesar el filtro que se va a utilizar y el recipiente para colectar el filtrado, y anotar dichos pesos.

4.5.4.2 Instalar el soporte para el filtro y asegurar el filtro sobre la rejilla de apoyo, siguiendo las especificaciones del fabricante del equipo de filtración.

4.5.4.3 Pesar una muestra de desecho (mínimo 100 g) y anotar dicho peso (Si el procedimiento se va a realizar por duplicado, tomar dos muestras).

4.5.4.4 Si la muestra es multifásica, es decir que tiene una fase sólida y una líquida, dejar en reposo para que sedimente. Si la sedimentación es lenta, puede centrifugarse antes de realizar el filtrado, pero solo como una ayuda previa a la filtración. Después de la centrifugación, si el desecho tiene poco contenido de sólido (menos del 10 %) o el sólido está bien granulado, se puede emplear filtración al vacío; de no ser así, filtrar aplicando presión positiva de filtración.

4.5.4.5 Transferir la muestra de desecho al equipo de filtración, distribuyendo uniformemente tanto la fase sólida como la líquida sobre el filtro. Si el desecho estuvo almacenado a 4 °C, permitir que la muestra alcance temperatura ambiente antes de filtrarlo.

Si el material de desecho queda adherido al recipiente usado para transferir la muestra al equipo de filtración, determinar el peso de este residuo y restárselo al peso de muestra; este nuevo peso es el utilizado para determinar la cantidad filtrada y la retenida en el filtro.

Para iniciar el proceso de filtración aplicar gradualmente la presión de vacío o la presión positiva, de 0,07 a 0,70 kg/cm² (1 a 10 lb/pulg²), hasta que el aire o el gas se muevan presionando el filtro; si al cabo de 2 min. no pasa más líquido a través del filtro, aumentar la presión de 0,70 en 0,70 kg/cm² (10 en 10 lb/pulg²) hasta alcanzar 3,51 kg/cm² (50 lb/pulg²) y esperar 2 min. si no aparece ningún filtrado adicional, detener la filtración.

NOTA 4: Si la presión se aplica instantáneamente se puede dañar el filtro de fibra de vidrio, inutilizándolo prematuramente. Si ocurre este accidente, no se puede reemplazar el filtro una vez iniciado el proceso; y se debe comenzar con una nueva muestra.

Algunos desechos aceitosos y de pinturas aparentan ser líquidos, pero al efectuar el proceso de filtración, el material suspendido queda retenido en el filtro, por lo cual deben ser considerados como sólidos.

Si no se obtiene ningún filtrado, considerar que el desecho es 100 % sólido; si el porcentaje de sólidos es menor al 0,5%, el desecho se considera líquido, y no se somete a lixiviación; si el porcentaje de sólidos es mayor o igual que 0,5 % la prueba de lixiviación se aplica a la fase sólida; la fase líquida se analiza por separado o se mezcla con el extracto final de la fase sólida. Si el desecho es 100 % sólido se considera una sola fase para lixiviarlo.

Si se separan por lo menos dos fases líquidas, no compatibles, analizar cada una por separado, y obtener la concentración total combinando matemáticamente las concentraciones de ambas fases.

4.5.4.6 Si el sólido retenido en el filtro está totalmente seco, una vez que toda la fase líquida fue separada, pesar el recipiente con la fase líquida, restar el peso inicial del recipiente vacío, y ese es el peso del líquido.

4.5.4.7 Calcular el peso de la fase sólida, restando al peso de la muestra al valor obtenido para la fase líquida. Si hubo pérdida de material en el envase, en la transferencia de la muestra al aparato de filtración, restar el peso de la fase líquida al peso corregido de la muestra. (Véase 4.5.4.5).

4.5.4.8 Calcular el porcentaje de sólido mediante la ecuación 1 (Véase 4.7.1).

4.5.4.9 Observar si el material retenido en el filtro está húmedo, remover todo el líquido remanente junto con el filtro del equipo de filtración.

4.5.4.10 Secar todo el material removido y el filtro en una estufa a 100 ± 2 °C, hasta que en dos pesadas sucesivas se obtenga el mismo valor con un error de ± 1%, anotar el peso final y restarle el peso inicial del filtro; la diferencia es el peso de la fase sólida.

NOTA 5: Se deben tomar las precauciones necesarias para que el material sobre el filtro no se desprenda y esparza por efecto del calor. La estufa debe estar colocada bajo una campana o, en su defecto, la salida de su ducto de ventilación debe estar bajo una campana extractora u otro equipo de extracción de aire.

4.5.4.11 Calcular el porcentaje de sólidos empleando el peso de la fase sólida obtenida después de secarla en la estufa, con respecto al peso total de muestra (Ecuación 2, véase 4.7.2).

4.5.5 Reducción del tamaño de las partículas sólidas

Emplear para esta prueba la fracción sólida seca del desecho y un tamiz con diámetro efectivo de poro 9,5 mm (0,375 pulg.); hacer pasar los sólidos a través del tamiz, cortar la fracción que se queda, triturar o moler hasta lograr tamizar todo el sólido.

Cuando el desecho sólido va a ser sometido a la lixiviación de sustancias orgánicas volátiles, la muestra y todos los equipos que se utilizan para pulverizar el material se deben mantener a 4 °C; en estos casos no se recomienda el proceso de tamizado, ya que puede causar la pérdida de las sustancias volátiles; en su lugar utilizar una regla graduada y tratar de determinar si las partículas requieren o no ser fraccionadas para reducir su tamaño. Una vez terminada esta operación, refrigerar de nuevo la muestra sólida, mantenerla en un recipiente tapado herméticamente.

Si el material sólido es filamentosos (por ejemplo papel o estopa), el método para determinar el tamaño de las partículas mediante un tamiz no es aplicable, y no se dispone de otra metodología; por lo tanto el sólido se deja sin modificar.

NOTA 6: Todas las fracciones separadas deben mantenerse en envases cerrados y refrigerados a 4 °C, a menos que a esta temperatura el desecho pueda sufrir modificaciones irreversibles.

4.5.6 Determinación del fluido de extracción que se va a utilizar en la lixiviación

Para componentes volátiles usar sólo el fluido de extracción N° 1. Para componentes no volátiles realizar la selección del fluido según el siguiente proceso:

4.5.6.1 Tomar una cantidad pequeña de muestra de la fase sólida seca (5 g); pulverizar el material hasta un tamaño de partícula de 1 mm de diámetro aproximadamente; transferir el polvo a un beaker o a una fiola de 500 ml; añadir 96,5 ml de agua destilada y desionizada, cubrir con un vidrio de reloj y agitar vigorosamente con un agitador magnético durante 5 min. Medir el pH de la solución y anotar su valor.

4.5.6.2 Si el pH es menor que 5,0 utilizar el fluido de extracción N° 1.

4.5.6.3 Si el pH es mayor que 5,0 añadir 3,5 ml de ácido clorhídrico 1N, tapar con un vidrio de reloj y dejar reposar 1 min.; calentar la solución a 50 °C, durante 10 min., retirar de la fuente de calor y enfriar a temperatura ambiente.

4.5.6.4 Medir el pH de la solución y anotar su valor. Si es menor que 5,0 usar el fluido de extracción N° 1; si es mayor que 5,0 usar el fluido de extracción N° 2.

4.5.7 Lixiviación de componentes no volátiles

Este procedimiento se utiliza para lixiviar compuestos inorgánicos, orgánicos semivolátiles y orgánicos no volátiles, pesticidas y herbicidas. Contempla el tratamiento por separado de sólidos y líquidos. La cantidad mínima de muestra para cada análisis es de 100 g, por lo tanto es necesario prever el número de análisis que deban ser realizados para determinar la cantidad de muestra a procesar. Si la muestra contiene 30% de sólido, es necesario obtener 100 g de sólido como mínimo por análisis; en consecuencia se necesita procesar unos 300 g en cada caso.

Si los recipientes de extracción no tienen capacidad para alojar muestras del tamaño requerido, pueden realizarse extracciones fraccionadas, combinando al final los extractos de cada una, para los análisis de los componentes.

4.5.7.1 Si se trata de muestras 100 % sólidas, tomar como mínimo 100 g de la misma, verificar el tamaño de las partículas y reducir su tamaño si es necesario, como se indica en el punto 4.5.5. Colocar la muestra en el recipiente o botella de extracción para sustancias no volátiles.

4.5.7.1.1 Medir la cantidad de fluido calculada, verter lentamente en la botella de extracción que contiene la muestra sólida y cerrar herméticamente; se recomienda asegurar la tapa colocando una cinta adhesiva de teflón alrededor de la boca de la botella en el aparato de agitación rotatoria y rotar a 30 ± 2 r.p.m. durante 18 ± 2 h. Mantener la temperatura del laboratorio a 22 ± 3 °C, mientras se realiza este proceso. Si el aparato de agitación tiene capacidad para colocar varias botellas, se pueden procesar las muestras por duplicado.

Determinar la cantidad de fluido a utilizar, seleccionado según el punto 4.5.6, para lo cual utilizar la ecuación 3.

NOTA 7: Como el desecho puede contener carbonatos, cal u otros compuestos que pueden desprender gases dentro de la botella, causando presión, es necesario detener la agitación para evacuar los gases; para ello se destapa la botella bajo una campana extractora y se cierra nuevamente para continuar el proceso de agitación. Esta precaución se debe tomar a los 15 min. de iniciado dicho proceso, luego a los 30 min. y después al cabo de 1 h.

4.5.7.1.2 Finalizada la agitación, instalar el equipo de filtración colocando el filtro acondicionado (Véase 4.5.2), verter toda la mezcla en el recipiente de filtración y proceder como se indica en el punto 4.5.4.5, determinando el peso del filtrado y su volumen.

4.5.7.1.3 El material filtrado constituye el extracto final, analizar según el procedimiento indicado en la norma COVENIN correspondiente; determinar el pH y anotar su valor. Si se va a analizar metales, tomar una pequeña alícuota y digerir según el procedimiento indicado en la norma COVENIN correspondiente. Colocar el extracto en un recipiente cerrado y mantener refrigerado a 4 °C hasta realizar el análisis correspondiente.

Calcular la concentración total, si la muestra fue fraccionada, de acuerdo a la ecuación 4.

4.5.7.2 Si el desecho contiene menos de 0,5 % de sólidos no efectuar la lixiviación.

4.5.7.3 Si el desecho contiene 0,5 % o más de sólidos:

4.5.7.3.1 Determinar la cantidad de muestra a utilizar según el contenido de sólidos, para obtener 100 g de sólidos o más, si se van a determinar varios componentes.

4.5.7.3.2 Separar el sólido del líquido empleando el equipo de filtración, con un filtro acondicionado en el caso de determinaciones de metales. Para la separación del sólido seguir el procedimiento indicado en los puntos 4.5.4.1 hasta 4.5.4.7.

4.5.7.3.3 Comprobar el tamaño de las partículas de la fase sólida y proceder a su reducción, si es necesario, siguiendo el procedimiento indicado en el punto 4.5.5.

4.5.7.3.4 Efectuar el proceso de lixiviación indicado en el punto 4.5.7.1.

4.5.7.3.5 Si el extracto final es miscible con la fase líquida separada de acuerdo al punto 4.5.7.3.2, mezclar y analizar en conjunto.

4.5.7.3.6 Si el extracto final no es miscible con la fase líquida, analizar cada una por separado y combinar sus concentraciones matemáticamente, utilizando la ecuación 4, para obtener las concentraciones totales de los componentes en el lixiviado.

4.5.8 Lixiviación de componentes orgánicos volátiles

Para este proceso utilizar el recipiente descrito en el punto 4.2.1 y el fluido de extracción N° 1; la muestra debe estar refrigerada a 4 °C para evitar la volatilización de los componentes de interés; se debe evitar que las muestras o su extracto estén en contacto con el aire más tiempo del indispensable para trasvasarlos.

4.5.8.1 Pesar el recipiente vacío para coleccionar el filtrado.

4.5.8.2 Colocar el pistón del recipiente para componentes volátiles; puede humedecer ligeramente las empaaduras de anillo con el fluido extractor para facilitar su desplazamiento en el recipiente; ajustar su posición, de manera que minimice el espacio vacío entre el filtro y la muestra, considerando que solo se colocan 25 g de muestra si el desecho es 100 % sólido, o su equivalente en sólidos presentes, si es multifásico. Asegurar la tapa inferior o fondo del recipiente.

4.5.8.3 Colocar el filtro de fibra de vidrio, previamente pesado, entre los tamices del soporte del filtro y dejar a un lado; preparar la tapa superior, sin colocarla todavía en el recipiente de extracción.

4.5.8.4 Si el desecho es 100 % sólido verificar el tamaño de las partículas y reducirlas si fuera necesario siguiendo el procedimiento descrito en el punto 4.5.5.

4.5.8.4.1 Pesar 25 g de muestra, notar el peso, verter en el envase de extracción, colocar el filtro, y cerrar con la tapa superior; medir una cantidad de fluido de extracción equivalente a 20 veces más el peso de muestra; pero no transferir al recipiente.

4.5.8.4.2 Eliminar el espacio libre del tope, conectar la línea de gas a la válvula ubicada en la tapa inferior del envase y dejar abierta la válvula de entrada y salida de líquidos ubicada en la tapa superior. Comenzar a aplicar la presión lentamente de 0,70 en 0,70 kg/cm² (10 en 10 lb/pulg²) hasta llegar a 3,51 kg/cm²

(50 lb/pulg²), para eliminar todo el espacio vacío en la parte superior del recipiente; cerrar la válvula de entrada y salida de líquido y suspender la presión, sin abrir la válvula del gas para evitar su escape.

4.5.8.4.3 Con el recipiente en posición vertical, conectar la válvula de entrada y salida de líquido con una manguera o dispositivo para transferir el fluido de extracción; la manguera debe haber sido curada previamente y mantenida llena de líquido sin burbujas de aire que puedan pasar al recipiente de extracción.

4.5.8.4.4 Abrir la válvula de gas para hacer descender el pistón, abrir la válvula de entrada de líquido en la tapa superior y transferir la cantidad determinada de fluido N° 1 (bombeándolo o impulsándolo por cualquier otro medio) dentro del recipiente; una vez transferido todo el fluido, cerrar la válvula de líquido y desconectar la línea de transferencia de fluido. Asegurar que todas las válvulas estén bien cerradas y tomar el recipiente rotándolo manualmente de extremo a extremo 2 ó 3 veces. Colocar nuevamente el recipiente en posición vertical. Conectar la línea de gas a la tapa inferior y abrir las válvulas de líquido y de gas. Aplicar una presión de 0,35 a 0,70 kg/cm² (5 a 10 lb/pulg²) para eliminar el vacío superior en el tope y cerrar la válvula de líquido tan pronto éste aparezca por ella. Aplicar nuevamente una presión de 0,35 a 0,70 kg/cm² (5 a 10 lb/pulg²) y cerrar las válvulas.

4.5.8.4.5 Colocar el recipiente en el aparato de agitación rotatoria y rotarlo a 30 ± 2 r.p.m. durante 18 ± 2 h. La temperatura ambiente debe ser de 22 ± 3 °C.

4.5.8.4.6 Después de este periodo retirar el recipiente y probar la válvula de gas para verificar que no hubo fuga, en caso de que las hubiera se debe repetir el proceso con una nueva muestra, tomando las precauciones necesarias para que no se presente de nuevo la fuga de gas. Si no hubo fuga, filtrar el extracto como se indica a continuación:

4.5.8.4.7 Pesar el recipiente para coleccionar el fluido, anotar el peso y conectarlo a la válvula de líquidos; abrir la válvula de líquido y de gas y aplicar presión de 0,70 a 0,70 kg/cm² (10 en 10 lb/pulg²), aumentándola cada 2 min. hasta llegar a 3,51 kg/cm² (50 lb/pulg²); esperar hasta que no salga más líquido durante 2 min.; detener la filtración; cerrar la válvula de líquidos y suspender la presión sobre el pistón; desconectar el envase colector y pesarlo (anotar su peso). Este líquido constituye el extracto del lixiviado. Almacenarlo herméticamente cerrado y a 4 °C hasta que se realicen los análisis respectivos.

4.5.8.5 Si el desecho contiene una fase líquida y la cantidad de sólidos presentes es superior a 0,5 % e inferior al 100 % proceder como se indica a continuación:

4.5.8.5.1 Determinar la cantidad de muestra a utilizar, emplear para ello la ecuación 5 (Véase 4.7.5).

4.5.8.5.2 Pesar la cantidad de muestra, determinada en el punto anterior, y registrar el valor. Verificar el tamaño de las partículas de la fase sólida y reducir si es necesario según el punto 4.5.5.

4.5.8.5.3 Transferir cuantitativamente la muestra, evitar que se sedimente antes de la transferencia al recipiente. Realizar la extracción de volátiles con el equipo ya acondicionado como se indica en el punto 4.5.8.2. Si el desecho queda adherido a las paredes del recipiente, realizar la corrección del peso de muestra como se indica en el punto 4.5.4.5. Proceder a la filtración del material como se indica en el punto 4.5.8.4.7 para filtrar el extracto final en el caso de desechos 100 % sólidos. Si la cantidad de líquido se ha reducido por el efecto del enfriamiento a 4 °C, esperar que la muestra alcance la temperatura ambiente y proceder a la filtración.

4.5.8.5.4 Pesar el líquido obtenido y mantener herméticamente cerrado y refrigerado a 4 °C hasta su análisis; restar el peso del líquido del peso de muestra antes de filtrarla, para obtener el peso de la fase sólida.

4.5.8.5.5 Si la cantidad de sólido obtenido es menor que 25 g, es necesario procesar varias muestras hasta obtener la cantidad requerida de sólidos, para obtener el extracto para las determinaciones químicas.

4.5.8.5.6 Empleando la ecuación 6 (véase 4.7.6), calcular la cantidad de fluido a utilizar en la extracción; conectar la línea de gas a presión y eliminar el vacío del tope, como se indica en el punto 4.5.8.4.2.

4.5.8.5.7 Una vez eliminado el vacío del tope transferir el fluido de extracción como se indica en los puntos 4.5.8.4.3. y 4.5.8.4.4.; finalmente colocar el recipiente extractor en el aparato de agitación rotatoria a 30 ± 2 r.p.m., durante 18 ± 2 h.

4.5.8.5.8 Finalizado el periodo de agitación, verificar si no hubo pérdida de presión, en caso negativo, filtrar el extracto como se indica en el punto 4.5.8.4.7. Si la fase líquida extraída en la filtración inicial de la muestra es compatible con el extracto final, se pueden colocar en un mismo recipiente colector; en caso contrario, recoger el extracto en un recipiente aparte y al final combinar matemáticamente las concentraciones de tóxicos

presentes en ambos líquidos, empleando para ello la ecuación 4 (véase 4.7.4). El extracto debe almacenarse en un recipiente hermético a 4 °C hasta el momento del análisis.

4.5.8.6 Como alternativa se recomienda seguir el siguiente procedimiento el cual se basa en una tabla (Tabla 2) donde se han calculado previamente, en base al porcentaje de sólidos de la muestra, las cantidades del líquido filtrado, líquido lixiviador y peso húmedo de la muestra a ser utilizados en el procedimiento de lixiviación. Este procedimiento está basado en una cantidad de sólido seco del desecho de 20 g y en un recipiente de recolección final de 250 ml. El procedimiento se describe a continuación:

4.5.8.6.1 Hacer el filtrado positivo para calcular el porcentaje de sólidos de la muestra, como se indica en el punto 4.5.4.

4.5.8.6.2 Con el porcentaje de sólidos de la muestra, obtener de la tabla 2, los pesos requeridos de: muestra húmeda (PMH), líquido lixiviado (VLB) y líquido filtrado positivo (VFB). Estas cantidades son combinadas en una botella de 250 ml para el análisis final.

4.5.8.6.3 Con el peso húmedo (PMH) encontrado en la tabla 2, cargar el extractor para sustancias volátiles y proceder a realizar el filtrado positivo, como se indica en el punto 4.5.4.

4.5.8.6.4 Del líquido obtenido del filtrado positivo, se transfiere con una inyectadora a la botella de 250 ml, el volumen encontrado (VFB) en la tabla 2. Desechar el líquido sobrante.

4.5.8.6.5 Finalizado el procedimiento del filtrado positivo, cargar el extractor de sustancias volátiles con 400 ml de fluido N° 1 especificado en el punto 4.3.7.1 y proceder de acuerdo a lo indicado en los puntos 4.5.8.4.2 hasta el 4.5.8.4.7 para obtener así el líquido lixiviado.

4.5.8.6.6 Del líquido lixiviado obtenido en el punto anterior, transferir con una inyectadora a la botella de 250 ml, el volumen lixiviado (VLB) encontrado en la tabla 2. Desechar el líquido lixiviado sobrante.

4.5.8.6.7 Una vez mezclado, en la botella de 250 ml, los volúmenes de lixiviado y filtrado positivo, realizar el análisis de la muestra obtenida.

4.6 Control de calidad del método

4.6.1 Para cada prueba de extracción se debe procesar simultáneamente un blanco con el fluido extractor, a fin de detectar cualquier anomalía que se pueda presentar en el equipo de extracción.

4.6.2 Conservar todos los datos obtenidos durante la prueba de lixiviación y del análisis químico, incluyendo los del control de calidad, de manera que puedan ser revisados si se requiere.

4.6.3 Se deben seguir todas las medidas de control establecidas en los métodos analíticos que se utilicen para la determinación de los componentes.

4.6.4 No se debe exceder los períodos indicados en la tabla 1 para almacenamiento de las muestras del desecho o de los extractos correspondientes.

4.6.5 Se recomienda procesar las muestras por duplicado para controlar la precisión y exactitud de las determinaciones analíticas en el extracto final.

Tabla 1. Períodos máximos de almacenamiento de muestras (días)

Tipo de componente	Toma de muestra hasta la extracción	Desde la obtención del extracto hasta la preparación del análisis	Desde la preparación para el análisis hasta el análisis	Tiempo total
Volátil	14	-	14	28
Semivolátil	7	7	40	54
Mercurio	28	-	28	56
Otros metales	180	-	180	360

4.7 Expresión de resultados

4.7.1 Cálculo del porcentaje de sólidos (Ecuación 1)

$$\% \text{ de Sólidos} = \frac{PS}{PCD} \times 100$$

Donde:

PS: Peso del Sólido retenido en el filtro.

PCD: Peso Corregido del Desecho (Peso original del desecho menos peso adherido del desecho).

PCD = POD - PAD.

4.7.2 Cálculo del porcentaje de sólido seco (SS) (Ecuación 2):

$$\% \text{ SS} = \frac{(\text{peso desecho seco} + \text{filtro}) - (\text{peso del filtro})}{PCD} \times 100$$

4.7.3 Cálculo del peso del fluido de extracción (PFE) para sustancias no volátiles (Ecuación 3)

$$PFE = \frac{20 \times \% \text{ de sólidos} \times PD}{100}$$

Donde:

PD: Peso del desecho.

4.7.4 Cálculo de la concentración total (C_t) del componente cuando la fase líquida inicial y el extracto final son incompatibles (Ecuación 4)

$$C_t = \frac{(V_1 \times C_1) + (V_2 \times C_2)}{V_1 + V_2}$$

Donde

V_1 : Volumen fase 1 (l).

C_1 : Concentración del componente en la fase 1 (mg/l).

V_2 : Volumen fase 2 (l).

C_2 : Concentración del componente en la fase 2 (mg/l).

4.7.5 Cálculo de la cantidad de desecho a utilizar en el extractor de sustancias volátiles (Ecuación 5)

$$\text{Peso del desecho} = \frac{25}{\% \text{ de sólido}} \times 100$$

4.7.6 Cálculo de la cantidad de fluido de extracción (CFE) a utilizar para sustancias volátiles (Ecuación 6)

$$CFE = \frac{20 \times \% \text{ de sólidos} \times PD}{100}$$

4.8 Informe

El informe debe contener lo siguiente:

4.8.1 Fecha de realización del ensayo.

4.8.2 Identificación completa de la muestra. (Procedencia, fecha de captación, condiciones de almacenamiento, composición esperada o determinada previamente).

4.8.3 Resultados de cada uno de los cálculos realizados según las ecuaciones indicadas en la sección 4.7.

4.8.4 Sustancias o componentes analizados y valores obtenidos.

4.8.5 Resultados de las pruebas de control de calidad practicadas.

4.8.6 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.

4.8.7 Nombre del analista. (Laboratorio, Empresa y persona que realizó la prueba).

4.8.8 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

U.S. E.P.A., "Method 1311 Toxicity Characteristic Leaching Procedure". Federal Register, 1990, Vol. 55, N° 61.

Decreto 2635 del 22/7/98. Reforma parcial del Decreto N° 2289 de fecha 18/12/97. Gaceta N° 5245. 3/8/98.

Participaron en la elaboración de esta norma: Blanco, Armando; Botino, Enrique; Castillo, Miguel; Costa, Julia; Liendo, Fernando; Lira, Alexis; Sánchez, Cesar; Sánchez, Ramón; Sánchez, Rebeca; Rincón, José.

Tabla 2. Tabla de Valores

% Sólido %S	Peso húmedo al extractor (g) PMH	Líquido lixiviado (ml) a la botella de 250 ml VLB	Líquido filtrado + (ml) a la botella de 250 ml VFB
4	500,00	113,64	136,36
6	333,33	140,19	109,81
8	250,00	158,73	91,27
10	200,00	172,41	77,59
12	166,67	182,93	67,07
14	142,86	191,26	58,74
16	125,00	198,02	51,98
18	111,11	203,62	46,38
20	100,00	208,33	41,67
22	90,91	212,36	37,64
24	83,33	215,83	34,17
26	76,92	218,86	31,14
28	71,43	221,52	28,48
30	66,67	223,88	26,12
32	62,50	225,99	24,01
34	58,82	227,88	22,12
36	55,56	229,59	20,41
38	52,63	231,14	18,86
40	50,00	232,56	17,44
42	47,62	233,85	16,15
44	45,45	235,04	14,96
46	43,48	236,14	13,86
48	41,67	237,15	12,85
50	40,00	238,10	11,90
52	38,46	238,97	11,03
54	37,04	239,79	10,21
56	35,71	240,55	9,45
58	34,48	241,26	8,74
60	33,33	241,94	8,06
62	32,26	242,57	7,43
64	31,25	243,16	6,84
66	30,30	243,72	6,28
68	29,41	244,25	5,75
70	28,57	244,76	5,24
72	27,78	245,23	4,77
74	27,03	245,68	4,32
76	26,32	246,11	3,89
78	25,64	246,52	3,48
80	25,00	246,91	3,09
82	24,39	247,29	2,71
84	23,81	247,64	2,36
86	23,26	247,98	2,02
88	22,73	248,31	1,69
90	22,22	248,62	1,38
92	21,74	248,92	1,08
94	21,28	249,20	0,80
96	20,83	249,48	0,52
98	20,41	249,75	0,25
99	20,20	249,87	0,13
100	20,00	250,00	0,00

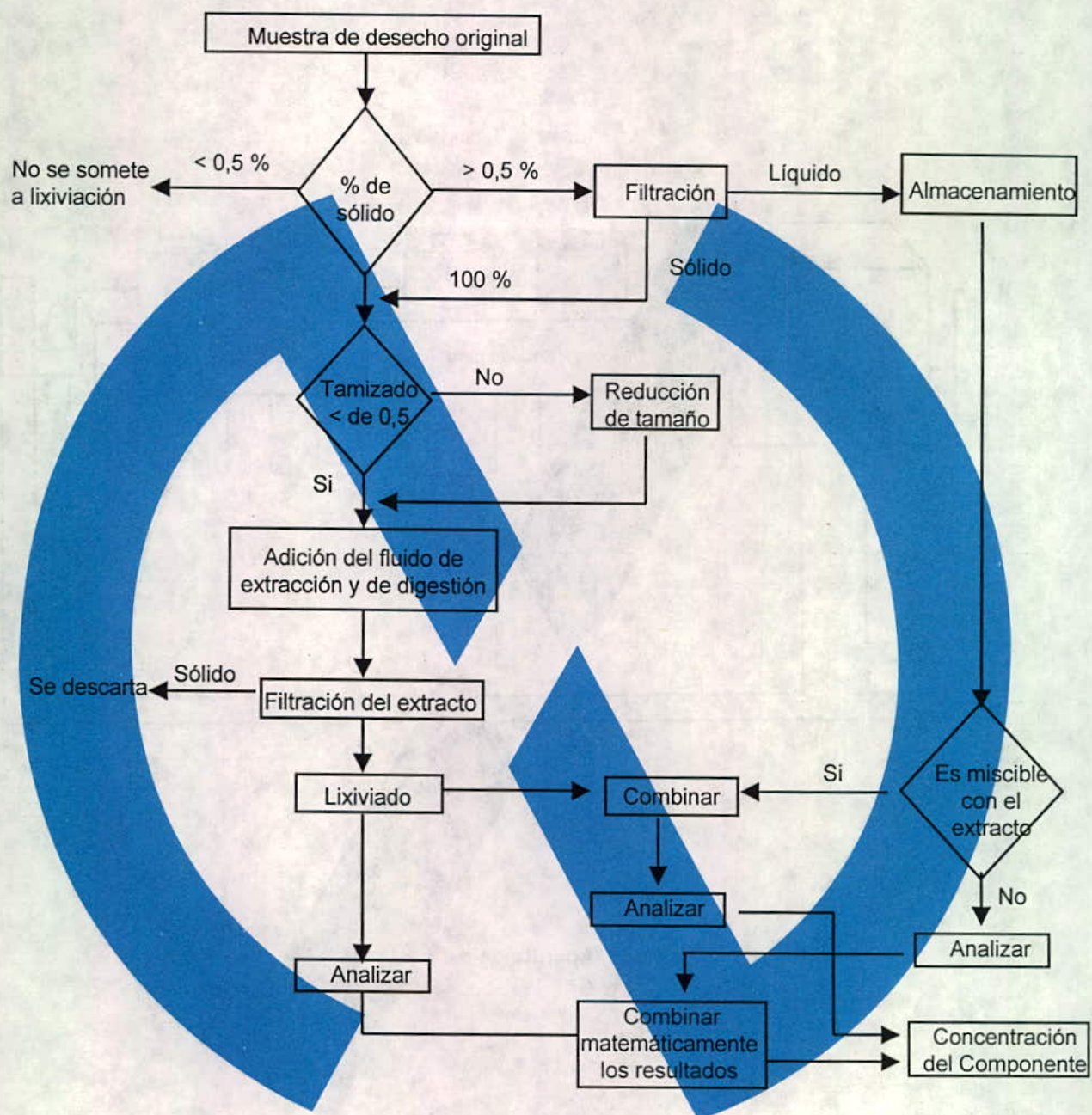


Figura 1. Diagrama de Flujo. Proceso de Lixiviación

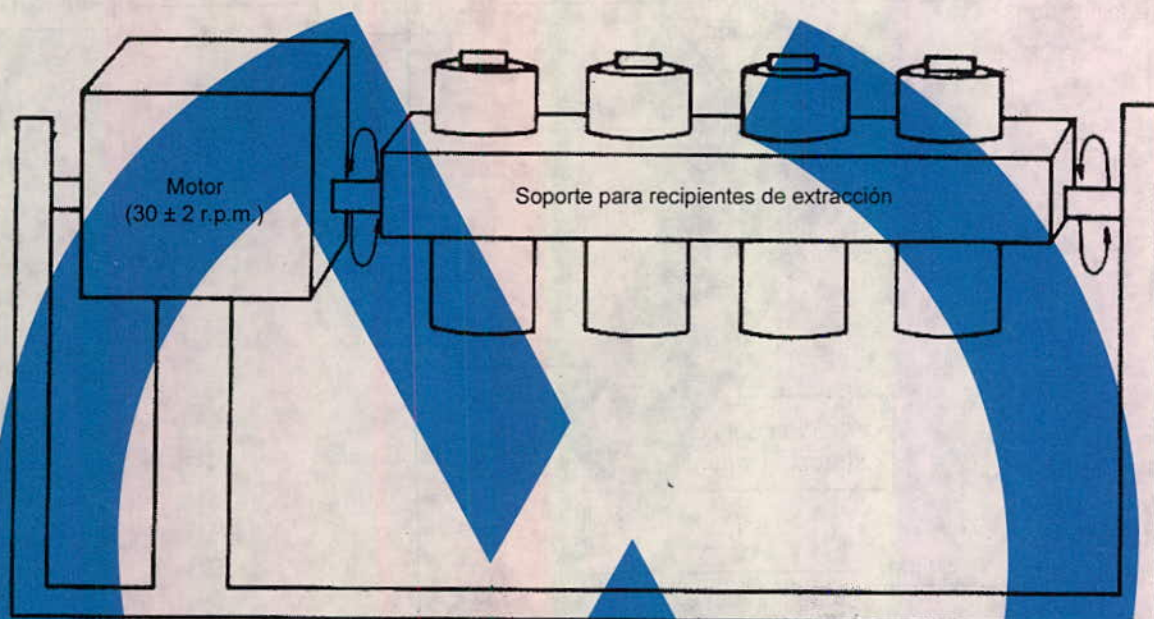


Figura 2. Aparato de rotación rotatoria

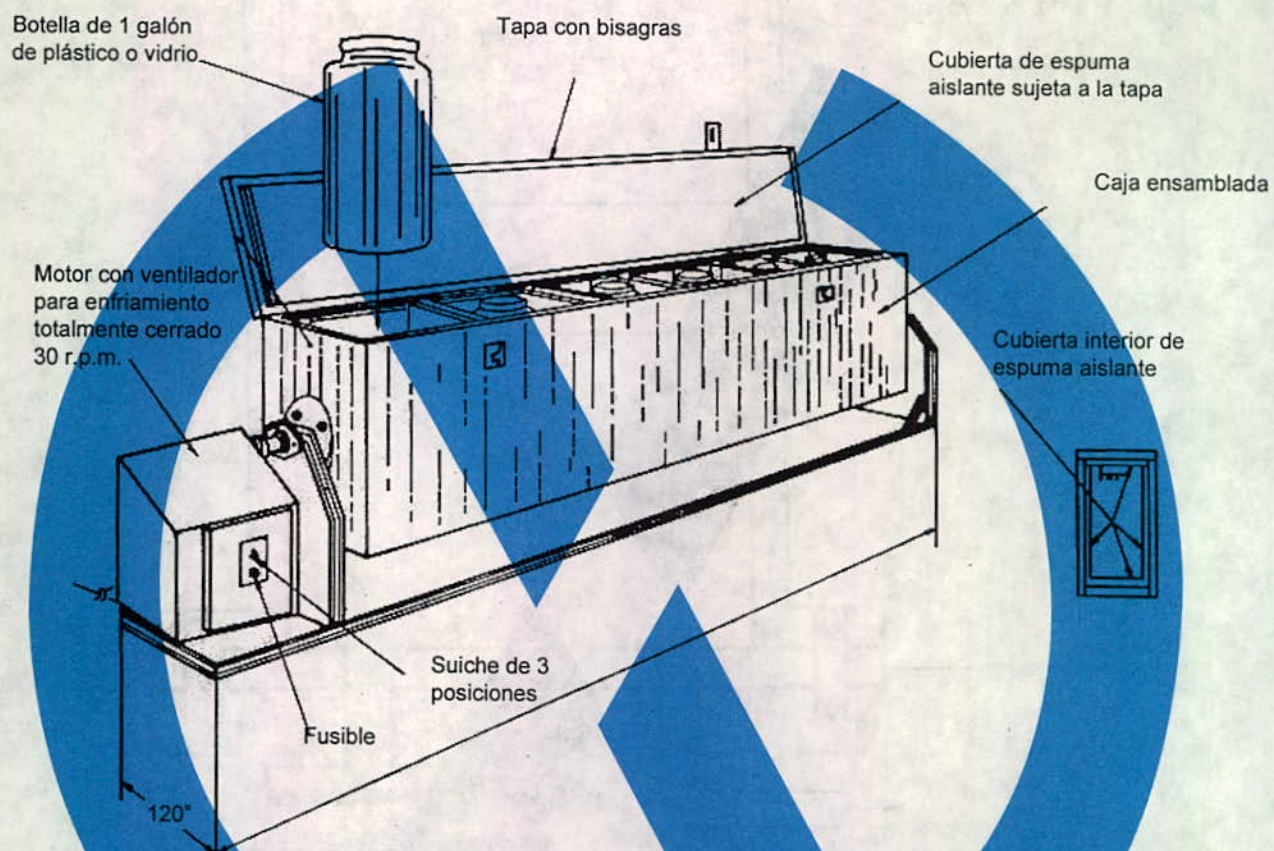


Figura 3. Aparato de rotación rotatoria

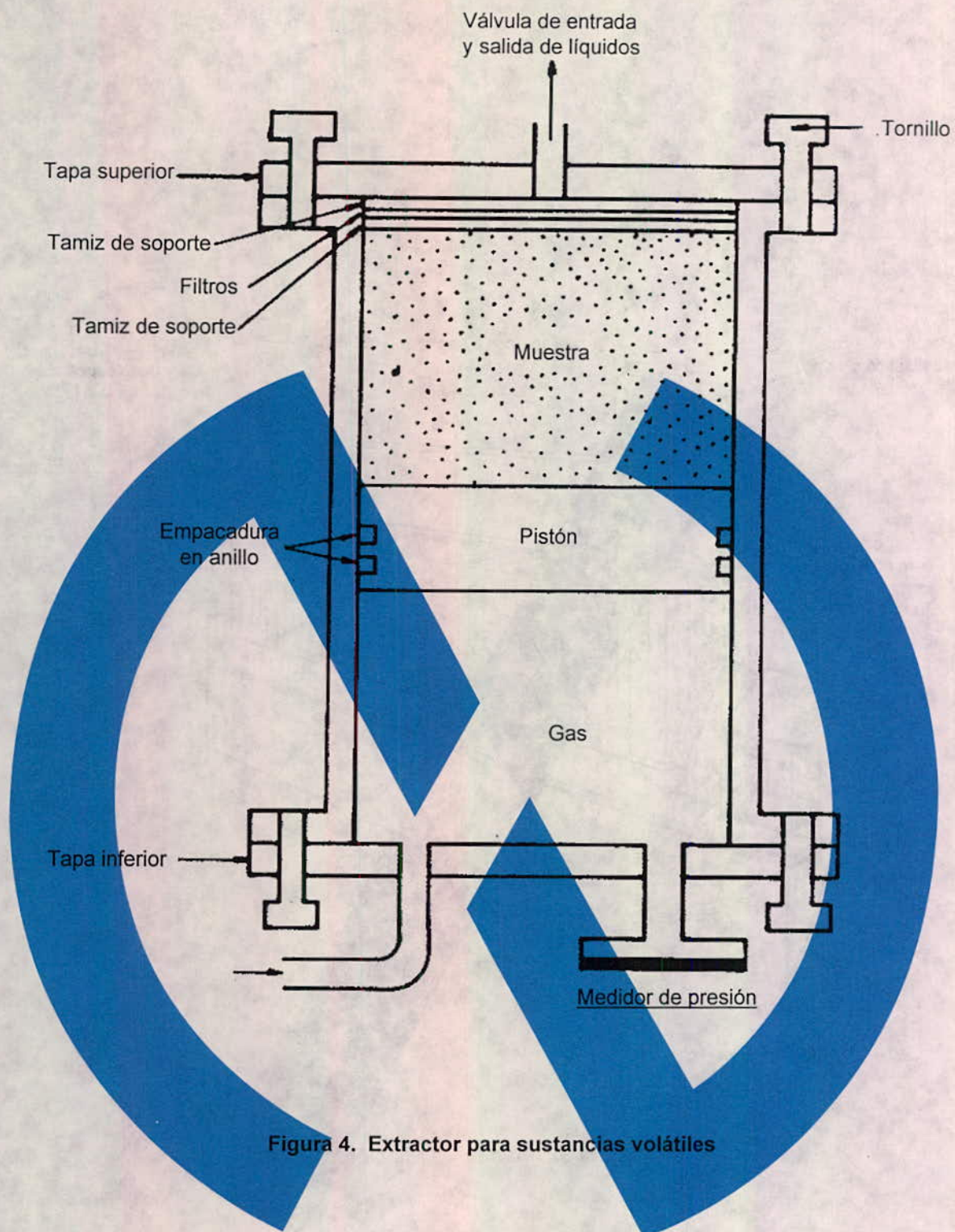


Figura 4. Extractor para sustancias volátiles

COVENIN
2797:2000

CATEGORÍA
C

FONDONORMA

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12

CARACAS



publicación de: FONDONORMA

I.C.S: 13.030.30

ISBN: 980-06-2535-6

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Desecho, peligroso, lixiviación, sólido, semisólido, método, procedimiento.