

## MÉTODO CH-29: DETERMINACIÓN DE EMISIÓN DE METALES DESDE FUENTES ESTACIONARIAS

NOTA: Este método no incluye la totalidad de las especificaciones (por ejemplo, equipo y suministros) y los procedimientos (por ejemplo, toma de muestras y análisis) indispensable para su desempeño. En esta parte algún material es incorporado por referencia de otros métodos. Por lo tanto, para obtener resultados confiables, las personas que utilizan este método debería tener un conocimiento profundo de al menos los siguientes métodos adicionales de ensayo: Método CH-5 y Método EPA-12.

### 1. APLICACIÓN Y ALCANCE

#### 1.1. Analitos

Analito	N° CAS
Antimonio Sb	7440-36-0
Arsénico As	7440-38-2
Bario Ba	7440-39-3
Berilio Be	7440-41-7
Cadmio Cd	7440-43-9
Cromo Cr	7440-47-3
Cobalto Co	7440-48-4
Cobre Cu	7440-50-8
Plomo Pb	7439-92-1
Manganeso Mn	7439-96-5
Mercurio Hg	7439-97-6
Níquel Ni	7440-02-0
Fósforo P	7723-14-0
Selenio Se	7782-49-2
Plata	7440-22-4
Talio Tl	7440-28-0
Cinc Zn	7440-66-6

## **1.2. Aplicabilidad**

Este método es aplicable a la determinación de emisiones de metales desde fuentes estacionarias.

Este método puede ser utilizado para determinar las emisiones de partículas, además de las emisiones de metales, si los procedimientos y precauciones son seguidos.

### ***1.2.1. Emisiones de Mercurio***

Las emisiones de Hg se pueden medir, de forma alternativa, utilizando el Método EPA-101A del Apéndice B, 40 CFR Parte 61. El método EPA-101A mide sólo Hg, pero puede ser de especial interés para las fuentes que necesitan medir tanto las emisiones de Hg como Mn.

## **2. RESUMEN DEL MÉTODO**

### **2.1. Principio**

Una muestra de la chimenea es tomada isocinéticamente desde la fuente, las emisiones de partículas son colectadas en la sonda y filtro calefaccionado, y las emisiones de gases son luego recogidas en una solución acuosa ácida de peróxido de hidrógeno (analizada para todos los metales incluyendo el Hg) y una solución acuosa ácida de permanganato de potasio (analizada solamente para Hg).

Las muestras recuperadas son digeridas, y se analizan las fracciones apropiadas para Hg por espectroscopía de absorción atómica con vapor frío (CVAAS) y para los elementos Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, P, Se, Ag, Tl, Zn con acoplamiento inductivo por espectrometría de emisión de plasma de argón (ICAP) o por espectroscopía de absorción atómica (AAS).

La espectroscopia de absorción atómica con horno de grafito (GFAAS) se utiliza para el análisis de Sb, As, Cd, Co, Pb, Se, Tl y si estos elementos requieren una mayor sensibilidad analítica se puede obtener por Acoplamiento Inductivo Argón Plasma ICAP.

Si se puede elegir, la Espectroscopía de Absorción Atómica (AAS), puede utilizarse para el análisis de todo el listado de metales si los resultados del método de límite de detección en chimenea cumplen con el objetivo del

programa de pruebas. Del mismo modo, el acoplamiento inductivo de plasma con espectroscopia de masas (ICP-MS) puede utilizarse para el análisis de Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Ag, TL y Zn.

En la actualidad es posible el uso del DMA-80 Direct Mercury Analyzer, que permite una lectura directa del mercurio concentraciones de ppb.

### **3. INTERFERENCIAS**

#### **3.1. Fierro**

El fierro (Fe) puede ser una interferencia de espectro durante el análisis de As, Cr, Cd por ICAP. El aluminio (Al) puede ser una interferencia de espectro durante el análisis de As y Pb por ICAP. Generalmente, estas interferencias pueden reducirse mediante la dilución de la muestra analítica, pero esa dilución eleva los límites de detección en la chimenea.

Correcciones por fondo (*background*) y superposición se pueden utilizar para ajustar las interferencias de espectrales. Consulte el método 6010 de la referencia 2 en la Sección de 16.0 o de otros métodos analíticos utilizados para obtener detalles sobre las posibles interferencias con este método. Para todos los análisis de absorción atómica con horno de grafito GFAAS, use matriz modificadora para limitar las interferencias, y coincidencia de matriz con todos los estándares.

### **4. SEGURIDAD**

#### **4.1 Declaración**

Este método puede incluir materiales, operaciones y equipos peligrosos. Este método de ensayo puede que no aborde todos los problemas de seguridad asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de este método de prueba establecer las apropiadas prácticas de seguridad y de salud y determinar la aplicabilidad y limitaciones reglamentarias antes de realizar este método de ensayo

Los laboratorios requieren de a lo menos una ducha de emergencia y de lavaojos a pedal o manuales en todos las salas de trabajo del laboratorio químico.

Además deben disponer de baldes con arena, mantas para incendio y un listado de todos las sustancias químicas que se usan, indicando su ubicación en las bodegas que se colocará en un lugar visible a la entrada del laboratorio. Se deberá remitir esta información al encargado de calidad y Dpto. Prevención de Riesgos, en caso que hubiera, así como los documentos vitales para situaciones de emergencias (sismos, incendios, y otros).

## **4.2. Reactivos Corrosivos**

Los siguientes reactivos son peligrosos. Equipo de protección personal y procedimientos seguros son útiles en la prevención de salpicaduras de productos químicos. Si ocurre contacto, inmediatamente enjuague con agua abundante por lo menos 15 minutos. Retirar la ropa bajo la ducha y descontaminar. Tratar las quemaduras por residuos de químicos como quemadura térmica.

### ***4.2.1 Ácido Nítrico ( $HNO_3$ )***

Altamente corrosivo para los ojos, la piel, la nariz y los pulmones. Los vapores causan bronquitis, neumonía, o edema pulmonar. La reacción a la inhalación puede demorarse de hasta 30 horas y todavía ser fatal. Proporcionar una ventilación adecuada para limitar la exposición. Oxidante fuerte.

Reacciones peligrosas pueden producirse con materiales orgánicos tales como solventes.

### ***4.2.2. Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ )***

Rápidamente destruye el tejido del cuerpo. Causará quemaduras de tercer grado. El daño a los ojos puede resultar en ceguera. La inhalación puede ser fatal por espasmo de la laringe, usualmente dentro de los 30 minutos. Puede causar daño al tejido pulmonar con

edema. 1 mg/m<sup>3</sup> durante 8 horas causará daño pulmonar o, en concentraciones más altas, la muerte.

Proporcionar una ventilación adecuada para limitar la inhalación. Reacciona violentamente con metales y orgánicos.

#### ***4.2.3 Ácido Clorhídrico (HCl)***

Líquido altamente corrosivo con vapores tóxicos. Los vapores son muy irritantes para los ojos, la piel, la nariz y los pulmones, causando graves daños. Puede causar bronquitis, neumonía, o edema pulmonar.

La exposición a concentraciones de 0,13 a 0,2 por ciento puede ser letal para los seres humanos en pocos minutos. Proporcionar una ventilación adecuada para limitar la exposición. Reacciona con metales, produciendo gas de hidrógeno.

#### ***4.2.4 Ácido Fluorhídrico (HF)***

Altamente corrosivos para los ojos, piel, nariz, garganta y pulmones. Reacción a la exposición puede presentar un retraso de 24 horas o más. Proporcionar una ventilación adecuada para limitar la exposición.

#### ***4.2.5 Peróxido de Hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)***

Irrita los ojos, la piel, la nariz y los pulmones. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30% es un fuerte agente oxidante. Evitar el contacto con la piel, los ojos y los materiales combustibles. Utilice guantes al manipular

#### ***4.2.6 Permanganato de Potasio (KMnO<sub>4</sub>)***

Cáustico, oxidante fuerte. Evite el contacto con el cuerpo.

#### **4.2.7 *Persulfato de Potasio ( $K_2S_2O_8$ )***

Oxidante fuerte. Evite el contacto con el cuerpo. Mantenga los contenedores bien cerrados y en un lugar fresco.

### **4.3 Presión de Reacción.**

Debido a la potencial reacción del permanganato de potasio con el ácido, puede haber aumento de presión en la botella de almacenamiento de la solución absorbente ácida de  $KMnO_4$ . Por lo tanto estas botellas no se llenan completamente y deben ventearse para liberar el exceso de presión para prevenir los potenciales de explosión. Se requiere venteo, pero de forma tal que no permita la contaminación de la solución. Una tapa perforada N° 70-72 del recipiente con recubrimiento de teflón se ha utilizado.

## **5. EQUIPAMIENTO Y SUMINISTROS**

### **5.1. Toma de Muestras**

Un esquema del tren de muestreo se muestra en la Figura 29-1. Tiene similitudes generales con el tren de muestreo del Método CH-5.

#### **5.1.1 *Boquilla de la Sonda y Sonda de Vidrio de Cuarzo o Borosilicato***

Igual que el Método CH-5, en secciones 2.1.1 y 2.1.2, excepto que se requiere boquillas de vidrio a menos que boquillas alternativas sean construidas en materiales que están libres de contaminación que no interferirán con la muestra. Si otra boquilla de sonda que no sea de vidrio se utiliza, no se permite la corrección de los resultados de las pruebas de la muestra para compensar los efectos de la boquilla en la muestra.

Los conectores (fittings) de plástico tales como el teflón, polipropileno, etc., para la sonda se recomiendan en lugar de los conectores de metal para evitar la contaminación. Si se decide hacer esto último, una sola pieza de vidrio consistente en una boquilla de sonda combinada la línea de la sonda recubierta puede ser utilizada.

### ***5.1.2 Tubo Pitot y Manómetro Diferencial***

Igual que el Método CH-2, en secciones 2.1 y 2.2, respectivamente.

### ***5.1.3 Soporte de Filtro***

De vidrio, al igual que el Método CH-5, en Sección 2.1.5, excepto utilizar un soporte de filtro de teflón o de otro tipo no metálico, no contaminante en el lugar de vidrio poroso.

### ***5.1.4 Sistema de Calefacción del Filtro***

Igual que el Método CH-5, Sección 2.1.6

### ***5.1.5 Condensador***

Utilice el siguiente sistema para condensar y recolectar los gases de metales y determinar el contenido de humedad en los gases de chimenea. El sistema de condensación se compondrá de cuatro a siete impingers conectados en serie con conectores de vidrio u otros libres de contaminantes y fugas.

Utilizar el primer impinger como trampa de humedad. El segundo impinger (que es el primer impinger con  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ ) será idéntico al primer impinger del Método CH-5. El tercer impinger (que es el segundo impinger con  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ ) será un impinger Greenburg Smith impinger con la punta estándar, tal como se describe para el segundo impinger en el Método CH-5, Sección 6.1.1.8. El cuarto impinger (vacío), el quinto y sexto impingers (ambos acidificados con  $\text{KMnO}_4$ ) son los mismos que el primer impinger del Método CH-5. Coloque un sensor de temperatura capaz de medir con precisión 1 °C (2 °F) a la salida del último impinger. Si el análisis de Hg no se ha considerado entonces el cuarto, quinto y sexto impinger no se utilizan.

### ***5.1.6 Sistema de Medición, Barómetro, y Equipo Para Determinación de la Densidad del Gas***

Igual que el Método CH-5, las secciones 2.1.8, 2.1.9, y 2.1.20, respectivamente.

### ***5.1.7. Cinta de Teflón***

Para cubrir apertura y sellar conexiones, en caso necesario, en el tren de muestreo.

## **5.2. Recuperación de la Muestra**

Igual que el Método CH-5, Secciones 2.2.1 hasta 2.2.8 (escobillas para la sonda y boquilla, botellas de lavado y contenedores para almacenamiento de muestras, placa Petri, probeta graduada de vidrio, contenedores plástico de almacenamiento, embudo y bastón de goma, y embudo de vidrio), respectivamente, con las siguientes excepciones y adiciones:

### ***5.2.1 Escobillas No Metálicas Para línea de Sonda y Boquilla de la Sonda***

Use escobillas no metálicas para la sonda y boquilla de la sonda para la recuperación cuantitativa de los materiales recogidos en la mitad frontal del tren de toma de muestras.

### ***5.2.2 Contenedores de Almacenamiento de la Muestra***

Usar botellas de vidrio (véase la sección 7.1 de este método) con tapas alineadas de teflón que no sean reactivas a las soluciones oxidantes, con capacidad de 1000 ml y de 500 ml, para el almacenamiento de  $\text{KMnO}_4$  acidificado conteniendo las muestras y los blancos.

Botellas de vidrio o polietileno puede utilizarse para otros tipos de muestras.



### **5.2.3. *Probeta Graduada***

De vidrio o equivalente

### **5.2.4 *Embudo***

De vidrio o equivalente

### **5.2.5 *Etiquetas***

Para la identificación de las muestras.

### **5.2.6 *Pinzas de Polipropileno y/o Guantes de Plástico***

Para la recuperación del filtro desde el porta filtro del tren de muestreo.

## **5.3. Preparación de la Muestra y Análisis**

### **5.3.1 *Frascos Volumétricos***

Frascos de 100 ml, 250 ml, y de 1000 ml. Para la preparación de estándares dilución de muestra.

### **5.3.2. *Probetas Graduadas***

Para la preparación de reactivos.

### **5.3.2 *Bombas Parr o Vasos de Presión de Teflón para Microondas***

Con estanque liberador de presión con válvula de estación (modelo CEM Corporation o equivalente), para digestión de la muestra.

#### ***5.3.4 Vasos de Precipitado y Vidrios Reloj***

Vasos de 250 ml, con cubierta de vidrio de reloj para la digestión de la muestra.

#### ***5.3.5 Abrazadera Soportes y Pinzas***

Para asegurar el equipo, tales como los aparatos de filtración.

#### ***5.3.6 Embudos de Filtrado***

Para sostener el papel de filtro.

#### ***5.3.7 Pipetas Pasteur***

Desechables y bulbos.

#### ***5.3.8 Pipetas Volumétricas***

#### ***5.3.9 Balanza Analítica***

Con precisión de 0,1 mg.

#### ***5.3.10. Horno Microondas o Convencional***

Para calefaccionar la muestra a niveles de potencia fija o de temperatura, respectivamente, con vasos preferentemente de teflón con su tapa correspondiente.

#### ***5.3.11. Placa calefactora***

### ***5.3.12. Espectrómetro de Absorción Atómica (AAS)***

Equipado con un corrector de fondo.

#### ***5.3.12.1. Accesorios para Horno de Grafito***

Con lámparas de cátodo hueco (HCLs) para Sb, As, Cd, Co, Pb, Se y Tl, o lámparas de descarga sin electrodos (EDLs). Igual que en la Sección 2 de la referencia 14.0. Métodos 7041 (Sb), 7060 (Como), 7131 (Cd), 7201 (Co), 7421 (Pb), 7740 (Se), y 7841 (Tl).

#### ***5.3.12.2. Accesorio Vapor de Mercurio Frío***

Con una lámpara de mercurio HCL (de cátodo hueco) o EDL (de descarga sin electrodos), una bomba de recirculación de aire, una celda de cuarzo, un aparato aireador, y una lámpara de calor o tubo desecador.

La lámpara de calor debe ser capaz de elevar la temperatura en la celda de cuarzo por encima de 10°C de la temperatura ambiente, de manera tal que no se forme condensación en la pared de la celda de cuarzo.

Igual que en el método 7470 de la referencia 2 en la Sección 14. **Ver NOTA 2:** Sección 10.1.3 para otros enfoques aceptables para el análisis de Hg en que se obtuvieron límites de detección analítica de 0,002 ng/ml.

### ***5.3.13. Espectrometría de Acoplamiento Inductivo Argón Plasma.***

Ya sea con un lector secuencial o directo y una antorcha de alúmina. Igual que en Método EPA 6010 de la referencia 2 en Sección 14.0

### ***5.3.14. Acoplamiento Inductivo de Plasma con Espectrómetro de Masas***

Igual que en Método EPA 6020 de la referencia 2 en la Sección 14.0.

### **5.3.15 Lector Directo de Mercurio**

Este instrumento permite una lectura directa de mercurio sin necesidad de tratamiento de la muestra, se debe disponer de las cubetas metálicas o de cuarzo en cantidad suficiente, por la necesidad de un buen lavado ya que las concentraciones de lectura son a nivel de partes por billón (ppb).

## **6. Reactivos y Estándares**

### **6.1. Generalidades**

Salvo se indique lo contrario, se considera que todos los reactivos se ajustan a las especificaciones solicitadas por el cliente en cuanto a la cantidad de impurezas y que sean declaradas en el respectivo certificado de calidad que debe incluir las fechas de caducidad del producto.

Para análisis de mercurio debe usarse ácido sulfúrico libre de mercurio

### **6.2. Reactivos de Muestreo**

#### **6.2.1. Filtros de Muestreo**

Sin aglutinantes orgánicos. Los filtros deberán contener menos de 1,3  $\mu\text{g}/\text{pulgada}^2$  (0,201  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) de cada uno de los metales que se desea medir.

Los resultados analíticos proporcionados por los fabricantes de los filtros deben indicar que estos son aceptables. Sin embargo, si no se dispone de tales resultados, analizar el filtro en blanco para cada uno de los metal objetivo antes de las pruebas de emisiones. Se recomienda usar filtros de fibra de cuarzo que cumplan con estos requisitos. A su vez, si se dispone de los filtros de fibra de vidrio que cumplan los requisitos éstos pueden ser utilizados. La eficiencia de no reactividad del filtro con dióxido de azufre ( $\text{SO}_2$ ) o trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) debe ser la que se describe en la Sección 3.1.1 del Método CH-5.

### **6.2.2. Agua**

Debe ajustarse a la especificación ASTM D1193-77 o 91, tipo II (incorporado por referencia - ver § 60.17). Si fuera necesario, analizar el agua para todos los metales antes del uso en terreno. Todos los metales objetivos deben ser que menor de 1 ng/ml.

El agua desionizada con valores de conductividad menores de 1 uS/cm se debe usar para la preparación de estándares, sus diluciones y el tratamiento de muestras que requiera su empleo.

### **6.2.3. HNO<sub>3</sub> Concentrado**

Baker Instra-analyzed o equivalente.

### **6.2.4 HCl Concentrado**

Baker Instra-analyzed o equivalente.

### **6.2.5 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30% (V/V)**

### **6.2.6 KMnO<sub>4</sub>**

### **6.2.7 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Concentrado**

Libre de mercurio

### **6.2.8 Sílica Gel y Hielo Triturado**

Igual que el Método CH-5, secciones 3.1.2 y 3.1.4, respectivamente.

### 6.3. Preparación de los Reactivos para Muestreo

#### 6.3.1 *HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Solución de Absorción, 5 % HNO<sub>3</sub>/10 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>*

Añadir cuidadosamente agitando 50 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado a un matraz aforado de 1000 ml, que contiene aproximadamente 500 ml de agua, y luego añadir moviendo cuidadosamente 333 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30%. Diluir el volumen con agua. Mezclar bien. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de cada uno de los metales en análisis. Use agua desionizada de conductividad menor de 1 uS/ cm.

#### 6.3.2. *Solución Absorbente Ácida KMnO<sub>4</sub>, 4% KMnO<sub>4</sub> (P/V), 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (V/V)*

Preparar esta solución cada día. Mezclar con cuidado, con agitación, 100 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado libre de mercurio en aproximadamente 800 ml de agua, y añadir agua agitando hasta alcanzar un volumen de 1 litro: esta solución es al 10% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (V/V). Luego disolver, con agitación, 40 g de KMnO<sub>4</sub> en solución 10% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (V/V) y añadir un 10% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (V/V), con agitación para hacer un volumen de 1 litro. Preparar y almacenar en botellas de vidrio para evitar la degradación. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de Hg.

**Precaución:** Para evitar descomposición auto catalítica de la solución de permanganato, filtrar la solución con papel de filtro Whatman 541.

#### 6.3.3. *HNO<sub>3</sub>, 0,1 N*

Añadir revolviendo 6,3 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado (70%) a un matraz que contenga aproximadamente 900 ml de agua. Enrasar hasta 1000 ml. con agua. Mezclar bien. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de cada uno de los metales objetivo.

#### 6.3.4. *HCl, 8 N*

Revolviendo con cuidado, añadir 690 ml de HCl concentrado a un matraz que contenga 250 ml. de agua. Enrasar hasta 1000 ml con

agua. Mezclar bien. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de Hg.

#### **6.4. Reactivos de Limpieza de Vidrio**

##### **6.4.1 *HNO<sub>3</sub>***

Concentrado Grado Fisher ACS o equivalente.

##### **6.4.2. *Agua***

Conforme a las especificaciones ASTM D1193, tipo II

##### **6.4.3. *HNO<sub>3</sub>, 10 % (V/V)***

Agregar con agitación 500 ml. de HNO<sub>3</sub> concentrado a un matraz que contiene aproximadamente 4000 ml. de agua. Enrasar hasta 5000 ml con agua. Mezclar bien. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de cada uno de los metales a analizar.

#### **6.5. Digestión de la Muestra y Análisis de los Reactivos**

Los estándares para los metales, excepto para el Hg, también pueden hacerse de productos químicos sólidos, tal como se describe en la referencia 3 en la Sección 14.0. Consulte las referencias 1, 2, o 5 en la Sección 14.0, para información adicional sobre los estándares de Hg. La solución estándar de 1000 µg/ml de Hg puede hacerse de acuerdo a lo señalado en Sección 7.2.7 del Método EPA-101A.

##### **6.5.1. *HCl, Concentrado***

##### **6.5.2. *HF, Concentrado***

**6.5.3 *HNO<sub>3</sub>, Concentrado, Baker Instra-Analyzed, o Equivalente***

**6.5.4 *HNO<sub>3</sub>, al 50% (V/V)***

Agregar con agitación 125 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado a 100 ml de agua. Enrasar hasta 250 ml con agua. Mezclar bien. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de cada uno de los metales a analizar.

**6.5.5. *HNO<sub>3</sub>, al 5% (V/V)***

Agregar con agitación 50 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado a 800 ml de agua. Enrasar hasta 1000 ml con agua. Mezclar bien. Este reactivo deberá contener menos de 2 ng/ml de cada uno de los metales a analizar.

**6.5.6. *Agua***

Conforme a las especificaciones ASTM D1193, tipo II.

**6.5.7. *Hidroxilamina Hidrocloruro y Solución de Cloruro de Sodio***

Ver referencia 2 en sección 14.0 para la preparación.

**6.5.8. *Cloruro de Estaño***

Ver referencia 2 en sección 14.0 para la preparación.

**6.5.9. *KMnO<sub>4</sub>, al 5% (Peso/V)***

Ver referencia 2 en sección 14.0 para la preparación.

**6.5.10. *H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Concentrado***



***6.5.11. Persulfato de Potasio, al 5% (Peso/V)***

Ver referencia 2 en sección 14.0 para la preparación.

***6.5.12. Nitrato de Níquel, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O***

***6.5.13. Óxido de Lantano, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>***

***6.5.14. Hg Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.15. Pb Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.16. As Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.17. Cd Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.18. Cr Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.19. Sb Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.20. Ba Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.21. Be Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.22. Co Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.23. Cu Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.24. Mn Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.25. Ni Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.26. P Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.27. Se Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.28. Ag Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.29. Tl Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.30. Zn Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.31 I Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.32 e Estándar (Grado AAS), 1000 µg/ml***

***6.5.33. Hg Estándar y Muestras de Control de Calidad***

Prepare semanalmente un nuevo estándar fresco intermedio de Hg de 10 µg/ml. adicionando 5 ml de la solución guardada de Hg y preparada en 1000 µg/ml, de acuerdo al Método 101A, a un matraz aforado de 500 ml de volumen; diluir con agitación a 500 ml pero primero cuidadosamente añada 20 ml de HNO<sub>3</sub> al 15%, y a continuación añadir agua hasta lograr los 500 ml de volumen. Mezclar bien.

Prepare diariamente una solución de trabajo fresca de 200 ng/ml de Hg estándar: añadir 5 ml del estándar intermedio de Hg de 10 µg/ml, a un matraz aforado de 250 ml de volumen, y diluya hasta 250 ml con 5 ml de KMnO<sub>4</sub> al 4%, 5 ml de HNO<sub>3</sub> al 15%, y entonces añadir

agua. Mezclar bien. Use al menos cinco fracciones (alícuotas) de la solución estándar de trabajo de Hg y un blanco para preparar la curva estándar. Estas alícuotas y el blanco deberán contener 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 y 5,0 ml de la solución estándar de trabajo conteniendo 0, 200, 400, 600, 800, y 1000 ng de Hg, respectivamente.

Prepare muestras de control de calidad haciendo por separado un estándar de 10 µg/ml diluyéndolo hasta el rango de calibración.

#### ***6.5.34. ICAP Estándares y Control de Calidad de las Muestras***

Estándares de calibración para análisis por ICAP pueden combinarse en cuatro diferentes soluciones estándar mezcladas de la siguiente manera:

#### **SOLUCIONES ESTANDAR MEZCLADAS PARA ANALISIS ICAP**

<b>Solución</b>	<b>Elementos</b>
I	As, Be, Cd, Mn, Pb, Se, Zn
II	Ba, Co, Cu, Fe
III	Al, Cr, Ni
IV	Ag, P, Sb, Tl

Preparar estos estándares mediante la combinación y dilución adecuada de los volúmenes de la solución de 1000 µg/ml con HNO<sub>3</sub> al 5%. Un mínimo de un estándar y un blanco puede ser usado para formar cada curva de calibración. De todas formas, prepare en forma separada una muestra control de calidad con una cantidad conocida de los metales de interés en magnitudes dentro del rango medio de la curva de calibración. Los niveles de estándar sugeridos son 25 µg/ml para Al, Cr y Pb, 15 µg/ml para el Fe, y 10 µg/ml para el resto de elementos. Preparar cualquier estándar conteniendo menos de 1 µg/ml de metal sobre una base diaria. Estándares que contengan más del 1 µg/ml de metal deben ser estables durante un mínimo de 1 a 2 semanas. Para los ICP-MS, siga el Método 6020 en la publicación EPA SW-846 tercera edición (noviembre de 1986),

incluyendo las actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, según incorporación de la referencia del punto §60.17 (i).

#### ***6.5.35. Estándares Para GFAAS. Sb, As, Cd, Co, Pb, Se, y Tl***

Preparar un estándar de 10 µg/ml mediante la adición de 1 ml del estándar de 1000 µg/ml a un matraz aforado de 100 ml. Diluir con agitación a 100 ml con HNO<sub>3</sub> al 10%. Para GFAAS, la matriz coincide con los estándares. Preparar un estándar a 100 ng/ml añadiendo 1 ml del estándar de 10 µg/ml a un matraz aforado de 100 ml, y diluir a 100 ml con la solución matriz apropiada.

Prepare otro estándar mediante la dilución del estándar de 100 ng/ml. Use al menos cinco estándar para preparar la curva estándar. Los niveles sugeridos son 0, 10, 50, 75, y 100 ng/ml.

Prepare el control de calidad de muestras haciendo por separado un estándar de 10 µg/ml y diluyendo hasta que esté en el rango de las muestras. Preparar cualquiera de los estándares conteniendo menos de 1 µg/ml de metal sobre una base diaria. Estándares que contenga más de 1 µg/ml de metal deben ser estables durante un mínimo de 1 a 2 semanas.

#### ***6.5.36. Modificadores de Matriz***

##### ***6.5.36.1 Nitrato de Níquel, al 1% (V/V)***

Disolver 4,956 g de Ni (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O u otro compuesto de níquel adecuado para la preparación de este modificador de matriz en aproximadamente 50 ml de agua en un matraz aforado de 100 ml. Diluir hasta 100 ml con agua.

##### ***6.5.36.2 Nitrato de Níquel, al 0,1% (V/V)***

Diluir 10 ml de una solución de nitrato de níquel al 1% hasta 100 ml con agua. Inyectar una cantidad igual de la muestra y de éste modificador en el horno de grafito durante el análisis de GFAAS para As.

#### 6.5.36.3 Lantano

Con cuidado, disolver 0,5864 g de La en 10 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado, y diluir la solución agitando y adicionando agua hasta aproximadamente 50 ml. Diluir hasta 100 ml con agua, y mezclar bien. Inyectar una cantidad igual de la muestra y del modificador en el horno de grafito durante el análisis de Pb por GFAAS.

#### **6.5.37 Filtros**

Filtros de papel Whatman 40 y 541 (o equivalente), para filtración de las muestras digeridas.

## **7. RECOLECCIÓN, CONSERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA**

### **7.1. Toma de Muestras**

La complejidad de este método es tal que, para obtener resultados confiables, tanto técnicos como analistas deben estar capacitados y poseer experiencia con los métodos de ensayo, incluidos fuente de muestreo, la manipulación y preparación de reactivos; manipulación de la muestra; procedimientos y equipos de seguridad; cálculos analíticos, presentación de informes; y de los procedimiento específicos descritos a lo largo de este método.

#### **7.1.1. Preparación Previa**

Siga el mismo procedimiento general dado en el Método CH-5, Sección 4.1, excepto que, y a menos que las emisiones de partículas se van a determinar, el filtro no necesita ser desecados y pesado.

En primer lugar, enjuague todo el tren de muestreo de vidrio con agua caliente, y luego lavarlo en agua jabonosa caliente. Después, enjuague tres veces los vidrios con agua corriente (de la llave), seguido de tres enjuagues con agua que cumpla las especificaciones entregadas en este método. Luego remoje todos vidrios en una solución de ácido nítrico al 10% (V/V) durante un mínimo de 4 horas, enjuagar tres veces con agua, enjuagar por última vez con acetona,

y deje secar al aire. Cubra todas las aberturas en los vidrios donde la contaminación puede producirse hasta que el tren de muestreo que sea ensamblado para la medición.

### ***7.1.2. Determinaciones Preliminares***

Las mismas del Método CH-5, sección 4.1.2

### ***7.1.3. Preparación del Tren de Muestreo***

#### **7.1.3.1 Configuración del Tren de Muestreo**

Configure el tren de muestreo como se muestra en la Figura 29-1.

Siga los mismos procedimientos generales dados en el Método CH-5, sección 4.1.3, excepto que debe colocar 100 ml de la solución  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  (Sección 6.3.1 de este método) tanto en el segundo como en el tercer impinger según se muestra en la Figura 29-1.

Coloque 100 ml de la solución absorbente ácida de  $\text{KMnO}_4$  (Sección 6.3.2 de este método) tanto en el quinto como en el sexto impinger según se muestra en la Figura 29-1, y transferir desde el recipiente contenedor del silica gel aproximadamente 200 a 300 g. previamente pesados al último impinger. Alternativamente, el silica gel puede pesarse directamente en el impinger justo antes del montaje final del tren.

#### **7.1.3.2 Uso de Impinger Vacío**

Basándose en las condiciones específicas de muestreo de la fuente, el empleo de un primer impinger vacío se puede eliminar si la humedad que se recogerá en el impinger será menos de 100 ml. aproximadamente.

#### **7.1.3.3 Uso de Impingers**

Si el análisis de Hg. no será realizado, el cuarto, quinto y sexto impinger como se muestra en la Figura 29-1, no son necesarios.

#### 7.1.3.4 Conexiones Libres de Fuga

Para asegurar las conexiones del tren de muestreo libres de fugas y para evitar posibles problemas de contaminación de la muestra, use cinta de teflón o de otros materiales no contaminantes en lugar de la grasa de silicona.

**Precaución:** Tenga extremo cuidado para evitar la contaminación dentro del tren. Prevenir el contacto del  $\text{KMnO}_4$  ácido con cualquier vidrio que contenga la muestra del material en que se analizará el contenido de Mn. Prevenir la mezcla de ácido  $\text{H}_2\text{O}_2$  con el  $\text{KMnO}_4$  ácido.

#### ***7.1.4. Procedimientos de Chequeo de Fugas***

Siga los procedimientos de comprobación de fugas en el Método CH-5, sección 4.1.4.1 (Prechequeo de fugas), sección 4.1.4.2 (chequeo de fugas durante una corrida de muestreo), y la sección 4.1.4.3 (control posterior del chequeo de fugas).

#### ***7.1.5. Operación del Tren de Muestreo***

Siga los procedimientos indicados en el Método CH-5, Sección 4.1.5. Cuando se muestrea Hg, utilice un procedimiento análogo al descrito en la sección de 8.1 de Método EPA-101A, 40 CFR Parte 61, Apéndice B, de ser necesario para mantener el color deseado en el último impinger de permanganato acidificado. Para cada corrida, registre los datos necesarios en una hoja de datos como la que se muestra en la Figura 5-3 de Método CH-5.

#### ***7.1.6. Cálculo del Porcentaje de Isocinetismo***

El mismo que en Método CH-5, sección 4.1.6, 6.10 y 6.11

## **7.2. Recuperación de la Muestra**

### ***7.2.1. Preparación***

Comenzar los procedimientos de limpieza tan pronto como la sonda se retira de la chimenea al final de un período de muestreo. Previamente se debe permitir el enfriamiento de la sonda antes de recuperar la muestra. Cuando sea seguro manipularla, limpie todas las partículas externas cerca de la punta de la boquilla de la sonda y coloque una tapa enjuagada y no contaminada sobre la boquilla de la sonda para evitar perder o ganar material particulado.

No tape la punta de la sonda herméticamente mientras el tren de muestreo se está enfriando; ya que puede formarse vacío en el soporte del filtro con la no deseada consecuencia de extraer líquido del impinger al filtro.

### ***7.2.2. Precauciones***

Antes de mover el tren de muestreo al sitio de limpieza, remueva la sonda toma muestra del tren y tape la salida abierta. Tenga cuidado de no perder ningún condensado que pudiera estar presente. Tape la entrada al filtro en donde la sonda es sujeta. Retire el cordón umbilical del último impinger y tape el impinger. Tape la salida del soporte del filtro y entrada del impinger. Use tapas no contaminadas, tapones de vidrio esmerilado, tapas de plástico, tapones de cera, o cinta de Teflón para cerrar estas aberturas.

### ***7.2.3. Desmontaje***

Alternativamente, el siguiente procedimiento se puede utilizar para desmontar el tren antes que la sonda y el soporte/horno del filtro estén completamente frío: primeramente desconectar el soporte del filtro (salida)/ entrada del impinger y afloje la tapa de extremo abierto. Luego desconecte la sonda del soporte del filtro o del ciclón de entrada y afloje la tapa del extremo abierto. Tape la punta de la sonda y retire el cordón umbilical como se describió anteriormente.



#### ***7.2.4 Recuperación de la Sonda***

Transfiera la sonda y el montaje del filtro-impinger hacia el área de limpieza que debe estar limpia y protegida del viento y otras causas potenciales de contaminación o de pérdida de muestra. Inspeccione el tren antes y durante el desmontaje y anote cualquier condición anormal. Tome precauciones especiales para asegurar que todos los elementos necesarios para la recuperación no contaminaran la muestra. La muestra se recupera y se trata de la siguiente manera (ver esquema en las Figuras 29-2a y 29-2b).

#### ***7.2.5 Contenedor N° 1 (Filtro de Muestra)***

Retire con cuidado el filtro desde el soporte del filtro y colóquelo en una placa Petri etiquetada. Para manipular el filtro, use ya sea pinzas limpias de polipropileno con lavado ácido o con recubrimiento de teflón, guantes quirúrgicos desechables enjuagados con agua y secos.

Si es necesario doblar el filtro, asegúrese que la torta de partículas esté dentro del doblado.

Cuidadosamente transferir el filtro y cualquier material particulado o fibras del filtro adheridos a la junta del soporte del filtro, a la cápsula Petri utilizando un cepillo seco (limpiado con ácido) de cerdas de nylon. No utilice materiales que contenga algún tipo de metal cuando recupere este tren. Selle la placa Petri debidamente etiquetada.

#### ***7.2.6. Contenedor N° 2 (Enjuague de Acetona)***

Llevar a cabo este procedimiento sólo si las emisiones de material particulado serán determinadas. Cuantitativamente recuperar el material particulado y cualquier condensado de la boquilla de la sonda, acoplamiento de sonda, línea de la sonda, y de la mitad frontal del soporte del filtro, mediante el lavado de estos componentes con un total de 100 ml. de acetona, al mismo tiempo, tener mucho cuidado de ver que el polvo fuera de la sonda o de otra superficie ingrese en la muestra. La utilización de exactamente 100 ml. es debido a los subsecuentes procedimientos de corrección del

blanco. Agua destilada puede ser utilizada en lugar de acetona cuando sea aprobada por la Autoridad Competente y podrá ser usada cuando sea especificado por la Autoridad. En estos casos, reserve un blanco de agua y siga las instrucciones de análisis entregada la Autoridad Competente.

El agua desionizada obtenida por desionizadores que entreguen aguas de conductividad menor de 1 uS/cm, es posible su uso para la preparación de soluciones de trabajo en metales y arsénico.

#### 7.2.6.1 Paso 1

Cuidadosamente remueva la boquilla de la sonda, y limpiar la superficie interior enjuagándola con acetona usando una botella de lavado mientras cepilla con un cepillo no metálico. Cepille hasta que la acetona de enjuague no muestra partículas visibles, luego hacer un enjuague final de la superficie interior con acetona.

#### 7.2.6.2 Paso 2

Cepille y enjuague en forma similar con acetona las partes internas de las piezas de acoplamiento expuestas en la sonda de muestreo hasta que no queden partículas visibles. Enjuague con acetona la línea de la sonda mediante el volteo y rotación de la sonda mientras introduce un chorro de acetona por el extremo superior de manera tal que toda la superficie interior sea humedecida con acetona. Permita que la acetona escurra por el extremo inferior dentro del contenedor de la muestra. Puede usarse un embudo para ayudar a transferir los líquidos del lavado al contenedor.

Continúe el enjuague con acetona con un cepillo no metálico para sonda. Sostenga la sonda en una posición inclinada, introducir un chorro de acetona en el extremo superior mientras se comienza a girar y empujar el cepillo de sonda a través de la misma tres veces.

Mantenga un contenedor de muestra bajo el extremo inferior de la sonda, y recolecte toda la acetona y el material particulado que es cepillado a través de la sonda hasta que no halla material particulado visible transportado por la acetona o en inspección visual no permanezca material en la línea de la sonda.

Enjuague el cepillo con acetona, recolectando este enjuague en el contenedor de la muestra. Después del cepillado, haga un enjuague final de la sonda con acetona como se describe arriba.

#### 7.2.6.3 Recomendaciones

Se recomienda que dos personas limpien la sonda para reducir al mínimo las pérdidas de muestra. Entre las corridas de muestreo, mantener los cepillos limpios y protegidos de la contaminación. Limpie el interior de la mitad frontal del soporte del filtro frotando la superficie con un cepillo no metálicos y enjuague con acetona. Enjuague cada superficie tres veces o más si es necesario para remover las partículas visibles. Haga un enjuague final del cepillo y del soporte del filtro. Después que toda la acetona de los lavados y el material particulado han sido recolectados en el contenedor de la muestra, apriete la tapa para que no haya fugas de acetona cuando se transporte al laboratorio.

Marcar el nivel de líquido para determinar si se produjo o no fugas durante el transporte. Etiquetar claramente el contenedor identificando su contenido.

#### ***7.2.7. Contenedor N°3 (Enjuague de Sonda)***

Mantenga la sonda limpia y libre de contaminación durante el enjuague de la sonda.

Enjuague a fondo la boquilla de la sonda y acoplamiento, línea de la sonda, y la mitad frontal del soporte del filtro a con un total de 100 ml de 0,1 N HNO<sub>3</sub>, y coloque el lavado en un contenedor de muestra.

Realice los enjuagues como se aplica y como, en general, se describe en el Método EPA-12, sección 8.7.1. Registre el volumen de los enjuagues. Marque el nivel de líquido en el exterior del contenedor y utilizar esta marca para determinar si se producen fugas durante el transporte. Selle el envase, y etiquete claramente su contenido. Por último, enjuague la boquilla, la línea de la sonda, y la mitad frontal del soporte del filtro con agua seguido de acetona, y desechar estos enjuagues.

**NOTA:** El uso de exactamente 100 ml. es necesario para los subsecuentes procedimientos de corrección del blanco.

**7.2.8. Contenedor N°4 (Impingers 1 a 3, Impinger Eliminador de Humedad, cuando se usa, Impingers de Contenidos de  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  y Enjuagues)**

Debido a la gran cantidad potencial de líquido involucrada, el operador puede colocar las soluciones de los impingers del 1 al 3 en más de un recipiente, si es necesario.

Medir el líquido en los tres primeros impingers hasta con 0,5 ml utilizando una probeta graduada. Registra el volumen. Esta información es necesaria para calcular el contenido de humedad del flujo de gas muestreado.

Limpie cada uno de los tres primeros impingers, el soporte del filtro, la mitad posterior contenedor del filtro, y conexiones de vidrio en forma profunda enjuagando con 100 ml. de 0,1 N  $\text{HNO}_3$  utilizando el procedimiento aplicado en el Método EPA-12, sección 8.7.3.

**NOTA:** El uso de exactamente 100 ml de 0,1 N  $\text{HNO}_3$  para el enjuague es necesario para los subsiguientes procedimientos de corrección del blanco. Combine los enjuagues y soluciones de impinger, mida y registre el volumen total final. Marque la altura del nivel del líquido, selle el contenedor, y etiquete claramente el contenido.

**7.2.9. Contenedor N° 5A (0,1 N  $\text{HNO}_3$ ), Contenedor 5B ( $\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$  Solución Absorbente), y Contenedor 5C (8 N HCl Enjuague y Dilución)**

**7.2.9.1 Muestreo de Mercurio**

Cuando se muestrea para Hg, verter todo el líquido del impinger (normalmente impinger N° 4), que precede inmediatamente a los impingers de permanganato en una probeta graduada y medir el volumen hasta con 0,5 ml.

Esta información es necesaria para calcular el contenido de humedad del flujo de gases muestreados. Coloque el líquido en el contenedor N° 5A. Enjuague el impinger con exactamente 100 ml. de 0,1 N  $\text{HNO}_3$  y colocar este enjuague en el contenedor N° 5A.

#### 7.2.9.2 Determinación de Humedad

Vierta todos los líquidos de los dos impingers que contienen permanganato en una probeta graduada y medir el volumen hasta con 0,5 ml. Esta información es necesaria para calcular el contenido de humedad del flujo de gas muestreado.

Coloque la solución ácida de  $\text{KMnO}_4$  en el contenedor N° 5B. Utilice un total de exactamente 100 ml de solución fresca acidificada de  $\text{KMnO}_4$  para todos los enjuagues (aproximadamente 33 ml por enjuague), enjuague los dos impingers de permanganato y las conexiones de vidrio un mínimo de tres veces. Vierta los enjuagues en el contenedor N° 5B, asegurar cuidadosamente de transferir todos los materiales precipitados sueltos de los dos impingers.

Del mismo modo, utilizando un total de 100 ml de agua, enjuague los impingers de permanganato y las conexiones de vidrio un mínimo de tres veces, y verter en el contenedor 5B los enjuagues, asegurarse cuidadosamente de transferir cualquier material precipitado suelto.

Marcar la altura del nivel del líquido, y etiquetar claramente el contenido. Leer las **Precauciones**: en la Sección 6.3.2.

**NOTA:** Debido a la potencial reacción del  $\text{KMnO}_4$  con ácido, un aumento de presión puede ocurrir en la botella de almacenamiento. No llene completamente estas botellas y tome precauciones para aliviar el exceso de presión. Una tapa perforada N° 70-72 en el contenedor y teflón han sido utilizados con éxito.

#### 7.2.9.3 Limpieza de Impingers

Si no permanecen depósitos visibles después del enjuague con agua, no se requiere de más enjuagues. Sin embargo, si depósitos permanecen en la superficie del impinger, lavarlas con 25 ml de HCl 8N, y coloque el lavado en un contenedor diferente de muestra etiquetándolo N° 5C conteniendo 200 ml. de agua. Primero, colocar 200 ml de agua en el

contenedor. Luego, lavar las paredes y cuello del impinger con el HCl girando el impinger sobre los costados y rotándolo de manera tal que el HCl entre en contacto con toda la superficie interna. Utilice un total de sólo 25 ml. de 8 N HCl para el lavado de ambos impingers con permanganato. Enjuague el primer impinger, luego vierta este mismo enjuague utilizado en el primer impinger en el segundo impinger para su enjuague. Finalmente, verter los 25 ml de HCl 8 N del enjuague cuidadosamente en el contenedor. Marcar la altura del nivel del líquido en el exterior del contenedor para determinar si ocurrieron fugas durante el transporte.

#### ***7.2.10. Contenedor N° 6 (Silica Gel)***

Observe el color que posee la silica gel para determinar si se ha agotado por completo y anotar su condición. Transfiera la silica gel desde su impinger a su envase original y séllelo. El operador puede utilizar un embudo para verter la silica gel y un bastón de goma para remover la silica gel del impinger. Toda pequeña cantidad de partículas que podrían adherirse a la pared del impinger deben ser removidas. No use agua u otros líquidos para transferir la silica gel ya que el peso ganado por la silica gel en el impinger se usa para los cálculos de la humedad. Alternativamente, si se dispone de una balanza en terreno, registre el peso de la silica gel utilizada(o silica gel más impinger) con una sensibilidad de 0,5 g.

#### ***7.2.11. Contenedor N° 7 (Blanco de Acetona)***

Si las emisiones de partículas se van a determinar, al menos una vez durante cada uno de los ensayos, coloque una porción de 100 ml de acetona utilizada en el proceso de recuperación de la muestra en un recipiente etiquetándolo N° 7. Selle el contenedor

#### ***7.2.12. Contenedor N° 8A (Blanco 0,1 N HNO<sub>3</sub>)***

Por lo menos una vez durante cada uno de los ensayos, coloque 300 ml de la solución 0,1 N HNO<sub>3</sub> utilizada en el proceso de recuperación

de la muestra en un recipiente etiquetándolo N° 8A. Selle el contenedor

#### ***7.2.13. Contenedor N° 8B (Blanco de Agua)***

Por lo menos una vez durante cada uno de los ensayos, coloque 100 ml del agua utilizada en el proceso de recuperación de la muestra en un recipiente etiquetándolo N° 8B. Selle el contenedor.

#### ***7.2.14. Contenedor N° 9 (Blanco 5% HNO<sub>3</sub>/10% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)***

Por lo menos una vez durante cada uno de los ensayos, coloque 200 ml, de la solución 5% HNO<sub>3</sub>/10% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> usada como el reactivo del impinger de ácido nítrico en un recipiente etiquetándolo N° 9. Selle el contenedor.

#### ***7.2.15 Contenedor N°10 (Blanco de KMnO<sub>4</sub> Acificado)***

Por lo menos una vez durante cada uno de los ensayos, coloque 100 ml de la solución acidificada de KMnO<sub>4</sub> utilizado como solución del impinger y en el proceso de recuperación de la muestra, en un recipiente etiquetándolo N° 10. Prepare el envase o contenedor, tal como se describe en la Sección 7.2.9.2. Leer las **Precauciones**: en la Sección 6.3.2 y leer la **NOTA** en la Sección 7.2.9.2.

#### ***7.2.16. Contenedor N° 11 (Blanco 8 N HCl)***

Por lo menos una vez durante cada uno de los ensayos, coloque 200 ml de agua en un contenedor de muestra etiquetándolo N° 11. Luego cuidadosamente añadir revolviendo 25 ml de 8 N HCl. Mezclar bien y sellar el contenedor.

#### ***7.2.17. Contenedor N° 12 (Blanco del Filtro de Muestra)***

Una vez durante cada uno de los ensayos, coloque en una placa Petri etiquetada N° 12, tres filtros blanco sin utilizar del mismo lote del filtro de la muestra. Selle la placa Petri.

### **7.3. Preparación de la Muestra**

Verifique el nivel del líquido en cada contenedor y determine si hubo pérdida en alguno de ellos durante el transporte. Si nota que alguna cantidad se ha perdido, anule la muestra y/o los métodos usados, sométala a la aprobación de la Autoridad Competente, para corregir los resultados finales. Un diagrama que ilustra los procedimientos de preparación de muestras y análisis para cada uno de los componentes de los trenes de muestreo se muestra en la Figura 29-3.

#### **7.3.1. Contenedor N°1 (Filtro de Muestra)**

##### 7.3.1.1 Determinación de Partículas

Si emisiones de partículas están siendo determinadas, en primer lugar deshidrate el filtro y tome el filtro sin adicionar calor (no calentar los filtros para acelerar el secado) y pesar a un peso constante tal como se describe en la Sección 4.1.1 del Método CH-5.

##### 7.3.1.2 Tratamiento del Filtro

Siguiendo este procedimiento, o sólo inicialmente, si emisiones de partículas no serán determinadas además del análisis de metales, divida el filtro con su sujetador en porciones que contengan aproximadamente 0,5 g cada una.

Coloque las partes según elija el analista en un microondas individual con válvula liberadora de presión o una Bomba Parr. Añada 6 ml. de HNO<sub>3</sub> concentrado y 4 ml de HF a cada cámara. Para calentamiento por microondas, caliente las muestras aproximadamente 12 a 15 minutos como tiempo total de calentamiento de la siguiente manera: calefaccionar durante 2 a 3 minutos, luego apagar el microondas por 2 a 3 minutos, luego calefaccionar durante 2 a 3 minutos, etc., continuar con este procedimiento hasta completar los 12 a 15 minutos totales de calentamiento (este procedimiento debe cumplirse aproximadamente en 24 a 30 minutos a 600 Watts). Los tiempos de calefacción usando Microondas son



aproximados y ellos dependen del número de muestras que son digeridas simultáneamente. El absorbente revelará el calor suficiente mediante reflujos dentro de la cámara. Para calefacción convencional, caliente la Bomba Parr a 140°C (285°F) por 6 horas. Luego enfriar la muestra a temperatura ambiente, y combine con el enjuague de ácido digerido de la sonda como es requerida en la Sección 7.3.3.

#### 7.3.1.3 Tratamiento de Ciclón de Vidrio (Opcional)

Si el tren de muestreo incluye un ciclón de vidrio opcional en frente del filtro, preparar y digerir el sujetador del ciclón de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 7.3.1.2 y luego combinar lo digerido con la digestión del filtro de la muestra.

#### **7.3.2. Contenedor N°2 (Enjuague Acetona)**

Anote el nivel de líquido en el contenedor y confirmar en la hoja de análisis si se produjeron pérdidas o no durante el transporte.

Si una cantidad notable de pérdida se ha producido, anule la muestra o los métodos usados, someta a la aprobación de la Autoridad Competente, para corregir los resultados finales. Medir el líquido de este contenedor ya sea volumétricamente con precisión de 1 ml. o gravimétricamente con precisión de 0,5 g. Transferir el contenido a un vaso de 250 ml previamente pesado y lavado con ácido, y evaporar hasta secar a temperatura y presión ambiente.

Si las emisiones de partículas serán determinadas, deshidrate por 24 horas sin adición de calor, pesar a un peso constante de acuerdo a los procedimientos descritos en la sección 4.1.1 de Método CH-5, e informe de los resultados con precisión de 0,1 mg. Redissolver el residuo con 10 ml. de HNO<sub>3</sub> concentrado. Cuantitativamente combinar la muestra resultante, incluidos todos los líquidos y cualquier material particulado, con el contenedor N° 3 antes de comenzar la Sección 8.3.3.

#### **7.3.3. Contenedor N°3 (Enjuague Sonda)**

Verifique que el pH de esta muestra es 2 o menos. Si no lo está, acidificar la muestra con cuidado adicionando con agitación HNO<sub>3</sub>

concentrado hasta pH 2. Use agua para enjuagar la muestra en un vaso, y cubrir el vaso con un vidrio de reloj acanalado. Reducir el volumen de la muestra a aproximadamente 20 ml calentándola sobre una placa caliente a una temperatura justo por debajo del punto de ebullición. Digerir la muestra en la cámara de microondas o Bomba Parr transfiriendo cantidades a la cámara o bombas, agregando cuidadosamente 6 ml. de HNO<sub>3</sub> concentrado, 4 ml de HF concentrado, y luego continuar siguiendo los procedimientos descritos en la Sección 7.3.1.2.

Luego combinar la muestra resultante directamente con las porciones de la digestión ácida del filtro preparada previamente en la Sección 7.3.1.2. El resultado de la combinación se denomina "Muestra Fracción 1".

Filtrar la muestra combinada utilizando papel filtro Whatman 541. Diluir hasta 300 ml. (o el volumen apropiado para las concentraciones esperadas de los metales) con agua. Esta muestra diluida es denominada "Fracción analítica 1".

Medir y registrar el volumen de la fracción analítica 1 con precisión de 0,1 ml. Remueva una proporción equivalente a una cantidad de 50 ml y etiquetar como "Fracción analítica 1B". Etiquete la proporción que resta de los 250 ml como "Fracción analítica 1A". La Fracción Analítica 1A se utiliza para análisis por ICAP o análisis de AAS para todos los metales, excepto Hg. La Fracción Analítica 1B se utiliza para la determinación de Hg de la parte media frontal.

#### ***7.3.4. Contenedor N°4 (Impingers 1-3)***

Medir y registrar el volumen total de esta muestra con precisión de 0,5 ml y etiquetar como "Fracción 2 de la muestra". Quitar un fracción de entre 75 a 100 ml para análisis de Hg y etiquetarla como "Fracción analítica 2B". Etiquete la porción restante del contenedor N°4 como "Fracción 2A de la muestra". La fracción de la muestra 2A define el volumen de la fracción analítica 2A antes de la digestión.

Toda la Fracción 2A de la muestra es digerida para producir la "Fracción analítica 2A". La Fracción Analítica 2A define el volumen de la Fracción 2A de la muestra después de su digestión y el volumen de la fracción analítica 2A es normalmente 150 ml. La Fracción Analítica

2A es analizada para todos los metales, excepto Hg. Verifique que el pH de la Fracción 2A de la muestra es de 2 o menos. Si es necesario, adicione  $\text{HNO}_3$  concentrado cuidadosamente y agitando hasta bajar al pH de la fracción 2A de la muestra a pH 2. Use agua para enjuagar la Fracción 2A de la muestra en un vaso y luego cubrir el vaso con un vidrio reloj acanalado. Reducir la Fracción 2A de la muestra a aproximadamente 20 ml por calentamiento sobre una placa caliente a una temperatura justo por debajo del punto de ebullición. A continuación, siga cualquiera de los procedimientos de digestión descritos en las Secciones 7.3.4.1 o 7.3.4.2.

#### 7.3.4.1 Procedimiento de Digestión Convencional

Añadir 30 ml de  $\text{HNO}_3$  al 50%, y calentar durante 30 minutos sobre una placa caliente por debajo del punto de ebullición. Añadir 10 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 3% y calentar durante 10 minutos más. Añadir 50 ml de agua caliente, y calentar la muestra por un período adicional de 20 minutos. Enfriar, filtrar la muestra, y diluir a 150 ml (o la cantidad apropiada para las concentraciones esperadas de los metales), con agua. Esta dilución produce la Fracción Analítica 2A. Medir y registrar el volumen con precisión de 0,1 ml.

#### 7.3.4.2 Procedimiento de Digestión por Microondas

Añadir 10 ml de  $\text{HNO}_3$  al 50% y calentar por un tiempo total de 6 minutos, calentando en forma alternada durante 1 a 2 minutos con 600 Watts de potencia y luego 1 a 2 minutos sin calentar, etc., similar al procedimiento descrito en la Sección 7.3.1. Dejar enfriar la muestra.

Añadir 10 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  al 3% y calentar durante 2 minutos más. Añadir 50 ml de agua caliente, y calentar durante otros 5 minutos. Enfriar, filtrar la muestra, y diluir a 150 ml (o la cantidad apropiada para las concentraciones esperadas de los metales) con agua. Esta dilución produce la Fracción Analítica 2A. Medir y registrar el volumen con precisión de 0,1 ml.

**NOTA:** Todos los tiempos de calentamiento por microondas son aproximados y dependen del número de muestras que se está digiriendo de una vez. Los tiempos de calefacción dados arriba han sido considerados aceptables para la

digestión simultánea de hasta 12 muestras individuales. La calefacción suficiente se manifiesta por el reflujó del solvente dentro de la cámara.

### ***7.3.5. Contenedor N°5A (Impinger 4), Contenedores N°5B-5C (Impingers 5-6)***

Mantener las muestras en los contenedores N°s 5A, 5B y 5C separados unos de otro. Medir y registrar el volumen de 5A con precisión de 0,5 ml. Etiquete el contenido del contenedor N° 5A que será la Fracción Analítica 3A. Para eliminar cualquier precipitado marrón de MnO<sub>2</sub> del contenido del contenedor N° 5B, filtrar su contenido a través de un filtro de papel Whatman 40 en un matraz aforado de 500 ml de volumen y diluya el volumen con agua. Guardar el filtro para la digestión del precipitado marrón del MnO<sub>2</sub>. Etiquete los 500 ml del filtrado del contenedor N° 5B que será la Fracción Analítica 3B. Analizar el Hg de la Fracción Analítica 3B dentro de las 48 horas desde la etapa de filtración. Coloque el filtro guardado, que se utilizó para eliminar el precipitado marrón de MnO<sub>2</sub>, dentro de un contenedor de tamaño apropiado con ventilación, lo cual permitirá la liberación de cualquier gas incluido el cloro formado cuando el filtro es digerido.

En una campana de laboratorio la que eliminará todo el gas producido por la digestión del MnO<sub>2</sub>, agregar 25 ml de 8 N HCl al filtro y permitir que digiera por un mínimo de 24 horas a temperatura ambiente. Filtrar el contenido del contenedor N° 5C a través de un filtro Whatman 40 en un matraz aforado de 500 ml de volumen. Luego filtrar el resultado de la digestión del MnO<sub>2</sub> marrón del contenedor N° 5B a través de un filtro Whatman 40 en el mismo matraz aforado de 500 ml, y diluir y mezclar bien el volumen con agua.

Deseche el filtro Whatman 40. Marque esta combinación de 500 ml de solución de HCl diluido como Fracción Analítica 3C

### ***7.3.6. Contenedor N°6 (Silica Gel)***

Pesar la silica gel usada (o silica gel, más impinger) con precisión 0,5 g. usando una balanza.

## **8. CONTROL DE CALIDAD**

### **8.1. Reactivos Blancos de Terreno, deben ser analizados**

Realizar la digestión y el análisis de los blancos en contenedores desde el N° 7 al N° 12 que se produjeron desde la sección 7.2.11 hasta 7.2.17, respectivamente. Para reactivos blanco de terreno de Hg, utilice una porción de 10 ml. para la digestión y análisis.

#### ***8.1.1. Paso 1***

Digiera y analice uno de los filtros del contenedores N° 12 según Sección 7.3.1, 100 ml del contenedor N° 7 según Sección 7.3.2, y 100 ml del contenedor N° 8A según Sección 7.3.3. Este paso produce blancos para las Fracciones Analíticas 1A y 1B.

#### ***8.1.2. Paso 2***

Combine 100 ml del contenedor N° 8A con 200 ml de contenedor N° 9, y digiera y analice el volumen resultante según Sección 7.3.4. Este paso produce blancos para las Fracciones Analíticas 2A y 2B

#### ***8.1.3. Paso 3***

Digerir y analizar una porción de 100 ml del contenedor N° 8A para producir un blanco para la Fracción Analítica 3A.

#### ***8.1.4. Paso 4***

Combinar 100 ml del contenedor N° 10 con 33 ml del contenedor N° 8B para producir un blanco para la Fracción Analítica 3B. Filtrar los resultantes 133 ml, tal como se describe para el contenedor N° 5B en la Sección 7.3.5, con la excepción de no diluir los 133 ml. Analizar este blanco para Hg dentro de 48 horas desde la filtración, y utilice 400 ml como el volumen blanco cuando calcule el valor de la masa del blanco. Utilice los volúmenes reales de los blancos de análisis para el cálculo de sus valores de masa.

### ***8.1.5. Paso 5***

Digerir el filtro que fue usado para remover cualquier precipitado marrón de  $MnO_2$  del blanco para la Fracción Analítica 3B por el mismo procedimiento que se describe en la Sección 7.3.5 para el filtro de muestra similar. Filtre lo digerido y los contenidos del contenedor N° 11 a través de papel Whatman 40 en un matraz aforado de 500 ml de volumen, y diluir el volumen con agua. Estos pasos producen un blanco para la Fracción Analítica 3C.

### ***8.1.6. Paso 6***

Analice los blancos para los blancos de la Fracción Analítica 1A y 2A según sección 10.1.1 y/o sección 10.1.2. Analizar los blancos para las Fracciones Analíticas 1B, 2B, 3A, 3B y 3C según Sección 10.1.3.

El análisis del blanco para la fracción Analítica 1A produce los valores de corrección del reactivo blanco de la parte media frontal para todos los metales deseados excepto para el Hg. El análisis del blanco para la Fracción Analítica 1B produce los valores de corrección del reactivo blanco de la parte media frontal para el Hg.

El análisis del blanco para la fracción Analítica 2A produce los valores de corrección del reactivo blanco de la parte media posterior para todos los metales deseados excepto para el Hg, mientras que el análisis separado de los blancos para las fracciones analíticas 2B, 3A, 3B y 3C produce los valores de corrección del reactivo blanco de la parte media posterior para el Hg.

## **8.2. Control de Calidad de las Muestras**

Realizar el siguiente control de calidad de las muestras:

### ***8.2.1. Análisis por ICAP e ICP-MS***

Siga las descripciones respectivas de control de calidad de la Sección 8 de los Métodos 6010 y 6020 en la publicación EPA SW-846 Tercera Edición (noviembre de 1986) incluyendo actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, tal como se ha incorporado por referencia en el párrafo §60.17 (i).

Si el propósito es examinar una fuente basándose en una muestra de tres corridas, modificar estos requisitos e incluya los siguientes: dos instrumentos chequean las corridas estándar, dos corridas de calibración de blanco, una muestra de comprobación de la interferencia al comienzo del análisis (analizado por el método de adiciones estándar al menos dentro del 25%), una muestra de control de calidad para comprobar la exactitud del estándar de calibración (obligatorio para estar dentro del 25% de calibración), y un análisis duplicado (se requiere para estar dentro del 20% promedio o repetir todos los análisis).

### ***8.2.2. Aspiración Directa AAS y/o Análisis GFAAS Para Sb, As, Ba, Be, Cd, Cu, Cr, Co, Pb, Ni, Mn, Hg, P, Se, Ag, Tl y Zn***

Analizar todas las muestras por duplicado. Realizar una matriz de punta para al menos una muestra de la mitad frontal y una de la mitad posterior, o una muestra combinada. Si se obtienen recuperaciones de menos del 75% o superior al 125% de la matriz de punta, analizar cada una de las muestras por el método de adiciones estándar. Analizar una muestra de control de calidad para comprobar la exactitud de los estándares de calibración. Si los resultados no están dentro del 20%, repetir la calibración.

### ***8.2.3. Análisis de Hg por CVAAS***

Analizar todas las muestras por duplicado. Analizar una muestra de control de calidad para comprobar la exactitud de los estándares de calibración (si no está dentro del 15%, repetir la calibración).

Realizar una matriz de punta en una muestra (si no está dentro del 25%, analizar todas las muestras por el método de adiciones estándar).

Información adicional sobre el control de calidad puede obtenerse del Método 7470 en la publicación EPA SW-846 Tercera Edición (noviembre de 1986) incluyendo actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, tal como se ha incorporado por referencia en el párrafo §60.17 (i), o en Métodos Estándar para Agua y Aguas Residuales Método 303F.

## 9. ESTANDARIZACIÓN Y CALIBRACIÓN

**NOTA:** Mantener un cuaderno de laboratorio de todas las calibraciones.

### 9.1. Calibración del Tren de Muestreo

Calibrar los componentes del tren de muestreo de acuerdo con las secciones indicadas del Método CH-5: Boquilla de Sonda (sección 5.7); Tubo Pitot (sección 5.4); Sistema de Medición (sección 5.1); Calefactor de Sonda (sección 5.8); Sensores de Temperatura (sección 5.2); Comprobación de Fugas de los Sistema de Medición (Sección 5.1), y Barómetro (sección 5.3).

### 9.2. Calibración de Espectrometría de Acoplamiento Inductivo Argón Plasma

Preparar los estándares tal como se indica en la Sección 6.5. Ajuste y calibre el instrumento según los procedimientos recomendados por el fabricante utilizando dichos estándares. Compruebe la calibración una vez por hora. Si el instrumento no reproduce la concentración estándar con desviación de hasta el 10%, lleve a cabo los procedimientos de calibración completa.

Realizar el análisis por ICP-MS siguiendo el método EPA 6020 en la publicación SW-846 Tercera Edición (noviembre de 1986) incluyendo actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, tal como se ha incorporado por referencia en el párrafo §60.17 (i).

### 9.3. Espectrómetro de Absorción Atómica - Aspiración Directa AAS, GFAAS y CVAAS Análisis

Preparar los estándares tal como se indica en el punto 6.5 y utilizarlos para calibrar el espectrómetro. Los procedimientos de calibración también son descritos en el método de la EPA referenciado en la tabla 29-2 y en Método 7470 de la publicación de la EPA SW-846 Tercera Edición (noviembre de 1986) incluyendo actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, tal como se ha incorporado por referencia en el apartado §60,17 (i), o en Métodos Estándar para Agua y Aguas Residuales Método 303F (para Hg).



Realice cada curva estándar en duplicado y use el valor medio para calcular la línea de calibración. Recalibrar el instrumento de aproximadamente una vez cada 10 o 12 muestras.

## 10. PROCEDIMIENTO ANALÍTICO

### 10.1. Análisis de las Muestras

Para cada corrida de muestra del tren de muestreo, siete muestras analíticas individuales se generan, dos para todos los metales deseados, excepto Hg, y cinco para Hg.

Un esquema de identificación para cada contenedor de muestra y requerimientos para las preparaciones analíticas y esquema de análisis es presentado en la Figura 29-3. Las dos primeras muestras analíticas, etiquetadas Fracciones Analítica 1A y 1B, consistentes en muestras digeridas de la mitad frontal del tren. La Fracción Analítica 1A es para análisis por ICAP, ICP-MS o AAS, tal como se describe en las secciones 10.1.1 y 10.1.2, respectivamente. La Fracción Analítica 1B es para el análisis de Hg de la mitad frontal como se describe en Sección 10.1.3.

El contenido de la mitad trasera del tren se utiliza para preparar las muestras analíticas desde la tercera hasta la séptima. La tercera y cuarta muestras analíticas, etiquetadas Fracción Analítica 2A y 2B, contienen la muestra de la remoción de humedad del impinger N° 1, si se utiliza, y de los impingers de  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  N° 2 y N° 3. La Fracción Analítica 2A es para análisis por ICAP, ICP-MS o AAS para los metales objetivo, excepto Hg. La Fracción Analítica 2B es para el análisis de Hg.

La quinta a séptima muestra analítica, etiquetadas Fracciones Analíticas 3A, 3B y 3C, consistentes en los contenidos y el enjuague del impinger vacío N° 4 y de los Impingers de  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{KMnO}_4$  N° 5 y N° 6. Estas muestras analíticas son para análisis de Hg, tal como se describe en la Sección 10.1.3. El total de Hg atrapado en la mitad posterior es determinado a partir de la suma de las Fracciones Analíticas 2B, 3A, 3B y 3C. Las Fracciones Analíticas 1A y 2A pueden ser combinadas proporcionalmente antes del análisis.

### ***10.1.1. Análisis por ICAP y ICP-MS***

Analizar las Fracciones Analíticas 1A y 2A por ICAP usando el Método 6010 o el Método 200.7 (40 CFR 136, Apéndice C). Calibrar el ICAP, y configure el programa de análisis como se describe en el Método 6010 o el Método 200.7.

Siga los procedimientos de control de calidad descritos en la Sección 8.2.1.

Las longitudes de onda recomendadas para el análisis son los que muestran en Tabla 29-2. Estas longitudes de onda representan la mejor combinación de especificidad y potencial límite de detección. Otras longitudes de onda pueden ser sustituidas si es que pueden proporcionar la necesaria especificidad y límite de detección, y son tratadas con las mismas técnicas de corrección para el espectro de interferencia.

Inicialmente, analizar todas las muestras para los metales objetivo (excepto Hg), más Fe y Al. Si el Fe y el Al están presentes, la muestra podría tener que ser diluida de manera tal que cada uno de estos elementos se encuentre en una concentración menor que 50 ppm a fin de reducir su interferencia espectral con el As, Cd, Cr, y Pb.

Realizar el análisis por ICP-MS siguiendo el Método EPA 6020 de la publicación SW-846 Tercera Edición (noviembre de 1986) incluyendo actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, tal como se ha incorporado por referencia en el párrafo §60.17 (i).

**NOTA:** Cuando se analiza las muestras en una matriz de HF, una antorcha de alúmina debería utilizarse, ya que todas las muestras de la mitad frontal contienen HF, utilizar una antorcha de alúmina.

### ***10.1.2 AAS por Aspiración Directa y/o GFAAS***

Si se requiere el análisis de metales en las Fracciones Analíticas 1A y 2A mediante el uso de GFAAS o por aspiración directa usando AAS, utilice la Tabla 29-3 para determinar que técnicas y procedimientos se aplican para cada metal a analizar.

Utilice la Tabla 29-3, en caso necesario, a fin de determinar las técnicas de minimización de las interferencias.

Calibrar el instrumento de acuerdo con el punto 9.3 y siga los procedimientos de control de calidad especificados en la sección 8.2.2

### ***10.1.3. Análisis de Hg por CVAAS***

Analizar las Fracciones Analíticas 1B, 2B, 3A, 3B y 3C separadamente para Hg usando CVAAS siguiendo el método descrito en el Método 7470 de la EPA en la publicación SW-846 Tercera Edición (noviembre de 1986) incluyendo las actualizaciones I, II, IIA, IIB y III, como se han incorporado por referencia en el párrafo §60.17 (i), o en Métodos Estándar para Análisis de Agua y Aguas Residuales, 15<sup>a</sup> edición, Método 303F, o, opcionalmente, usando **Nota N° 2** al final de esta sección.

Establecer la curva de calibración (0 a 1000 ng), tal como se describe en el Método 7470 o similar al Método 303F usando botellas DBO de 300 ml en lugar de Erlenmeyers.

Realice lo siguiente para cada análisis de Hg. De cada muestra original, seleccionar y registrar una proporción de tamaño entre 1 ml a 10 ml.

Si no hay conocimiento previo de la cantidad esperada de Hg en la muestra, una proporción de 5 ml se sugiere para la primera dilución a 100 ml (véase la **Nota N° 1** al final de esta sección). La cantidad total de Hg en la proporción deberá ser inferior a 1 µg y dentro del rango (0 a 1000 ng.) de la curva de calibración.

Coloque la proporción de la muestra en una botella DBO de 300 ml, y añadir suficiente agua para lograr un volumen total de 100 ml. Luego agréguele la solución digerida de la muestra secuencialmente y realizar la preparación de la muestra descrita en los procedimientos del Método 7470 o el Método 303F. (Véase la **Nota N° 2** al final de esta sección).

Si las lecturas máximas están fuera de la escala (porque el Hg en la proporción excede el rango de calibración; incluyendo la situación en

la que sólo 1 ml de la proporción de la muestra original fue digerida), luego diluir la muestra original (o una parte de ella) con HNO<sub>3</sub> al 0,15% (1,5 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado por litro de solución acuosa), de modo que cuando una porción de 1 ml a 10 ml del "HNO<sub>3</sub> diluido al 0,15% dilución de la muestra original" es digerido y analizado por los procedimientos descritos anteriormente, se producirá un análisis dentro del rango de la curva de calibración.

**NOTA N° 1:** Cuando los niveles de Hg en las fracciones de la muestra se encuentran por debajo del límite de detección en la chimenea dados en la Tabla 29-1, seleccione una porción de 10 ml para digestión y analice como se describe.

**NOTA N° 2:** Opcionalmente, el Hg se puede analizar utilizando los procedimientos analíticos de CVAAS dados por algunos fabricantes de instrumentos. Estos incluyen la calibración y procedimientos de control de calidad para el Modelo Leeman PS200, Sistemas Perkin Elmer FIAS, y modelos similares, y si están disponibles, los de otros fabricantes de instrumentos. Para la digestión y análisis por estos instrumentos, realizar las siguientes dos pasos: (1), Digerir la proporción de la muestra a través de la adición clorhidrato de hidroxilamina acuosa / solución de cloruro de sodio tal como se describe en esta sección: (Los Leeman, Perkin Elmer, e instrumentos similares descritos en esta nota añadir automáticamente la necesaria solución de cloruro de estaño durante el análisis automatizado de Hg.); (2), Una vez terminada la digestión descrita en (1), analizar la muestra de acuerdo a las indicaciones del fabricante del instrumento. Este enfoque permite múltiples (incluyendo el duplicado) análisis automatizados de la proporción de muestra digerida.

## 11. ANÁLISIS DE DATOS Y CÁLCULOS

### 11.1. Nomenclatura

- A = Límite de detección analítica, µg/ml.
- B = Volumen líquido de la muestra digerida antes de fraccionar para el análisis, ml.
- C = Volumen de gas de muestra de chimenea, dsm<sup>3</sup>.

$C_{a1}$ =	Concentración de metal en la Fracción Analítica 1A según se lee de la curva estándar, $\mu\text{g/ml}$ .
$C_{a2}$ =	Concentración de metal en la Fracción Analítica 2A según se lee de la curva estándar, ( $\mu\text{g/ml}$ ).
$C_s$ =	Concentración de metal en el gas de la chimenea, en $\text{mg/dscm}$ .
$D$ =	Límite de detección en la chimenea, $\mu\text{g/m}^3$ .
$F_a$ =	Factor de alícuota, volumen de la Fracción 2 de la muestra dividido por el volumen de la Fracción 2A (véase la Sección 7.3.4.)
$F_d$ =	Factor de dilución ( $F_d$ = el inverso de la parte fraccionada de la muestra concentrada en la solución realmente utilizada en el instrumento para producir la lectura $C_{a1}$ . Por ejemplo, si una porción de 2 ml de la Fracción Analítica 1A se diluye a 10 ml para ubicarla en el rango de calibración, $F_d = 5$ ).
$Hg_{bh}$ =	Masa total de Hg recogidos en la mitad posterior del tren de muestreo, $\mu\text{g}$ .
$Hg_{bh2}$ =	Masa total de Hg recogidos en la Fracción 2 de la muestra, $\mu\text{g}$ .
$Hg_{bh3(A,B,C)}$ =	Masa total de Hg recogida separadamente en Fracción 3A, 3B, o 3C, $\mu\text{g}$ .
$Hg_{bhb}$ =	Valor de corrección de blanco para la masa de Hg detectado en la mitad posterior del reactivo blanco de terreno, $\mu\text{g}$ .
$Hg_{fh}$ =	Masa total de Hg recogido en la mitad frontal del tren de muestreo (Fracción 1 de la muestra), $\mu\text{g}$ .
$Hg_{fhb}$ =	Valor de corrección del blanco para la masa de Hg detectado en la mitad frontal del reactivo blanco de terreno, $\mu\text{g}$ .
$Hg_t$ =	Masa total de Hg recogidos en el tren de muestreo, $\mu\text{g}$ .
$M_{bh}$ =	Masa total de cada metal (excepto Hg) recogidos en la mitad posterior del tren de muestreo (Fracción 2 de la muestra), $\mu\text{g}$ .
$M_{bhb}$ =	Valor de corrección del blanco para la masa de metal detectada en la mitad posterior del reactivo blanco de terreno, $\mu\text{g}$ .

- $M_{fh}$  = Masa total de cada metal (excepto Hg) recolectado en la mitad frontal del tren de muestreo (Fracción 1 de la muestra),  $\mu\text{g}$ .
- $M_{f_{hb}}$  = Valor de corrección de blanco para la masa de metal detectada en la mitad frontal del reactivo blanco de terreno,  $\mu\text{g}$ .
- $M_t$  = Masa total de cada metal (declarada por separado para cada metal) recogidos en el tren de muestreo,  $\mu\text{g}$ .
- $M_t$  = Masa total de ese metal recogidos en el tren de muestreo,  $\mu\text{g}$ ; (reemplazar  $Hg_t$  por  $M_t$  para el cálculo de Hg).
- $Q_{bh2}$  = Cantidad Total de Hg,  $\mu\text{g}$ , en la porción de la Fracción Analítica 2B seleccionada para la digestión y análisis. **NOTA:** Por ejemplo, si una porción de 10 ml. de la Fracción Analítica 2B es tomada, digerida y analizada (de acuerdo con la Sección 10.1.3 y sus **NOTAS** N<sup>os</sup> 1 y 2), entonces calcule y use la cantidad total de Hg en la porción de 10 ml para  $Q_{bh2}$ .
- $Q_{bh3(A,B,C)}$  = Cantidad de Hg,  $\mu\text{g}$ , Total por separado, en la parte alícuota de la fracción analítica 3A, 3B, o 3C seleccionadas para la digestión y el análisis (ver las notas en las secciones 11.7.1 y 11.7.2 describiendo la cantidad "Q" y calcular de manera similar).
- $Q_{fh}$  = Cantidad de Hg,  $\mu\text{g}$ , TOTAL, en la alícuota de la Fracción Analítica 1B seleccionada para la digestión y análisis. **NOTA:** Por ejemplo, si una proporción de 10 ml de la Fracción Analítica 1B es tomada digerida y analizada (de acuerdo con el punto 10.1.3 y sus notas N<sup>os</sup> 1 y 2), entonces calcule y use la cantidad total de Hg en la proporción de 10 ml para  $Q_{fh}$ .
- $V_a$  = Volumen total de solución de muestra digerida (Fracción Analítica 2A), ml (ver la Sección 7.3.4.1 o 7.3.4.2, según sea el caso).
- $V_{f1B}$  = Volumen de la proporción de la Fracción Analítica 1B analizada, ml. **NOTA:** Por ejemplo, si una proporción de 1 ml de la Fracción Analítica 1B fue diluida a 50 ml con  $\text{HNO}_3$  al 0,15%, tal como se describe en la Sección 10.1.3 para ponerla dentro del rango de análisis apropiado, y luego 1 ml de esos 50 ml fue digerido y analizado de acuerdo con el punto 10.1.3,  $V_{f1B}$  sería 0,02 ml.

- $V_{f2B}$  = Volumen de la Fracción Analítica 2B analizado, ml. **NOTA:** Por ejemplo, si 1 ml de la Fracción Analítica 2B fue diluida a 10 ml con  $\text{HNO}_3$  al 0,15%, tal como se describe en la Sección 10.1.3 para ponerla dentro del rango apropiado de análisis, y luego 5 ml de esos 10 ml se analizó,  $V_{f2B}$  sería de 0,5 ml.
- $V_{f3(A,B,C)}$  = Volumen, por separado, de la Fracción Analítica de 3A, 3B, o 3C analizadas, ml. (ver notas anteriores en las Secciones 11.7.1 y 11.7.2, describiendo la cantidad y calcule similarmente).
- $V_{m(\text{std})}$  = Volumen de la muestra de gas medida por el medidor de gas seco, corregido a condiciones estándares, dscm.
- $V_{\text{soln},1}$  = Volumen total de la solución de la muestra digerida (Fracción Analítica 1), ml.
- $V_{\text{soln},1}$  = Volumen total de la Fracción Analítica 1, ml.
- $V_{\text{soln},2}$  = Volumen total de la muestra Fracción 2, ml.
- $V_{\text{soln},3(A,B,C)}$  = Volumen total, por separado, Fracción Analítica de 3A, 3B, o 3C, ml.
- $K_4$  =  $10^{-3}$  mg/ $\mu\text{g}$ .

## 11.2. Volumen de Gas Seco

Utilizando los datos de este ensayo, calcular  $V_{m(\text{std})}$ , el volumen de gas seco de la muestra en condiciones estándar como se indica en la Sección de 6.3 del Método CH-5.

## 11.3. Volumen de Vapor de Agua y Contenido de Humedad

Usando el volumen total de los condensados recolectados durante el muestreo la fuente, calcular el volumen de vapor de agua  $V_{w(\text{std})}$  y el contenido de humedad  $B_{WS}$  del gas de la chimenea. Use Ecuaciones 5-2 y 5-3 del Método CH-5 (sección 6.4 y 6.5).

## 11.4. Velocidad del Gas de Chimenea

Utilizando los datos de este ensayo y la Ecuación 2-9 del Método CH-2, calcule la velocidad promedio del gas de chimenea.

### 11.5. Límites de Detección en Chimenea

Calcular los límites de detección en la chimenea como se muestra en Tabla 29-1, usando las condiciones descritas en la sección 12.3.1. como sigue:

$$A \times \frac{B}{C} = D \quad \text{Ec.29-1}$$

### 11.6. Metales (Excepto Hg) en Muestra de la Fuente

#### *11.6.1. Fracción Analítica 1A, Mitad Frontal, Metales (Excepto Hg)*

Calcule separadamente la cantidad de cada metal recolectado en la Fracción de la muestra 1 del tren de muestreo usando la siguiente ecuación:

$$M_{fh} = C_{a1} \times F_d \times V_{soln,1} \quad \text{Ec. 29-2}$$

**NOTA:** Si la Fracción Analítica 1A y 2A son combinadas, use partes proporcionales. Luego haga los cambios apropiados en las ecuación 29-2 a la 29-4, para reflejar esta aproximación.

#### *11.6.2. Fracción Analítica 2A, Mitad Posterior, Metales (Excepto Hg)*

Calcular por separado la cantidad de cada metal recolectado en la Fracción 2 del tren de muestreo mediante la siguiente ecuación:

$$M_{bh} = C_{a2} \times F_a \times V_a \quad \text{Ec. 29-3}$$

#### *11.6.3. Tren Total, Metales (Excepto Hg)*

Calcular la cantidad total de cada uno de los metales cuantificados recolectados en el tren de muestreo de la siguiente manera:

$$M_t = (M_{fh} - M_{fhh}) + (M_{bh} - M_{bhb}) \quad \text{Ec.29-4}$$



**NOTA:** Si el valor medido del blanco para la mitad frontal ( $M_{fth}$ ) está en el rango 0,0 a "A"  $\mu\text{g}$  [donde "A"  $\mu\text{g}$  es igual al valor determinado por la multiplicación de 1,4  $\mu\text{g}/\text{pulgada}^2$  veces el área real en pulgadas cuadradas del filtro de muestra], use  $M_{fth}$  para corregir el valor de emisión de la muestra ( $M_{fh}$ ); si  $M_{fth}$  excede "A"  $\mu\text{g}$ , use el mayor entre I y II:

- I. "A"  $\mu\text{g}$ .
- II. el menor de (a)  $M_{fth}$ , o (b) 5 por ciento de  $M_{fh}$ .

Si el valor medido del blanco para la mitad posterior ( $M_{bth}$ ) está en el rango 0,0 a 1  $\mu\text{g}$ , use  $M_{bth}$  para corregir el valor de emisión de la muestra ( $M_{bh}$ ); Si  $M_{bth}$  excede 1  $\mu\text{g}$ , use el mayor entre I y II:

- I. 1  $\mu\text{g}$ .
- II. el menor de (a)  $M_{bth}$ , o (b) 5 por ciento de  $M_{bh}$ .

## 11.7. Hg en la Muestra de la Fuente

### 11.7.1. Fracción Analítica 1B; Hg Mitad Frontal

Calcule la cantidad de Hg recolectado en la parte frontal, fracción de la muestra 1, del tren de muestreo usando la ecuación 29.5:

$$Hg_{fh} = \frac{Q_{fh}}{V_{f1B}} \times (V_{soln,1}) \quad \text{Ec. 29-5}$$

### 11.7.2. Fracciones Analítica 2B, 3A, 3B y 3C; Mitad Posterior Hg.

#### 11.7.2.1 Cálculo de Mercurio Fracción 2B

Calcule la cantidad de Hg recolectado en la Fracción de la muestra 2 usando la ecuación 29-6:

$$Hg_{bh2} = \frac{Q_{bh2}}{V_{f2B}} \times (V_{soln,2}) \quad \text{Ec. 29-6}$$

#### 11.7.2.2 Calculo de Mercurio Fracciones 3A, 3B y 3C

Calcule cada uno de los valores de Hg de la parte posterior de las Fracciones Analíticas 3A, 3B y 3C usando la ecuación 29-7:

$$Hg_{bh3(A,B,C)} = \frac{Q_{bh3(A,B,C)}}{V_{f3(A,B,C)}} \times (V_{so\ln,3(A,B,C)}) \quad \text{Ec. 29-7}$$

#### 11.7.2.3 Cálculo de Mercurio Total

Calcular la cantidad total de Hg recolectado en la mitad posterior del tren de muestreo mediante la ecuación 29-8:

$$Hg_{bh} = Hg_{bh2} + Hg_{bh3A} + Hg_{bh3B} + Hg_{bh3C} \quad \text{Ec. 29-8}$$

#### 11.7.3. *Captura Total Tren Hg*

Calcular la cantidad total de Hg recolectado en el tren de muestreo mediante la ecuación 29-9:

$$Hg_t = (Hg_{ft} - Hg_{fth}) + (Hg_{bh} - Hg_{bhb}) \quad \text{Ec. 29-9}$$

**NOTA:** Si el total de los valores medidos en el blanco ( $Hg_{fth} + Hg_{bhb}$ ) están en el rango de 0,0 a 0,6  $\mu\text{g}$ , entonces use el total para corregir el valor de la muestra ( $Hg_{ft} + Hg_{bh}$ ); si es superior a 0,6  $\mu\text{g}$ , use el mayor entre I. y II:

- I. 0,6  $\mu\text{g}$ .
- II. el menor de (a) ( $Hg_{fth} + Hg_{bhb}$ ), o (b) 5 por ciento del valor de la muestra ( $Hg_{ft} + Hg_{bh}$ ).

#### 11.8. **Concentración Individual de Metales en la Chimenea**

Calcular la concentración de cada metal en el gas de chimenea (base seca, ajustada a las condiciones estándar) usando la ecuación 29-10:

$$C_s = \frac{K_4 \times M_t}{V_{m(std)}}$$

**Ec. 29-10**

### **11.9. Variación Isocinética y Resultados Aceptables**

Igual que el Método CH-5, secciones 6.10 y 6.11 respectivamente.

## **12. CARACTERÍSTICAS DEL MÉTODO**

### **12.1. Rango**

Para el análisis descrito y para análisis similares, la respuesta del ICAP es lineal para varios órdenes de magnitud.

Las muestras que contienen concentraciones de metales en el rango de los nanogramos por mililitro (ng/ml) a microgramos por ml (µg/ml) en la solución analítica final pueden analizarse utilizando este método.

Las muestras que contengan más de aproximadamente 50 µg/ml de As, Cr o Pb deben ser diluidas a este nivel o inferior para el análisis final.

Las muestras que contengan más de aproximadamente 20 µg/ml de Cd deben ser diluidas al este nivel antes de su analizadas.

### **12.2. Límites de Detección Analíticos**

**NOTA:** Vea la Sección 12.3 para la descripción del límite de detección en chimenea.

#### ***12.2.1. Límites de Detección de ICAP***

Los límites de detección analítica de ICAP para las soluciones de muestras (basado en SW-846, Método 6010) son aproximadamente los que siguen: Sb (32 ng/ml), As (53 ng/ml), Ba (2 ng/ml), Be (0,3 ng/ml), Cd (4 ng/ml), Cr (7 ng/ml), Co (7 ng/ml), Cu (6 ng/ml), Pb

(42 ng/ml), Mn (2 ng/ml), Ni (15 ng/ml), P (75 ng/ml), Se (75 ng/ml), Ag (7 ng/ml), Tl (40 ng/ml), y Zn (2 ng/ml).

Los límites de detección analítica por ICP-MS (basado en SW-846, Método 6020) son más bajos en general por un factor diez o más. El Be es menor en un factor tres. Los límites de detección reales de la muestra analítica límites son dependientes de la muestra y pueden variar debido a la matriz de la muestra.

### ***12.2.2. Límites de Detección Por AAS***

Los límites de detección analíticos para el análisis por aspiración directa AAS (basado en SW-846, Método 7000 series) son aproximadamente como sigue: Sb (200 ng/ml), As (2 ng/ml), Ba (100 ng/ml), Be (5 ng/ml), Cd (5 ng/ml), Cr (50 ng/ml), Co (50 ng/ml), Cu (20 ng/ml), Pb (100 ng/ml), Mn (10 ng/ml), Ni (40 ng/ml), Se (2 ng/ml), Ag (10 ng/ml), Tl (100 ng/ml) y Zn (5 ng/ml).

### ***12.2.3. Límite de Detección para Hg por CVAAS***

El límite de detección para Hg por CVAAS (en el volumen resultante de la digestión de las porciones tomadas para los análisis de Hg) puede ser aproximadamente 0,02 a 0,2 ng/ml, dependiendo del tipo de instrumento de análisis CVAAS utilizado.

### ***12.2.4. Límite de Detección por GFAAS***

El uso de GFAAS pueden aumentar los límites de detección en comparación con aspiración directa AAS de la siguiente manera: Sb (3 ng/ml), As (1 ng/ml), Be (0,2 ng/ml), Cd (0,1 ng/ml), Cr (1 ng/ml), Co (1 ng/ml), Pb (1 ng/ml), Se (2 ng/ml) y Tl (1 ng/ml).

## **12.3. Límites de Detección en la Chimenea**

### ***12.3.1. Planificación***

Para efectos de la planificación del ensayo en la chimenea los límites de detección pueden ser desarrollados usando la siguiente información:

- (1) Los procedimientos descritos en este método,
- (2) Los límites de detección analítica descritos en la Sección 12.2 y en SW-846,
- (3) El volumen normal de 300 ml (Fracción Analítica 1) para la mitad frontal y 150 ml (Fracción Analítica 2A) para la parte posterior de la muestras, y
- (4) Una muestra de gas de la chimenea de volumen de 1,25 m<sup>3</sup>.

El resultado del método límite de detección en chimenea para el grupo de de condiciones anteriores se presenta en la Tabla 29-1 y se calcularon mediante el uso de ecuación 29-1 que se muestra en la sección 11.5.

### ***12.3.2. Precisión/Resolución***

Para garantizar la óptima precisión/resolución en los análisis, las concentraciones de los metales objetivos en las soluciones analíticas deben ser por lo menos diez veces sus respectivos límites de detección analítica. Bajo ciertas condiciones, y con mucho cuidado en el procedimiento analítico, estas concentraciones pueden ser tan bajas como unas tres veces los respectivos límites de detección analítica sin menoscabar seriamente la precisión de los análisis.

Al menos en una corrida de la muestra en la fuente, y para cada metal analizado, realizar ya sea análisis repetidos, método de adiciones estándares, dilución serial, o adición de matriz de punta, etc., para documentar la calidad de los datos.

### ***12.3.3. Límites de Detección***

En realidad los métodos de límite de detección en chimenea se basan en parámetros reales de muestras de fuentes y los resultados

analíticos según se describe arriba. Si es necesario, el método de límites de detección en chimenea puede ser mejorado sobre aquellos que se muestran en la Tabla 29-1 para una prueba específica ya sea por el aumento del volumen de gas de muestra de la chimenea, reduciendo el volumen total de las muestras digeridas, mejorando el límites de detección analítica, o cualquier combinación de los tres.

Para valores extremadamente bajos de Hg sólo, el tamaño de la alícuota seleccionada para la digestión y el análisis se puede aumentar hasta 10 ml, esto mejora el límite de detección en la chimenea en un factor de diez comparado con una alícuota de tamaño 1 ml.

#### 12.3.3.1 Tiempo de Muestreo

Un muestreo nominal de una corrida de una hora recoger una muestra de volumen de gas de chimenea cercana a 1,25 m<sup>3</sup>. Si el tiempo de muestreo se aumenta a 4 horas y 5 m<sup>3</sup> son recolectados, el método de límite de detección en chimenea se podría mejorar en un factor de cuatro comparado con los valores que se muestran en la Tabla 29-1.

#### 12.3.3.2 Fracciones Analíticas

Los límites de detección en la chimenea asumen que toda la muestra es digerida y los volúmenes finales de líquido para análisis están en valores normales de 300 ml para la Fracción Analítica 1, y 150 ml para la Fracción Analítica 2A.

Si el volumen de la Fracción Analítica 1 se redujo de 300 a 30 ml, los límites de detección en chimenea para esa fracción de la muestra serán mejorados en un factor de diez. Si el volumen de la Fracción Analítica 2A se reduce de 150 a 25 ml, los límites de detección en chimenea para esa fracción se podría mejorar en un factor de seis.

Comprobación del efecto Matriz son necesarios en los análisis de las muestras y típicamente son mucho mas significativos para muestras que han sido concentradas a menos del volumen original de la muestra. La reducción de las fracciones analíticas 1 y 2A a volúmenes de menos de 30

y 25 ml, respectivamente, podrían interferir con la redisolución de los residuos y podría aumentar la interferencia por otros compuestos a un nivel intolerable.

#### 12.3.3.3 Mejoras

Cuando ambas modificaciones descritas en las secciones 12.3.3.1 y 12.3.3.2 se utilizan simultáneamente en una muestra, las mejoras resultantes son multiplicativas.

Por ejemplo, un aumento del volumen de gas de chimenea por un factor cuatro y una reducción en el líquido total de la muestra digerida de ambas Fracciones Analítica 1 y 2A por un factor de seis se traduciría en una mejora de un factor de veinticuatro del método de límite de detección en chimenea.

### **12.4. Precisión**

La precisión (desviación estándar relativa) para cada metal detectado en la realización de un método de ensayo realizado en un incinerador de lodos se encontraron los siguientes:

Sb (12,7%), As (13,5%), Ba (20,6%), Cd (11,5%), Cr (11,2%), Cu (11,5%), Pb (11,6%), P (14,6%), Se (15,3%), Tl (12,3%) y Zn (11,8%).

La precisión de Ni fue de 7,7% para otro ensayo realizado en un simulador de fuente. Be, Mn, Ag no se detectaron en las pruebas. Sin embargo, basándose en los límites de detección analítica de ICAP para estos metales, sus precisiones podrían ser similares a las de otros metales cuando se detectan a niveles similares.

Todos los procedimientos, instructivos y registros del Sistema de Aseguramiento de la Calidad deben estar basados en la Norma ISO 17025 y serán auditados por el Instituto de Salud Pública de Chile.

Si los servicios analíticos son ejecutados por laboratorios extranjeros deberán ser sometidos a las mismas normas internacionales.

### **13. MANEJO DE RESIDUOS**

Los residuos resultantes como aguas ácidas, estándares de trabajo o concentrados, restos de filtros u otros elementos deben determinarse su peligrosidad tal como lo establece la normativa vigente y ser retirados por empresas autorizadas.

### **14. REFERENCIAS**

1. Method 303F in Standard Methods for the Examination of Water Wastewater, 15th Edition, 1980. Available from the American Public Health Association, 1015 18th Street N.W., Washington, D.C. 20036.
2. EPA Methods 6010, 6020, 7000, 7041, 7060, 7131, 7421, 7470, 7740, and 7841, Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods. SW-846, Third Edition, November 1986, with updates I, II, IIA, IIB and III. Office of Solid Waste and Emergency Response, U. S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C. 20460.
3. EPA Method 200.7, Code of Federal Regulations, Title 40, Part 136, Appendix C. July 1, 1987.
4. EPA Methods 1 through 5, Code of Federal Regulations, Title 40, Part 60, Appendix A, July 1, 1991.
5. EPA Method 101A, Code of Federal Regulations, Title 40, Part 61, Appendix B, July 1, 1991.



## 15. TABLAS, DIAGRAMAS, DIAGRAMAS DE FLUJO Y DATOS DE VALIDACIÓN.

**Tabla 29-1. Método de Límite de Detección en Chimenea ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) Para Mitad Frontal, Mitad Posterior y el Tren de Muestreo Total Usando ICAP, GFAAS y CVAAS**

Metal	Mitad frontal: Sonda y filtro	Mitad posterior: Impingers 1-3	Mitad posterior: Impingers 4-6 <sup>a</sup>	Tren total
Antimonio	<sup>1</sup> 7.7(0.7)	<sup>1</sup> 3.8(0.4)		<sup>1</sup> 11.5(1.1)
Arsénico	<sup>1</sup> 12.7(0.3)	<sup>1</sup> 6.4(0.1)		<sup>1</sup> 19.1(0.4)
Bario	0.5	0.3		0.8
Berilio	<sup>1</sup> 0.07(0.05)	<sup>1</sup> 0.04(0.03)		<sup>1</sup> 0.11(0.08)
Cadmio	<sup>1</sup> 1.0(0.02)	<sup>1</sup> 0.5(0.01)		<sup>1</sup> 1.5(0.03)
Cromo	<sup>1</sup> 1.7(0.2)	<sup>1</sup> 0.8(0.1)		<sup>1</sup> 2.5(0.03)
Cobalto	<sup>1</sup> 1.7(0.2)	<sup>1</sup> 0.8(0.1)		<sup>1</sup> 2.5(0.03)
Cobre	1.4	0.7		2.1
Plomo	<sup>1</sup> 10.1(0.2)	<sup>1</sup> 5.0(0.1)		<sup>1</sup> 15.1(0.3)
Manganeso	<sup>1</sup> 0.5(0.2)	<sup>1</sup> 0.2(0.1)		<sup>1</sup> 0.7(0.3)
Mercurio	<sup>2</sup> 0.6	<sup>2</sup> 0.3	<sup>2</sup> 0.2	<sup>2</sup> 0.56
Níquel	3.6	1.8		5.4
Fósforo	18	9		27
Selenio	<sup>1</sup> 18(0.5)	<sup>1</sup> 9(0.3)		<sup>1</sup> 27(0.8)
Plata	1.7	0.9(0.7)		2.6
Talio	<sup>1</sup> 9.6(0.2)	<sup>1</sup> 4.8(0.1)		<sup>1</sup> 14.4(0.3)
Cinc	0.5	0.3		0.8

<sup>a</sup> Sólo para análisis de Mercurio.

<sup>1</sup> Límite de detección cuando se analiza por ICAP o AGFAAS según se muestra entre paréntesis (ver Sección 11.1.2)

<sup>2</sup> Límite de detección cuando se analiza por CVAAS, estimado para mitad posterior y total del tren. Ver Sección 13.2 y 11.1.3.

Nota: Métodos de límite de detección en chimenea reales pueden variar de estos valores, como se describe en Sección 13.3.3

**TABLA 29-2. Longitudes de Onda Recomendadas Para Análisis ICAP**

<b>Analito</b>	<b>Longitud de Onda (nm)</b>
Aluminio	308,215
Antimonio	206,833
Arsénico	193,696
Bario	455,403
Berilio	313,042
Cadmio	226,502
Cromo	267,716
Cobalto	228,616
Cobre	328,754
Fierro	259,940
Plomo	220,353
Manganeso	257,610
Níquel	231,604
Fósforo	214,914
Selenio	196,026
Plata	328,068
Talio	190,864
Cinc	213,856

**TABLA 29-3. TECNICAS APLICABLES, METODOS Y MINIMIZACION DE INTERFERENCIA PARA ANALISIS AAS**

Metal	Técnica	Método SW-846 <sup>1</sup>	Longitud de onda	Interferencia	
				Causa	Minimización
Fe	Aspiración	7380	248,3	Contaminación	Tomar gran cuidado para evitar contaminación
Pb	Aspiración	7420	283,3	217,0 nm alternado	Requiere corrección de fondo
Pb	Horno	7421	283,3	Recuperación pobre	Modificador de matriz, agregar 10 µl de ácido fofórico a 1 ml de muestra preparada en una taza
Mn	Aspiración	7460	279,5	403,1 nm alternado	Requiere corrección de fondo
Ni	Aspiración	7520	232,0	352,4 nm alternado Fe, Co y Cr	Requiere corrección de fondo. Coincidencia de matriz u óxido nitroso/llama acetileno. Dilución de muestra o use línea de 352,3 nm
Se	Horno	7740	196,0	Volatilidad Absorción y dispersión	Aguzar muestras y materiales de referencia y agregar nitrato de níquel para minimizar volatilización. Se requiere corrección de fondo y correcciones de fondo Zeeman pueden ser útiles.

Metal	Técnica	Método SW-846 <sup>1</sup>	Longitud de onda	Interferencia	
				Causa	Minimización
Ag	Aspiración	7760	328,1	Absorción y dispersión AgCl insoluble	Se requiere corrección de fondo. Evite ácido hidroclicórico a menos que en la solución plata esté presente como cloro complejo. Monitorear muestra y estándar para tasa de aspiración
Tl	Aspiración	7840	276,8		No se debe usar ácido hidroclicórico
Tl	Horno	7841	276,8	Acido hidroclicórico o cloro	Se requiere corrección de fondo. Verificar que las pérdidas no están ocurriendo para volatilización por muestras aguzadas o adiciones estándar; Paladio es una matriz modificadora adecuada
Zn	Aspiración	7950	213,9	Alta contaminación Si, Cu y P	Estroncio remueve el Cu y fosfato. Tomar gran cuidado para evitar contaminación
Sb	Aspiración	7040	217,6	1000 mg/ml Pb, Ni, Cu o ácido	Usar longitud de onda secundaria de 231,1 nm; coincidencia de muestra y concentración de ácido estándar o utilice óxido nitroso/llama acetileno
Sb	Horno	7041	217,6	Alto Pb	Longitud de onda secundaria y efecto o corrección Zeeman
As	Horno	7060	193,7	Arsénico Volatilización Aluminio	Muestras agudas u añadir solución de nitrato de níquel para digerir previo al

Metal	Técnica	Método SW-846 <sup>1</sup>	Longitud de onda	Interferencia	
				Causa	Minimización
					análisis. Usar corrección de Zeeman de fondo
Ba	Aspiración	7080	553,6	Calcio Bario Ionización	Cátodo hueco alta corriente y configurar banda estrecha. 2 ml de KCl por cada 100 ml de muestra
Be	Aspiración	7090	234,9	500 ppm Al Mg y Si altos	Añadir 0,1% Fluoruro
Be	Horno	7091	234,9	Be en el camino óptico	Optimizar parámetros para minimizar efectos.
Cd	Aspiración	7130	228,8	Absorción y dispersión de luz	Se requiere corrección de fondo.
Cd	Horno	7131	228,8	As en exceso Cloro Puntas de Pipetas	Igual que arriba. Se usa fosfato de amonio como matriz modificadora. Usar puntas libres de Cadmio
Cr	Aspiración	7190	357,9	Metal alcalino	Supresor de ionización KCl en muestras y estándar
Co	Horno	7201	240,7	Exceso de Cloro	Use el método de adicciones estándar
Cr	Horno	7191	357,9	200 mg/L de Ca y P	Todo el nitrato de calcio par un efecto constante conocido y para eliminar el efecto del fósforo
Cu	Aspiración	7210	324,7	Absorción y Dispersión	Consultar el manual del fabricante

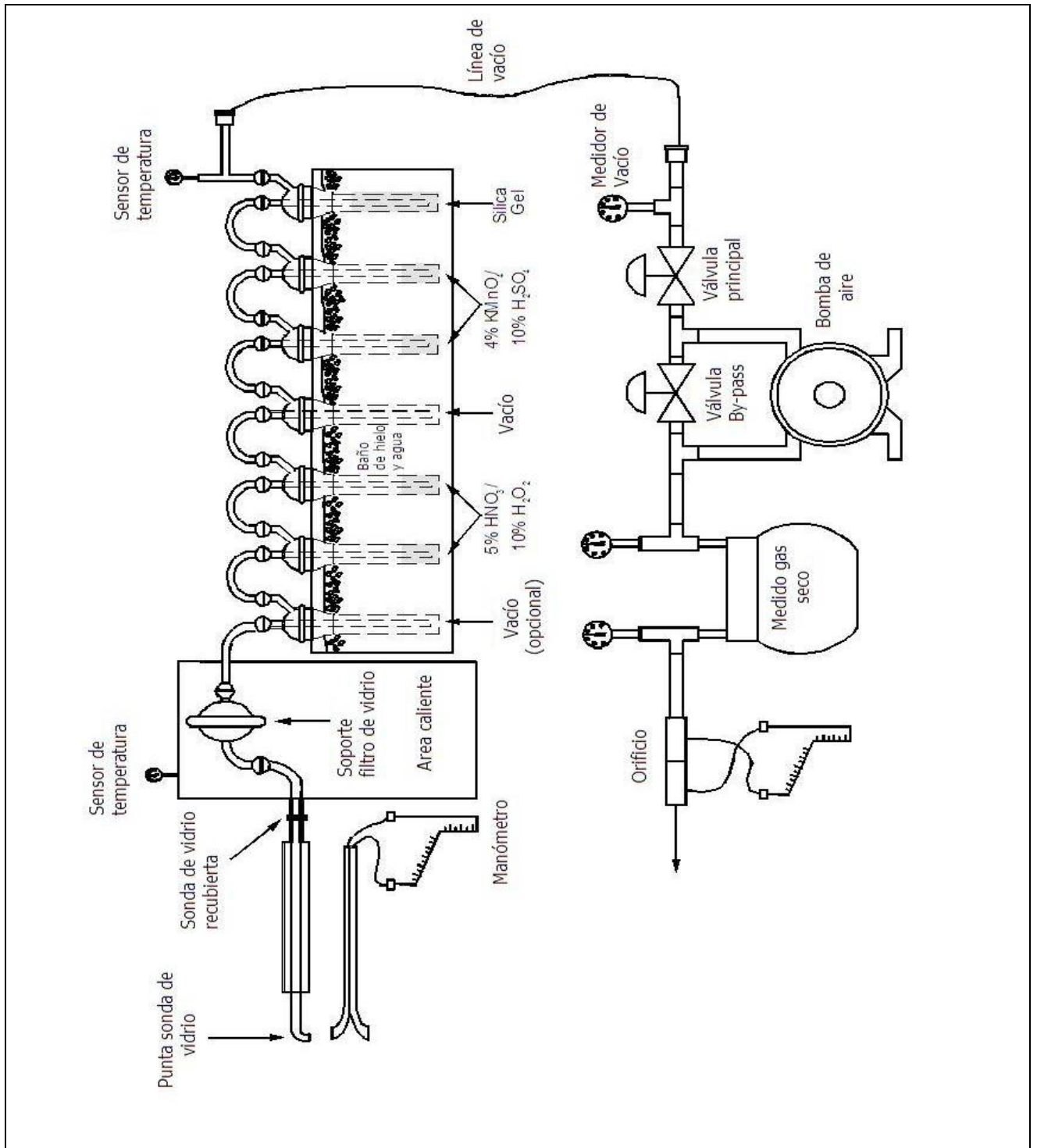


Figura 29-1. Tren de Muestreo

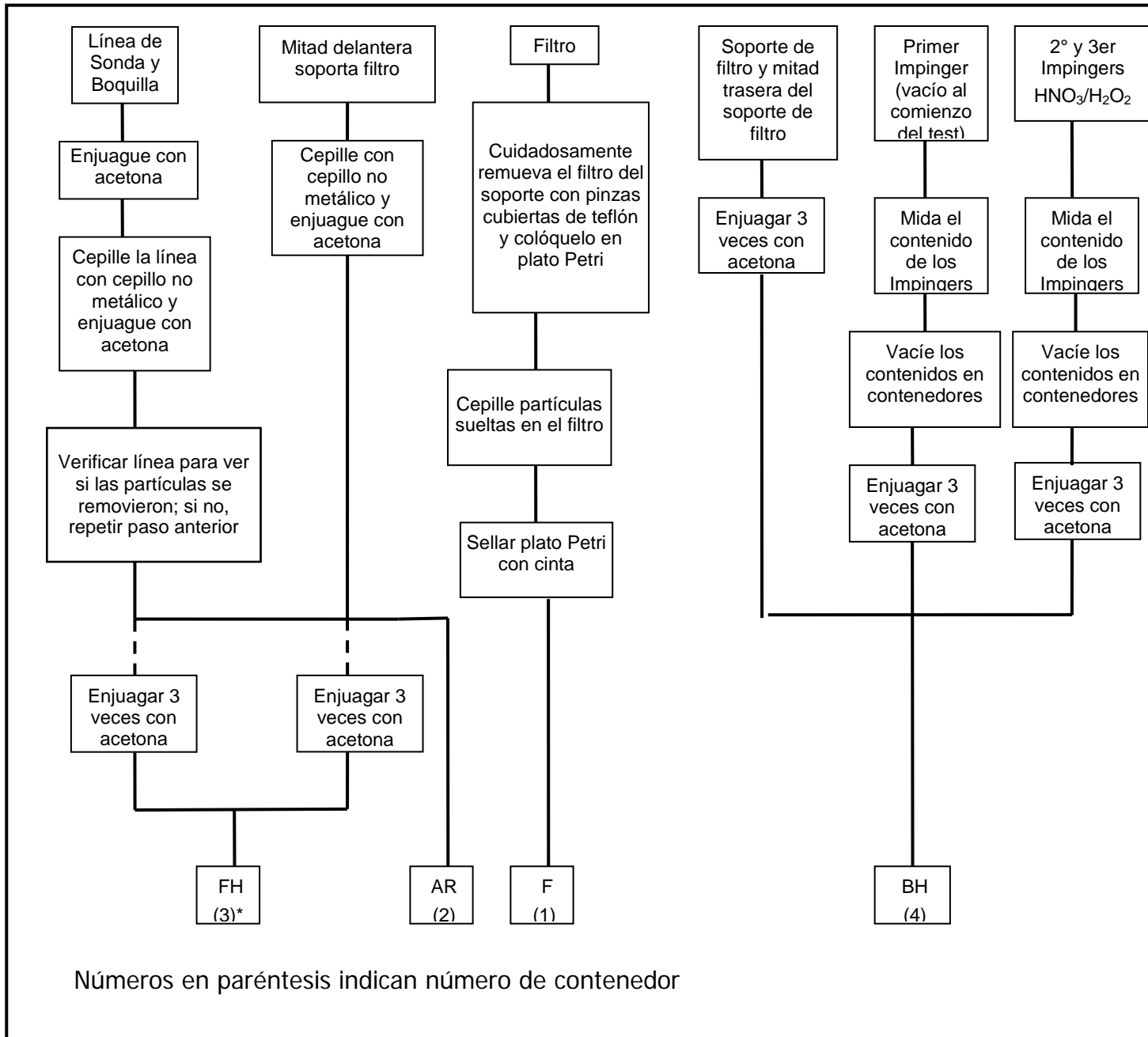


Figura 29-2a. Esquema de Recuperación de Muestra

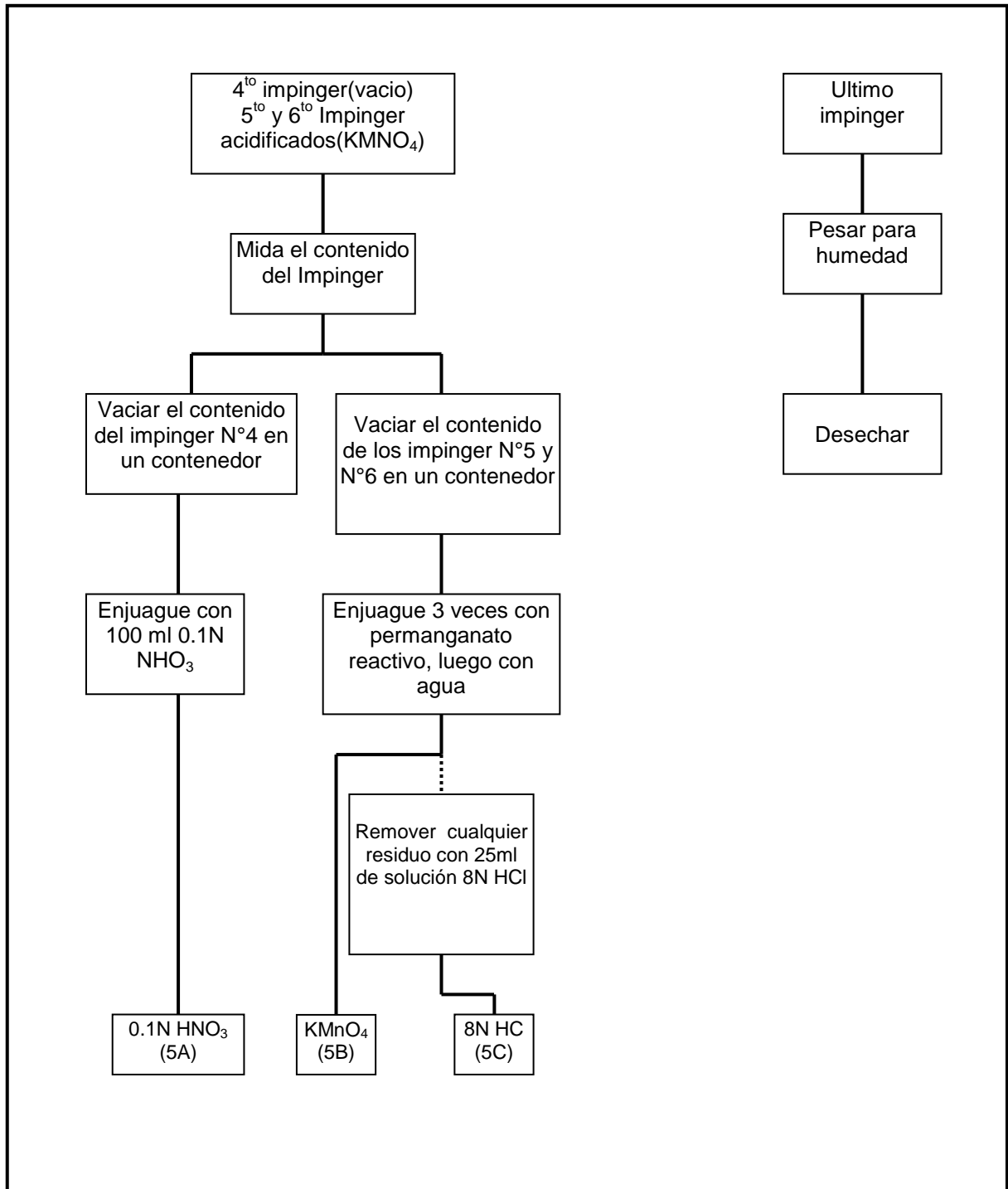
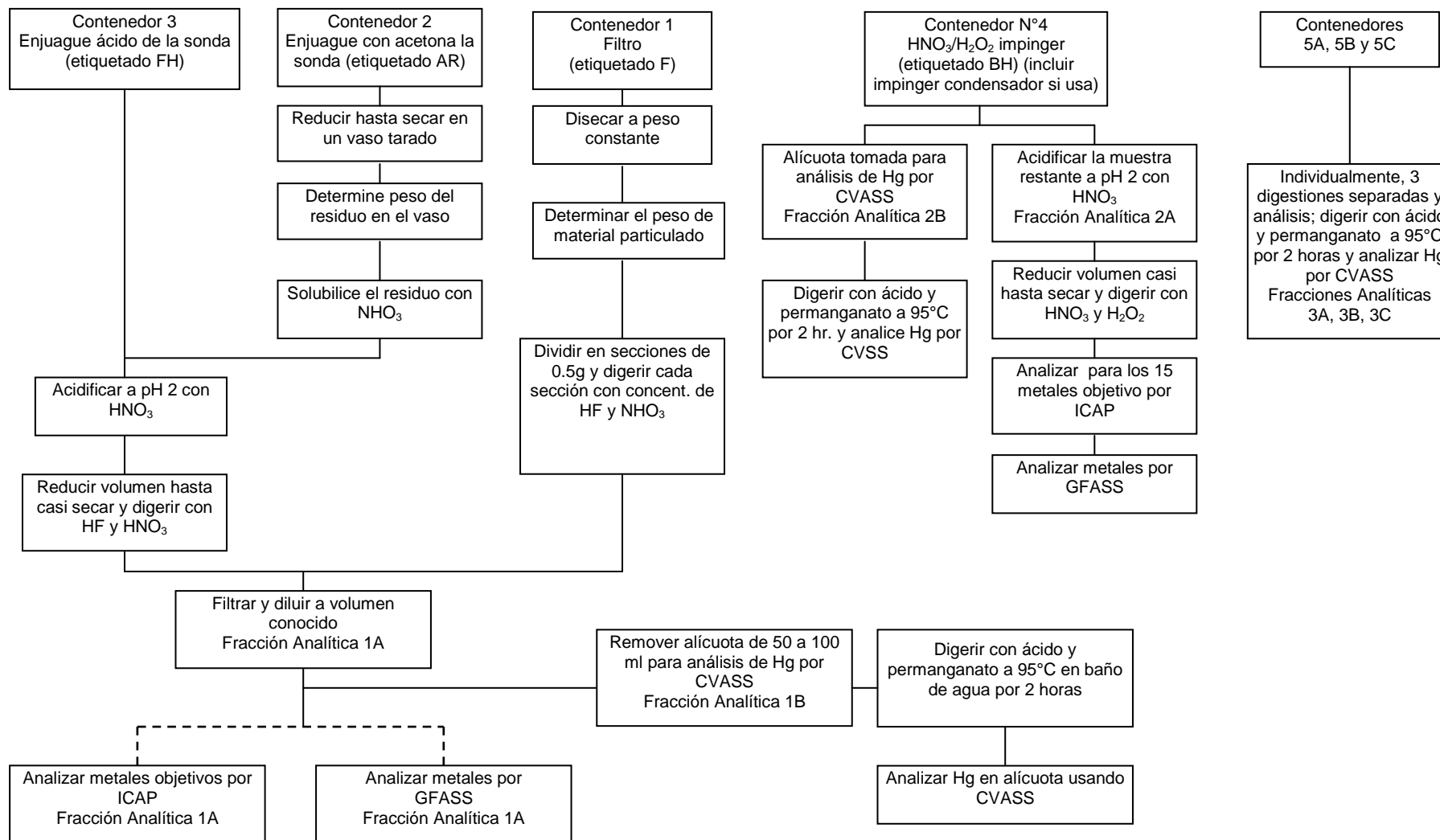


Figura 29-2b. Esquema de Recuperación de Muestra





**Figura 29-3. Esquema de Preparación y Análisis de la Muestra**