

32184



GOBIERNO DE CHILE
MINISTERIO DE AGRICULTURA
INIA

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE COMPOST

REVISIÓN 2005

Noviembre de 2005

Centro Regional de Investigación La Platina
Santiago, de Chile

Autores:

Angélica Sadzawka R.
María Adriana Carrasco R.
Renato Grez Z.
María De La Luz Mora G.

ISSN 0717-4810

SERIE ACTAS INIA - N° 30



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES AGROPECUARIAS

MÉTODOS DE ANÁLISIS DE COMPOST

Revisión 2005

Noviembre de 2005
Centro Regional de Investigación La Platina

Autores:

ANGÉLICA SADZAWKA R.
INIA, Centro Regional de Investigación La Platina

MARÍA ADRIANA CARRASCO R.
Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Agronómicas

RENATO GREZ Z.
Universidad Austral de Chile, Facultad de Ciencias Forestales

MARÍA DE LA LUZ MORA G.
Universidad de La Frontera, Instituto de Agroindustria

Región Metropolitana de Santiago
CHILE, 2005

SERIE ACTAS INIA - N° 30

Autores:

Angélica Sadzawka R.

Química Farmacéutica

INIA, Centro Regional De Investigación La Platina

María Adriana Carrasco R.

Química M.Sc.

Facultad de Ciencias Agronómicas

Universidad De Chile

Renato Grez Z.

Químico Dr.

Facultad de Ciencias Forestales

Universidad Austral De Chile

María De La Luz Mora G.

Química Dra.

Instituto de Agroindustria

Universidad de La Frontera

Cita bibliográfica correcta:

Sadzawka R., A., M.A. Carrasco R., R. Grez Z. y M.L. Mora G.

2005. Métodos de análisis de compost. Instituto de Investigaciones

Agropecuarias, Serie Actas N° 30, Santiago, Chile, 142 p.

© 2005, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, INIA.

INIA-La Platina, Santa Rosa N° 11.610, La Pintana, Santiago de Chile.

Casilla 439/3, Código postal 708 3150, Teléfono (2) 7575202, Fax 5417667

ISSN 0717-4810

Prohibida la reproducción total o parcial de esta obra sin el permiso del Instituto de Investigaciones Agropecuarias (INIA), Ministerio de Agricultura

Diseño y diagramación: Jorge Berríos V.

Impresión: Imprenta Salesianos S.A.

Cantidad de ejemplares: 500

Santiago, Chile, 2005.

INTRODUCCIÓN

Los “**Métodos de análisis de compost**” es un manual de laboratorio preparado por los siguientes integrantes de la Comisión de Normalización y Acreditación (CNA) de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo:

Angélica Sadzawka R.

Química Farmacéutica. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Centro Regional de Investigación La Platina

María Adriana Carrasco R.

Química MSc. Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Agronómicas

Renato Grez Z.

Químico, Dr. Universidad Austral de Chile, Facultad de Ciencias Forestales

María de la Luz Mora G.

Química, Dra. Universidad de la Frontera, Instituto de Agroindustria

Los métodos descritos se basan en la literatura extranjera y corresponden a los métodos de ensayo relacionados con la preparación de la muestra y la determinación de las propiedades físicas, químicas y biológicas del compost y de las materias primas para compostaje, indicados en la Norma Chilena *NCh 2880.Of2004. Compost – Clasificación y requisitos*. No se incluyen los métodos de ensayo de patógenos (coliformes fecales, *salmonella sp.* y huevos viables de helmintos).

La importancia de contar con una metodología común, es fundamental para establecer posteriormente comparaciones entre los resultados de diferentes laboratorios. Por tal motivo, se ha estimado de gran relevancia el poner a disposición de los usuarios nacionales un marco de referencia común, frente a una demanda creciente por este tipo de análisis.

TABLA DE CONTENIDO

	Página
1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA	7
1.1 Mezcla y división	7
1.2 Tamizado y clasificación del tamaño de agregados	11
1.3 Remoción y clasificación de material inerte.....	15
1.4 Molienda.....	21
1.4.1 Método Munter.....	21
1.4.2 Método Harrison	25
2 SÓLIDOS TOTALES Y AGUA.....	29
2.1 Secado a 70±5°C	29
3 DENSIDAD APARENTE	33
3.1 Muestra sin tamizar	33
3.2 Muestra tamizada < 16 mm.....	37
4 pH	41
4.1 Suspensión en agua 1:5.....	41
5 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA	45
5.1 Extracto 1:5	45
6 MATERIA ORGÁNICA.....	49
6.1 Pérdida por calcinación a 550°C	49
7 CARBONO ORGÁNICO	53
7.1 Combustión con detección de CO ₂	53
7.2 Cálculo a partir de la materia orgánica	57
8 NITRÓGENO.....	61
8.1 Nitrógeno total	61
8.1.1 Digestión Kjeldahl, destilación de NH ₃ y titulación	61
8.2 Nitrógeno amoniacal.....	67
8.2.1 Extracción con KCl 2 mol/L, destilación con MgO y titulación	67
8.3 Nitrógeno nítrico	73
8.3.1 Extracción con KCl 2 mol/L, destilación con Devarda y titulación	73
9 DIGESTIÓN.....	77
9.1 Ácido nítrico-ácido clorhídrico-agua oxigenada	77
9.2 Ácido nítrico asistido con microondas	81
10 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (EAA)	85
10.1 General.....	85

11	METALES PESADOS Y PELIGROSOS	97
11.1	Arsénico	97
11.1.1	EAA previa generación de hidruros	97
11.2	Cadmio	103
11.2.1	EAA con aspiración directa	103
11.3	Cinc	107
11.3.1	EAA con aspiración directa	107
11.4	Cobre	111
11.4.1	EAA con aspiración directa	111
11.5	Cromo	115
11.5.1	EAA con aspiración directa	115
11.6	Mercurio	119
11.6.1	EAA con la técnica del vapor frío	119
11.7	Níquel	125
11.7.1	EAA con aspiración directa	125
11.8	Plomo	129
11.8.1	EAA con aspiración directa	129
11.9	Selenio	133
11.9.1	EAA previa generación de hidruros	133
12	ÍNDICE DE MADUREZ	137
12.1	Prueba de Solvita®	137
13	SEMILLAS VIABLES DE MALEZAS	143
13.1	Método del lavado de Shields	143
14	RELACIONES	147
14.1	Relación carbono/nitrógeno	147
14.2	Relación amonio/nitrato	151

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.1 Mezcla y división

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra (6 L a 18 L) tal como se recibe se pesa, se homogeniza en un mezclador y se divide en dos porciones usando un divisor de acero inoxidable. Una porción se almacena congelada a -4°C como reserva y la otra porción se refrigera a 4°C hasta la realización de los análisis.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Mezclador con un recipiente de plástico de 20 L (ej. Patterson-Kelly *twin shell dry blender* modificado).
- 2.2 Divisor de acero inoxidable con conductos de salida de 5 cm de ancho y colectores de acero inoxidable o de plástico (ej. Soil Test modelo CI-286)
- 2.3 Bolsas de plástico Ziploc® de 4 L de capacidad
- 2.4 Bolsas de plástico con cierre hermético (*whirl pack*) de 250 mL de capacidad

3 Procedimiento

- 3.1 Pesar la muestra tal como se recibió y mezclar bien.

Nota 1

La cantidad de muestra necesaria depende de los ensayos a realizar:

- Si solamente se quiere certificar una partida de compost, basta con alrededor de 6 L.
- Si se requieren los análisis que establece la NCh 2880, incluyendo el ensayo de semillas viables de malezas, se requieren de 15 a 18 L.

- 3.2 Sacar un alícuota y determinar el contenido de agua según el Método 2.1
- 3.3 Homogeneizar la muestra remanente en el recipiente sellado del mezclador (2.1), por no más de 30 min para evitar el secado artificial.

Nota 2

Si la muestra está excesivamente húmeda proceder como sigue:

- Esparcir sobre una lámina de plástico,
- Secar al aire, mezclando periódicamente a mano protegida con guantes, hasta que la humedad alcance alrededor de 40% a 50%. Verificar cada 6-12 h para evitar el sobresecado.

- 3.4 Dividir la muestra en dos porciones usando el divisor (2.2).

Nota 3

Siempre lavar y desinfectar (por ej. con etanol o isopropanol) los equipos antes de procesar una segunda muestra.

- 3.5 Envasar alrededor de 3 a 4 L de la muestra en una bolsa Ziploc® (2.3) como reserva en un congelador a -4°C.
- 3.6 Envasar dos porciones de alrededor de 250 mL en bolsas de plástico (2.4) y almacenar refrigeradas a 4°C por un máximo de 30 h, o, si se estima una demora mayor de 30 h en la realización de los análisis, congelar a -4°C.

Nota 4

En estas porciones se pueden realizar los análisis de molienda según el Método 1.4.2 y de nitrógeno total en las muestra altas en N volátil según el Método 8.1.1

- 3.7 Envasar dos porciones de la muestra, de 4 L cada una, en bolsas Ziploc® (2.3) y almacenar refrigeradas a 4°C por no más de 7 días.

Nota 5

Estas porciones se utilizan para realizar el análisis de semillas viables de malezas por el Método 13.1.

- 3.8 El remanente (3 a 6 L) se tamiza según el Método 1.2 para la clasificación del tamaño de agregados y otros análisis.

Nota 6

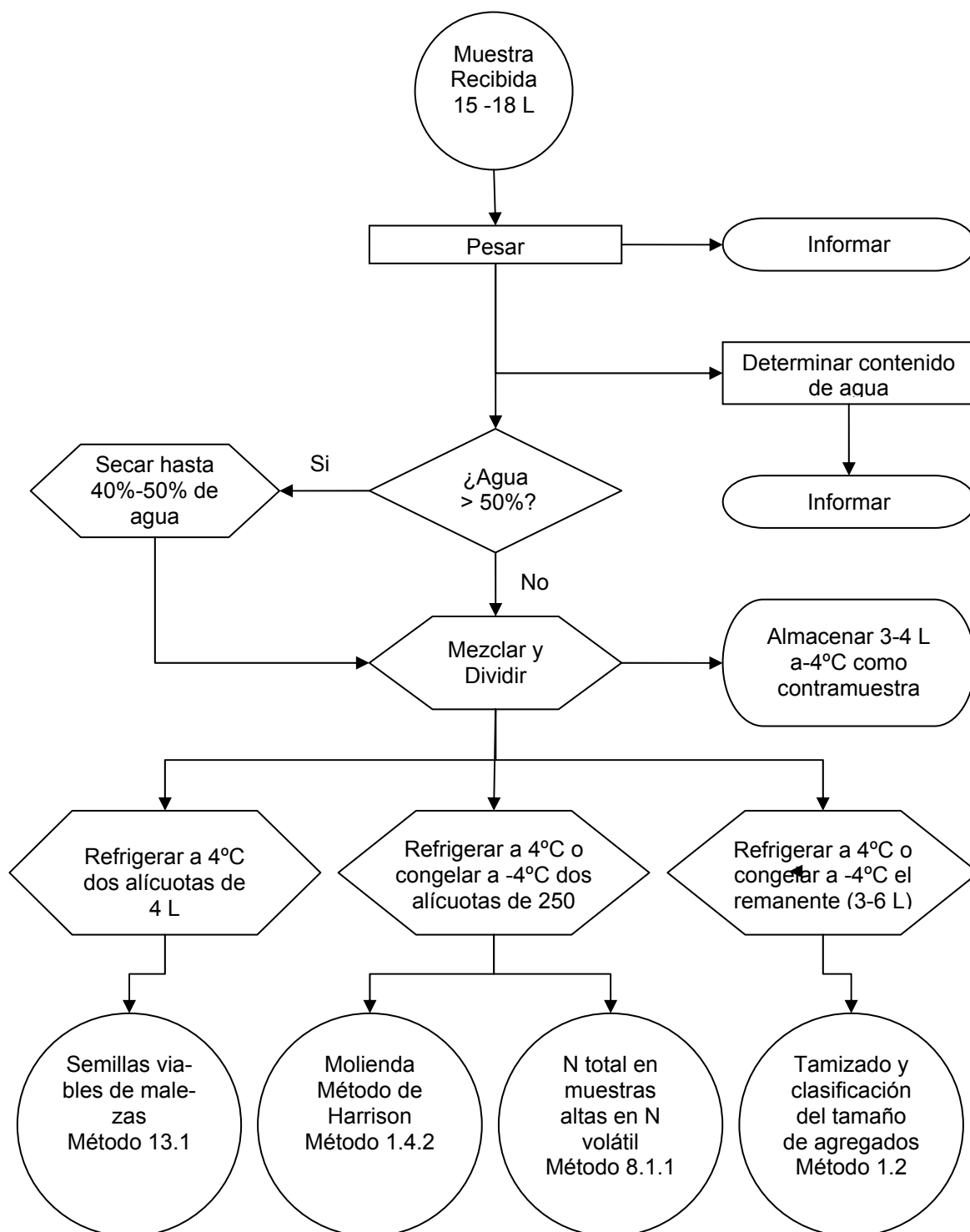
Si el tamizado no se realiza inmediatamente, almacenar refrigerado a 4°C, en recipiente cerrado, por un máximo de 24 h, o congelado a -4°C para períodos mayores de 24 h.

4 Informes

- 4.1 Informar la masa de muestra recibida (3.1), en gramos sin decimales, como:
- Masa de la muestra tal como se recibió = ... g
- 4.2 Informar el contenido de agua de la muestra (3.2), en porcentaje con un decimal, como:
- Contenido de agua, en base húmeda, de la muestra tal como se recibió = ...%

5 Bibliografía

- 5.1 TMECC Method 02.02-A. 2002. Sample mixing and splitting. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.2 Tamizado y clasificación del tamaño de agregados

1 Principio y alcance

- 1.1 Una porción de muestra proveniente del Método 1.1, se tamiza por un tamiz de 16 mm y se determina la humedad y el contenido de sólidos en la fracción < 16 mm.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Tamiz de acero inoxidable de 20 cm de diámetro con orificios de 16 mm, con fondo y tapa adecuados.
- 2.2 Agitador de tamices.
- 2.3 Bolsas de papel, o de otro material, capaces de mantener la masa a temperatura de 80°C.
- 2.4 Bolsas de plástico Ziploc® de 4 L de capacidad.
- 2.5 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de 70°C ± 5°C.
- 2.6 Desecador con un agente secante activo.

3 Procedimiento

- 3.1 De la porción de la muestra proveniente del Método 1.1, punto 3.8, sacar un alícuota y determinar el contenido de sólidos totales según el Método 2.1.
- 3.2 Pesar el remanente de la porción.

Nota 1

La porción de muestra debe ser de al menos 3 L pero no más de 6 L.

- 3.3 Colocar el fondo y el tamiz (2.1) en el agitador (2.2).
- 3.4 Transferir alrededor de 250 cm³ de muestra al tamiz, tapar y agitar por 1 min.
- 3.5 Colectar la fracción: > 16 mm en una bolsa de papel (2.3) tarada y etiquetada. Colectar la fracción < 16 mm en una bolsa Ziploc® (2.4) tarada y etiquetada.
- 3.6 Repetir los puntos 3.4 y 3.5 hasta tamizar toda la muestra.
- 3.7 Pesar la bolsa de papel con la fracción > 16 mm, secar en estufa (2.5) a 70±5°C hasta masa constante y pesar.

Nota 2

Si se requieren análisis en esta fracción, trasvasijar a un frasco de plástico y almacenar a 4°C por un máximo de 14 días o a -4°C por períodos mayores.

- 3.8 Pesar la bolsa Ziploc® con la fracción < 16 mm y proceder como sigue:
 - 3.8.1 Sacar una alícuota de 30 a 50 cm³ en un vaso tarado de 100 mL y determinar el contenido de agua según el Método 2.1.

3.8.2 Refrigerar la bolsa con la fracción remanente a 4°C por un máximo de 24 h, o congelado a -4°C para períodos mayores de 24 h.

Nota 3

En esta fracción se pueden realizar los análisis de “Remoción y clasificación de material inerte” por el Método 1.3, “Densidad aparente” por el Método 3.2, “pH” por el Método 4.1, “Conductividad eléctrica” por el Método 5.1, “Nitrógeno amoniacal” por el Método 8.2.1 y “Nitrógeno nítrico” por el Método 8.3.1.

4 Cálculos

4.1 Calcular la contribución de la fracción > 16 mm, expresada en base a muestra seca a 70±5°C, a la masa total de la muestra, según:

$$CR_{>16}(\%) = \frac{m_{>16}}{mt_h \times ST} \times 10000$$

donde:

CR _{>16}	=	contribución relativa de la fracción >16 mm a la masa total de la muestra
m _{>16}	=	masa, en g, de la fracción > 16 mm seca a 70±5°C (3.7)
mt _h	=	masa total, en g, de la muestra húmeda (3.1)
ST	=	sólidos totales, en % (3.2)

4.2 Calcular la contribución de la fracción < 16 mm, expresada en base a muestra seca a 70±5°C, a la masa total de la muestra, según:

$$CR_{<16}(\%) = \frac{m_{<16h} \times (1 - \text{agua}_{<16h} / 100)}{mt_h \times ST} \times 10000$$

donde:

CR _{<16}	=	contribución relativa de la fracción < 16 mm a la masa total de la muestra
m _{<16h}	=	masa, en g, de la fracción < 16 mm húmeda (3.8)
agua _{<16h}	=	contenido de agua, en %, de la fracción < 16 mm húmeda (3.8.1)
mt _h	=	masa total, en g, de la muestra húmeda (3.1)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda (3.2)

5 Informes

5.1 Informar el resultado 4.1 en porcentaje con un decimal, en base a muestra seca a 70±5°C, como:

– Agregados > 16 mm, en base a muestra seca a 70±5°C, = ...%

Nota 3

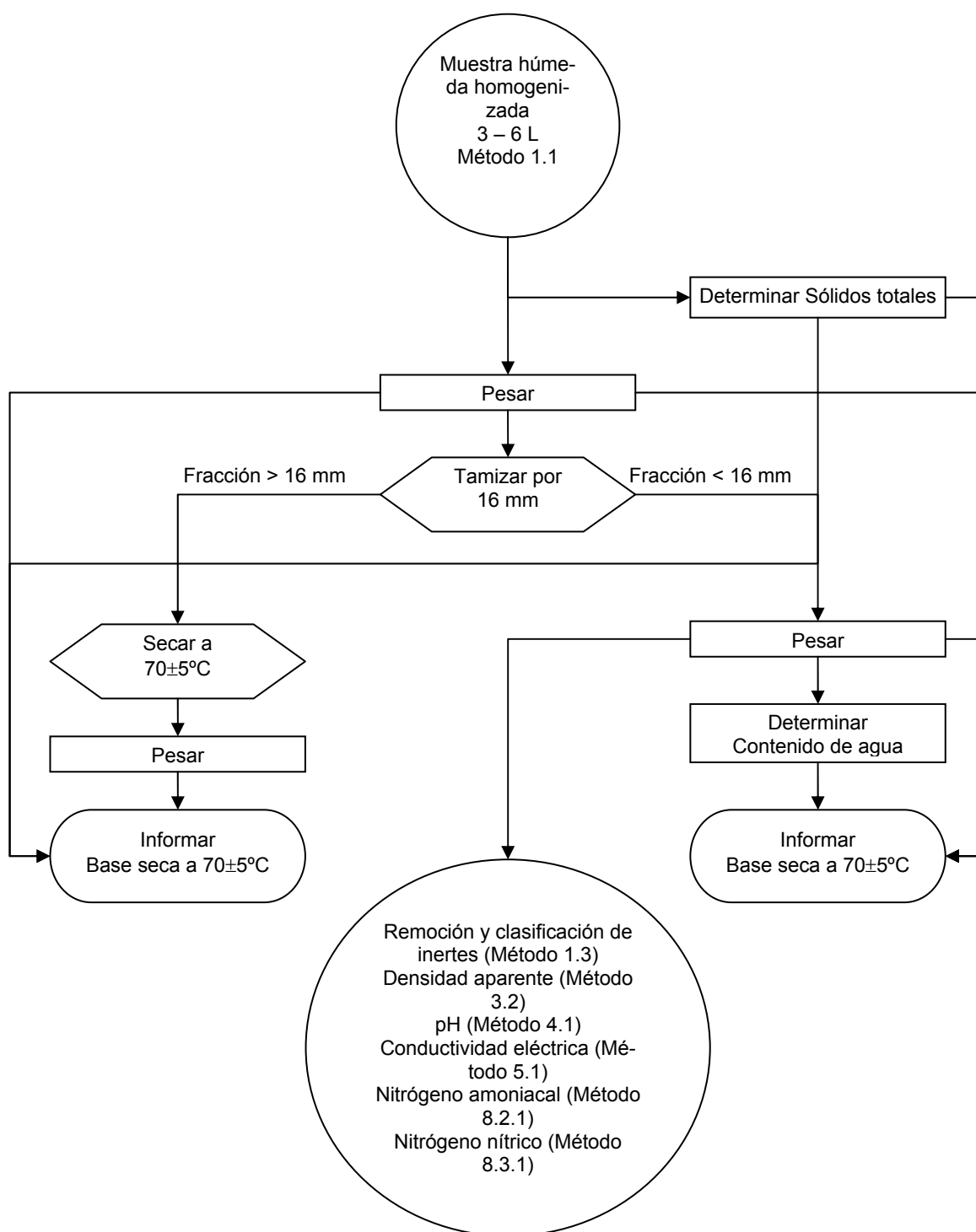
La NCh 2880 establece que el tamaño máximo de las partículas del compost debe ser ≤ 16 mm. Por lo tanto, si la muestra contiene partículas > 16 mm, normalmente no se continúa el análisis.

- 5.2 Informar el resultado 4.2 en porcentaje con un decimal, en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, como:
- Agregados < 16 mm, en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, = ...%
- 5.3 Opcionalmente, incluir la distribución de agregados en las fracciones 16-4 mm, 4-2 mm y < 2mm calculada según el Método 1.3, punto 4.2, en porcentaje con dos decimales, en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, en un formato como el siguiente:

Muestra Nº	Distribución de agregados por tamaño en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$			
	> 16 mm %	16-4 mm %	4-2 mm %	< 2mm %

6 Bibliografía

- 6.1 AS 4454. 2003. Method for determination of particle size grading. *In*: Australian Standard™. Composts, soil conditioners and mulches, Sydney, NSW.
- 6.2 TMECC Method 02.02-B. 2002. Sample sieving for aggregate size classification. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.3 Remoción y clasificación de material inerte

1 Principio y alcance

- 1.1 Una alícuota de la fracción < 16 mm proveniente del Método 1.2, se seca a 36°C y se tamiza por 4 mm y 2 mm. En las fracciones > 2 mm se retiran a mano los materiales inertes y se clasifican. Luego se mezclan las fracciones < 16 mm libres de inertes para otros análisis.

Nota 1

Los materiales inertes se clasifican como:

- Plásticos flexibles
- Piedras y terrones
- Vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos

- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Tamices de acero inoxidable de 20 cm de diámetro con orificios de 4 mm y 2 mm, con fondo y tapa adecuados.
- 2.2 Agitador de tamices.
- 2.3 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de 70°C ± 5°C.
- 2.4 Bandejas de 45 x 65 cm de fibra de vidrio u otro material con superficie suave.

3 Procedimiento

- 3.1 Pesar, con exactitud 0,001 g, una alícuota de 250 a 300 cm³ de la fracción < 16 mm proveniente del Método 1.2, punto 3.8.2, en un recipiente tarado de 500 mL, secar a 36-40°C por 36 a 48 h o hasta masa constante. Registrar la masa.

Nota 2

En el caso de guanos, tomar una alícuota mayor de muestra (alrededor de 1 L).

- 3.2 Colocar el fondo y los tamices (2.1) en el agitador (2.2) en orden creciente de tamaño de orificios.
- 3.3 Transferir la muestra seca al tamiz superior (4 mm), tapar y agitar por 5 min.
- 3.4 Colectar, pesar y transferir cuantitativamente la fracción < 2 mm a un contenedor de muestra.
- 3.5 Colectar las fracciones: 16-4 mm y 4-2 mm, pesarlas y transferirlas a bandejas (2.4) u otras superficies planas suaves.
- 3.6 En la fracción 16-4 mm, remover, con ayuda de pinzas, los materiales inertes colocándolos en tres recipientes tarados según la siguiente clasificación:
- Plásticos flexibles

- Piedras y terrones
 - Vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos
- 3.7 Pesar y registrar la masa de los tres recipientes.
- 3.8 En la fracción 4-2 mm, remover los “vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos” y colocarlos en un recipiente tarado. Pesar y registrar la masa.
- 3.9 Combinar analíticamente las fracciones 16-4 mm y 4-2 mm libres de inertes con la fracción < 2 mm (3.4) y almacenar sellado a 4°C por no más de 14 días.

Nota 3

Esta fracción < 16 mm, seca al aire y libre de inertes se utiliza para la molienda según el Método 1.4.1.

4 Cálculos

- 4.1 Calcular el contenido, expresado en porcentaje en base a muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$, de:
- 4.1.1 Plásticos flexibles > 4mm, según:

$$(Pf)_{>4} (\%) = \frac{a_{(16-4)}}{mt_h \times ST} \times 100$$

- 4.1.2 Piedras y terrones > 4 mm, según:

$$(P,T)_{>4} (\%) = \frac{b_{(16-4)}}{mt_h \times ST} \times 100$$

- 4.1.3 Vidrio, metales, caucho y plásticos rígidos > 4 mm, según:

$$(V,M,C,Pr)_{>4} (\%) = \frac{c_{(16-4)}}{mt_h \times ST} \times 100$$

donde:

$(Pf)_{>4}$	=	contenido de plásticos flexibles > 4 mm
$(P,T)_{>4}$	=	contenido de piedras y terrones > 4 mm
$(V,M,C,Pr)_{>4}$	=	contenido de vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos > 4 mm
$a_{(16-4)}$	=	masa, en g, de plásticos flexibles en la fracción 16-4 mm (3.7)
$b_{(16-4)}$	=	masa, en g, de piedras y terrones en la fracción 16-4 mm (3.7)
$c_{(16-4)}$	=	masa, en g, de vidrio, metales, caucho y plásticos rígidos en la fracción 16-4 mm (3.7)
mt_h	=	masa total, en g, de la muestra húmeda (Método 1.2, punto 3.1)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda, (Método 1.2, punto 3.2)

- 4.2 Calcular el contenido, expresado en porcentaje en base a muestra seca a $70\pm5^\circ\text{C}$, de vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos > 2 mm, según:

$$(V,M,C,Pr)_{>2} (\%) = (V,M,C,Pr)_{>4} + \left(\frac{m_{(4-2)}}{mt_h \times ST} \times 100 \right)$$

donde:

$(V,M,C,Pr)_{>2}$	=	contenido de vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos > 2 mm
$(V,M,C,Pr)_{>4}$	=	contenido, en %, de vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos > 4 mm (4.1)
$m_{(4-2)}$	=	masa, en g, de vidrio, metales, caucho y plásticos rígidos en la fracción 4-2 mm (3.8)
mt_h	=	masa total, en g, de la muestra húmeda (Método 1.2, punto 3.1)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda, (Método 1.2, punto 3.2)

- 4.3 Opcionalmente, calcular el contenido de agua, en porcentaje en base húmeda, de la fracción < 16 mm seca al aire (36°C) según:

$$\text{Agua } 36^\circ\text{C} (\%) = \text{agua}_h - \frac{m_h - m_{36^\circ\text{C}}}{m_h} \times 100$$

donde:

$\text{Agua}_{36^\circ\text{C}}$	=	contenido de agua en base húmeda, de la fracción < 16 mm seca a 36°C
agua_h	=	contenido de agua, en % en base húmeda, de la fracción < 16 mm húmeda (Método 1.2, punto 3.8.1)
m_h	=	masa en g de la fracción < 16 mm húmeda (3.1)
$m_{36^\circ\text{C}}$	=	masa en g de la fracción < 16 mm seca a 36°C (3.1)

- 4.4 Opcionalmente, calcular la contribución de las fracciones 16-4 mm, 4-2 mm y < 2 mm a la masa total de la muestra, expresada en base a muestra seca a $70\pm5^\circ\text{C}$, según:

$$CR_i(\%) = \frac{m_{i36^\circ\text{C}} \times (1 - \text{agua}_{36^\circ\text{C}} / 100)}{mt_h \times ST} \times 10000$$

donde:

CR_i	=	contribución, en base a muestra seca a $70\pm5^\circ\text{C}$, de la fracción de rango de tamaño "i" a la masa total de la muestra
$m_{i36^\circ\text{C}}$	=	masa, en g, de la fracción "i" seca a 36°C (3.4 o 3.5)
$\text{agua}_{36^\circ\text{C}}$	=	contenido de agua, en % en base húmeda, de la fracción < 16 mm seca a 36°C (4.3)
mt_h	=	masa total, en g, de la muestra húmeda (Método 1.2, punto 3.1)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda, (Método 1.2, punto 3.2)

Nota 3

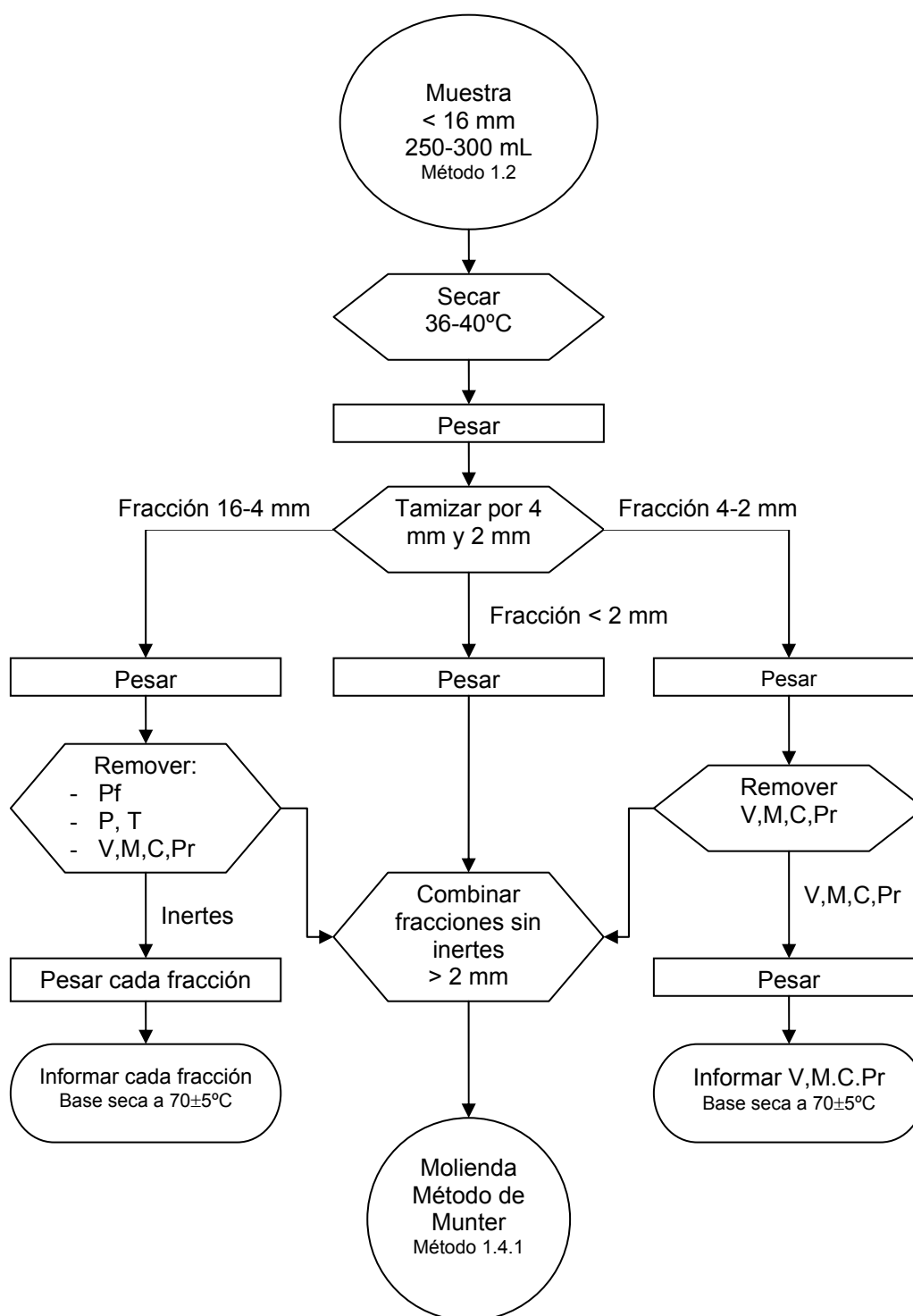
Opcionalmente, informar estos resultados en el Método 1.2 punto 5.3.

5 Informes

- 5.1 Informar el resultado (4.1.1) en porcentaje con un decimal como:
 - Plásticos flexibles > 4 mm, en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... %
- 5.2 Informar el resultado (4.1.2) en porcentaje con un decimal como:
 - Piedras y terrones > 4 mm, en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... %
- 5.3 Informar el resultado (4.2) en porcentaje con dos decimales como:
 - Vidrios, metales, caucho y plásticos rígidos > 2 mm, en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... %

6 Bibliografía

- 6.1 TMECC Method 02.02-C. 2002. Man-made inert removal and classification. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 1.3-1.** Diagrama de flujo del Método 1.3.

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.4 Molienda

1.4.1 Método Munter

1 Principio y alcance

- 1.1 La fracción < 16 mm seca al aire y libre de inertes, proveniente del Método 1.3, se muele en un molino diseñado para tejidos vegetales hasta polvo fino.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje y es recomendado para el análisis posterior de materia orgánica, carbono orgánico, nutrientes totales (excepto N) y metales pesados.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Molino diseñado para tejidos vegetales
- 2.2 Envases de plástico de boca ancha de 250-300 mL de capacidad

3 Procedimiento

- 3.1 Moler la fracción < 16 mm, seca al aire y libre de inertes, proveniente del Método 1.3, punto 3.9, usando el molino (2.1).

Nota 1

Un período de molienda de 1 min es adecuado para la mayoría de las muestras. Una molienda adicional contribuye a la erosión del molino.

- 3.2 Transferir la muestra molida a un envase (2.2), sellar y almacenar refrigerado a 4°C por un período máximo de 14 días. Si se anticipa un período mayor, almacenar congelado a -4°C.

Nota 2

Siempre lavar y desinfectar el molino antes de procesar una segunda muestra.

Nota 3

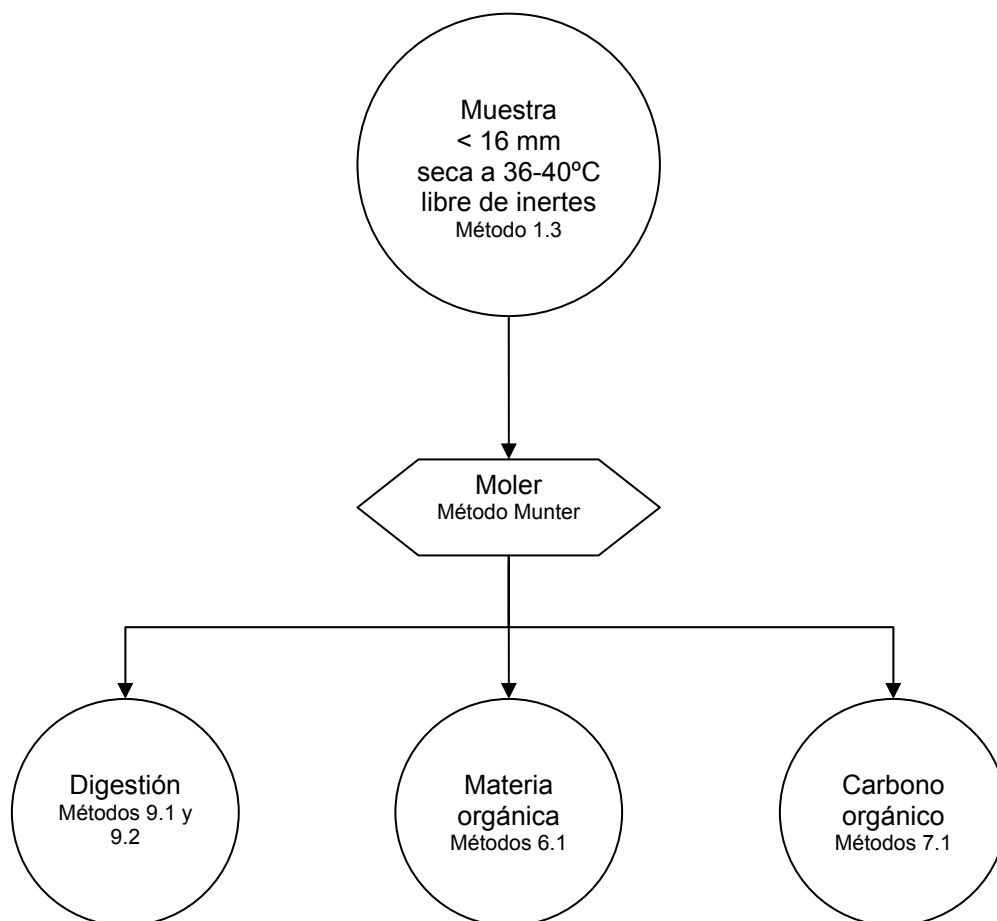
En la muestra así preparada se pueden realizar los análisis de "Digestión" según los Métodos 9.1 y 9.2, "Materia orgánica" por el Método 6.1 y de "Carbono orgánico" por el Método 7.1.

4 Informes

- 4.1 Informar el método de molienda, la temperatura y tiempo de secado, y el tamaño de agregados de las fracciones incluidas.

5 Bibliografía

- 5.1 TMECC Method 02.02-E. 2002. Milling and grinding samples, Munter method. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 1.4.1-1.** Diagrama de flujo del Método 1.4.1

1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

1.4 Molienda

1.4.2 Método Harrison

1 Principio y alcance

- 1.1 Una porción de la muestra húmeda se seca a 70 ± 5 °C y se muele en un molino Wiley hasta polvo fino.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje, pero no es recomendado para muestras muy heterogéneas ni para muestras que requieren el análisis de metales pesados.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Molino Wiley N° 4 con tamiz de tamaño de orificios < 0,5 mm.
- 2.2 Mortero y pistilo.
- 2.3 Envases de plástico de boca ancha de 250-300 mL de capacidad.

3. Reactivos

Usar agua de clase 2 según la NCh426/2 ($CE \leq 0,5$ mS/m a 25°C).

- 3.1 Mezcla detergente Alconox[®]
Diluir con agua según las instrucciones del fabricante
- 3.2 Metanol, CH₄O.
- 3.3 Hexano, C₆H₁₄
- 3.4 Ácido nítrico, HNO₃, 10%
Diluir 15 mL de HNO₃, 65%, a 100 mL con agua.

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar una porción de alrededor de 250 mL de muestra húmeda proveniente del Método 1.1, punto 3.6, y secar a 70 ± 5 °C hasta masa constante.
- 4.2 Si corresponde, remover las piedras, molerlas en el mortero (2.2) y reincorporarlas a la muestra.
- 4.3 Si se encuentran piezas de metal, cortarlas con tijeras hasta un tamaño menor de 1 cm y reincorporarlas a la muestra.
- 4.4 Moler la muestra en el molino (2.1) y mezclar bien.
- 4.5 Repetir la molienda dos veces más.

- 4.6 Transferir la muestra molida a un envase, sellar y almacenar refrigerado a 4°C por un período máximo de un mes. Si se estima un período mayor, almacenar congelado a -4°C.

Nota 1.

En la muestra así preparada se pueden realizar los análisis de “Carbono orgánico” por el Método 7.1 y de “Nitrógeno total” por el Método 8.1.1.

- 4.7 Limpiar todas las superficies del molino que toman contacto con la muestra con un paño embebido conalconox[®] diluido (3.1). Luego, enjuagar con metanol (3.2), hexano (3.3), solución de HNO₃ 10% (3.4) y abundante agua. Secar con aire

5 Informes

- 5.1 Informar el método de molienda, la temperatura y tiempo de secado, y que se realizó en la muestra tal como se recibió.

6 Bibliografía

- 6.1 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis – Especificaciones – Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 6.2 TMECC Method 02.02-E. 2002. Milling and grinding samples, Harrison method. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

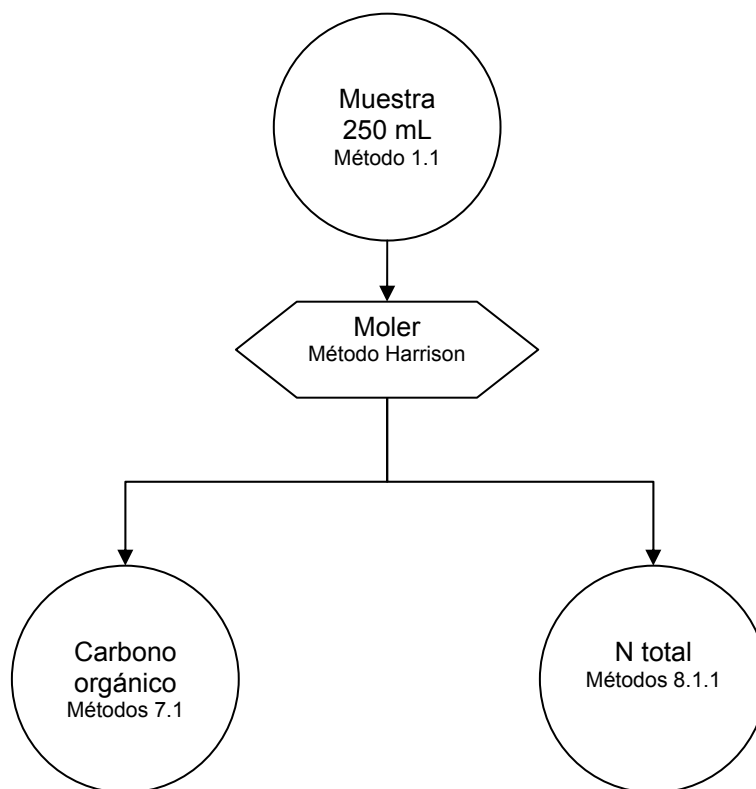


Figura 1.4.2-1. Diagrama de flujo del Método 1.4.2

2 SÓLIDOS TOTALES Y AGUA

2.1 Secado a 70±5°C

1 Principio y alcance

- 1.1 Una alícuota de la muestra se pesa, se seca a 70±5°C hasta masa constante y se vuelve a pesar. La fracción remanente corresponde al contenido de sólidos totales y la fracción evaporada al contenido de agua.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Balanza con una capacidad de 100 g y una exactitud de 0,001 g.
- 2.2 Vaso o cápsula de vidrio de 150 mL de capacidad.
- 2.3 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de 70°C ± 5°C.
- 2.4 Desecador con vacío con un agente secante activo.

3 Procedimiento

- 3.1 Pesar (exactitud 0,001 g) una alícuota de 50 cm³ de muestra preparada en un vaso (2.2) tarado.

Nota 1

Para materias primas y muestras sin preparar aumentar el volumen de material.

- 3.2 Secar a 70±5°C en una estufa con aire forzado (2.3) hasta masa constante

Nota 2

Se entiende por masa constante a la masa alcanzada cuando, durante el proceso de secado, la diferencia entre dos pesadas sucesivas de la muestra fría, con un intervalo de 4 horas entre ellas, no excede del 0,1 % de la última masa determinada. Para la mayoría de las muestras, 18 a 24 horas son suficientes para alcanzar una masa constante.

- 3.3 Colocar en un desecador (2.4) y dejar enfriar a temperatura ambiente (30 min).
- 3.4 Sacar del desecador y pesar inmediatamente con una exactitud de 0,001 g.

4 Cálculos

- 4.1 Calcular el contenido de sólidos totales, expresado en porcentaje en base a muestra húmeda, según:

$$ST (\%) = \frac{b}{a} \times 100$$

donde:

- ST = contenido de sólidos totales, en % en base a muestra húmeda
 a = masa, en g, de la muestra húmeda (3.1)
 b = masa, en g, de la muestra seca a 70±5°C (3.4)

- 4.2 Calcular el contenido de agua, expresado en porcentaje en base a muestra húmeda, según:

$$\text{Agua (\%)} = \frac{a - b}{a} \times 100$$

donde:

- Agua = contenido de agua en base a muestra húmeda
 a = masa, en g, de la muestra húmeda (3.1)
 b = masa, en g, de la muestra seca a 70±5°C (3.4)

5 Informes

- 5.1 Informar el resultado (4.1), en porcentaje con un decimal, como:
 - Sólidos totales, en base a muestra húmeda = ... %
 5.2 Informar el resultado (4.2), en porcentaje con un decimal, como:
 - Contenido de agua, en base a muestra húmeda = ... %

6 Repetibilidad

- 6.1 La repetibilidad del análisis de sólidos totales según TMECC (2001), se presenta en el Cuadro 2.1-1.

Cuadro 2.1-1. Repetibilidad de la determinación de sólidos totales (TMECC, 2001).

Muestra N°	1	2	3	4	5	6
Número de submuestras	10	10	10	10	10	10
Media (%)	58,71	61,19	61,29	66,78	70,38	76,07
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	1,16	0,43	0,65	0,95	0,00	0,25
Coeficiente de variación de la repetibilidad (%)	2,0	0,7	1,1	1,4	0,0	0,3
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	3,25	1,20	1,82	2,66	0,00	0,70

- 6.2 La repetibilidad del análisis del contenido de agua según TMECC (2001), se presenta en el Cuadro 2.1-2.

Cuadro 2.1-2. Repetibilidad de la determinación del contenido de agua (TMECC, 2001).

Muestra N°	1	2	3	4	5	6
Número de submuestras	10	10	10	10	10	10
Media (%)	23,93	26,26	33,22	37,44	38,71	38,81
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,25	0,59	0,95	0,10	0,65	0,43
Coeficiente de variación de la repetibilidad (%)	1,0	2,2	2,8	0,3	1,7	1,1
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,70	1,65	2,66	0,28	1,82	1,20

7 Bibliografía

- 7.1 TMECC Method 03.09-A. 2001. Total solids and moisture at $70 \pm 5^\circ\text{C}$. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

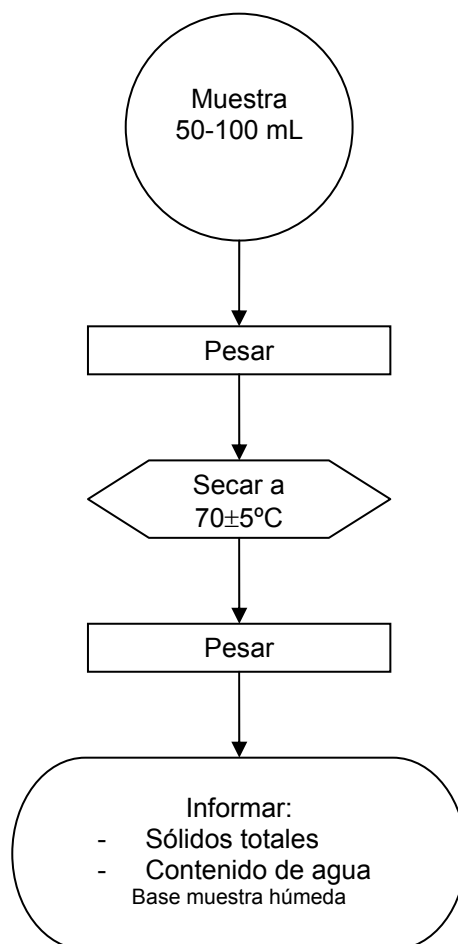


Figura 2.1-1. Diagrama de flujo del Método 2.1

3 DENSIDAD APARENTE

3.1 Muestra sin tamizar

1 Principio y alcance

- 1.1 Una porción de la muestra tomada directamente de la pila, de masa conocida, se transfiere a un vaso graduado y se calcula la densidad aparente.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los compost en proceso con un 45% a 60% de agua (en base húmeda).

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Vaso graduado con asa de 2000 mL de capacidad.
- 2.2 Embudo con diámetros de 15 cm en la boca y 2,5 cm en el vástago.
- 2.3 Balanza con una capacidad de 2 kg y una exactitud de 0,1 g.

3 Procedimiento

- 3.1 Pesar, con exactitud 0,1 g, el vaso graduado de 2000 mL (2.1).
- 3.2 Transferir una alícuota de 600 cm³ de muestra tomada directamente de la pila, con ayuda del embudo (2.2).
- 3.3 Comprimir uniformemente la muestra dejando caer libremente el vaso desde una altura de 15 cm sobre una plancha de goma, cuidando de mantener el vaso en posición vertical.
- 3.4 Repetir los puntos 3.2 y 3.3 dos veces más (tres en total).
- 3.5 Completar con muestra hasta 1800 cm³, sin repetir la caída libre.
- 3.6 Pesar, con exactitud 0,1 g, el vaso conteniendo 1800 cm³ de muestra.
- 3.7 Paralelamente, determinar el contenido de agua y de sólidos totales de la muestra original según el Método 2.1

4 Cálculos

- 4.1 Calcular la masa seca a 70±5°C de 1800 cm³ de muestra original, según:

$$MS_{1800} = (a - v) \times \frac{ST}{100}$$

donde:

MS ₁₈₀₀	=	masa, en g, de 1800 cm ³ de muestra seca a 70±5°C
a	=	masa, en g, de 1800 cm ³ de muestra original + vaso (3.6)
v	=	masa, en g, del vaso de 2000 mL (3.1)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda (3.7)

4.2 Calcular la densidad aparente, expresada en kg/m³, según:

$$DA \text{ (kg / m}^3\text{)} = \frac{MS_{1800}}{1,8}$$

donde:

DA	=	densidad aparente
MS ₁₈₀₀	=	masa, en g, de 1800 cm ³ de muestra seca a 70±5°C (4.1)

5 Informes

5.1 Informar el resultado (4.2), en kg/m³ sin decimales, como:

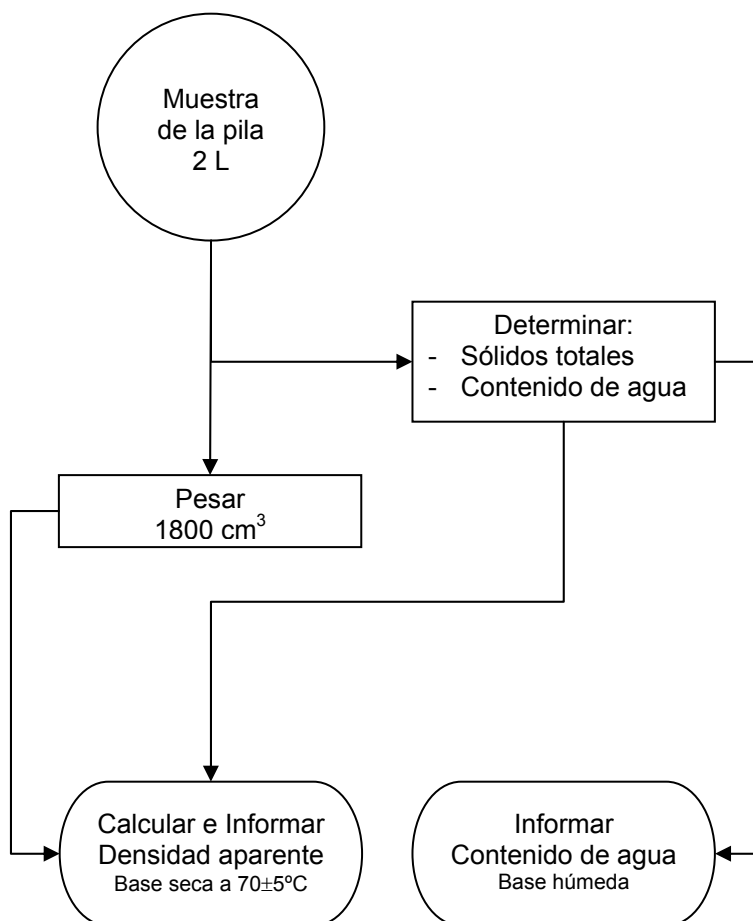
- Densidad aparente, en base a muestra seca a 70±5°C, de la muestra sin tamizar = ... kg/m³

5.2 Informar el contenido de agua (3.7), en porcentaje con un decimal, como:

- Contenido de agua, en base húmeda, de la muestra usada para determinar la densidad aparente = ... %

6 Bibliografía

- 6.1 TMECC Methods 03.01-A and 03.01-B. 2001. Quick-test for bulk density, porosity/pore space, free airspace and water-holding capacity of compost. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.
- 6.2 TMECC Method 03.03. 2001. Bulk density. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

3 DENSIDAD APARENTE

3.2 Muestra tamizada < 16 mm

1 Principio y alcance

- 1.1 Una alícuota de la fracción < 16 mm proveniente del Método 1.2, de volumen conocido, se transfiere a un vaso graduado y se calcula la densidad aparente.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Vaso graduado con asa de 2000 mL de capacidad.
- 2.2 Embudo con diámetros de 15 cm en la boca y 2,5 cm en el vástago.
- 2.3 Balanza con una capacidad de 2 kg y una exactitud de 0,1 g.

3 Procedimiento

- 3.1 Pesar, con exactitud 0,1 g, el vaso graduado de 2000 mL (2.1).
- 3.2 Transferir una alícuota de 600 cm³ de muestra tamizada por 16 mm proveniente del Método 1.2, punto 3.8.2, con ayuda del embudo (2.2).
- 3.3 Comprimir uniformemente la muestra dejando caer libremente el vaso desde una altura de 15 cm sobre una plancha de goma, cuidando de mantener el vaso en posición vertical.
- 3.4 Repetir los puntos 3.2 y 3.3 dos veces más (tres en total).
- 3.5 Completar con muestra hasta 1800 cm³, sin repetir la caída libre.
- 3.6 Pesar, con exactitud 0,1 g, el vaso conteniendo 1800 cm³ de muestra < 16 mm.
- 3.7 Paralelamente, determinar el contenido de agua y de sólidos totales de la muestra tamizada por 16 mm según el Método 2.1.

4 Cálculos

- 4.1 Calcular la masa seca a 70±5°C de 1800 cm³ de muestra < 16 mm y húmeda, según:

$$MS_{1800} = (a - v) \times \frac{ST}{100}$$

donde:

MS ₁₈₀₀	=	masa, en g, de 1800 cm ³ de muestra < 16 mm seca a 70±5°C
a	=	masa, en g, de 1800 cm ³ de muestra < 16 mm y húmeda + vaso (3.6)
v	=	masa, en g, del vaso de 2000 mL (3.1)
ST	=	contenido de sólidos totales, en % en base húmeda (3.7)

4.2 Calcular la densidad aparente, expresada en kg/m³, según:

$$DA \text{ (kg / m}^3\text{)} = \frac{MS_{1800}}{1,8}$$

donde:

DA	=	densidad aparente
MS ₁₈₀₀	=	masa, en g, de 1800 cm ³ de muestra seca a 70±5°C (4.1)

5 Informes

5.1 Informar el resultado (4.2), en kg/m³ sin decimales, como:

- Densidad aparente, en base a muestra seca a 70±5°C, de la muestra < 16 mm = ... kg/m³

5.2 Informar el contenido de agua (3.7), en porcentaje con un decimal, como:

- Contenido de agua, en base húmeda, de la muestra usada para determinar la densidad aparente = ... %

6 Bibliografía

- 6.1 TMECC Methods 03.01-A and 03.01-B. 2001. Quick-test for bulk density, porosity/pore space, free airspace and water-holding capacity of compost. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.
- 6.2 TMECC Method 03.03. 2001. Bulk density. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

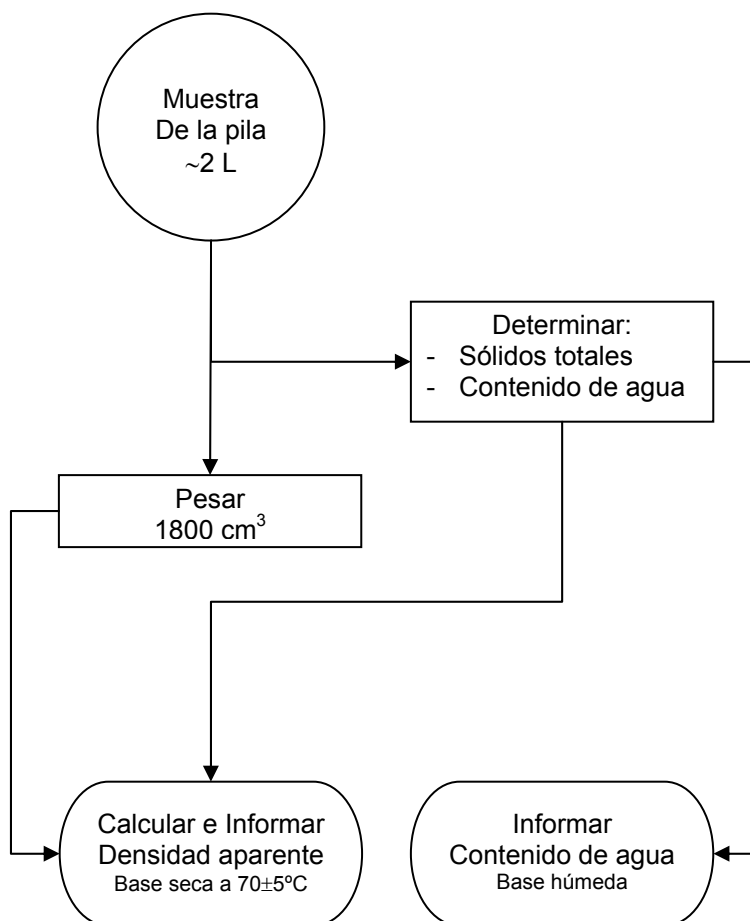


Figura 3.2-1. Diagrama de flujo del Método 3.2.

4 pH

4.1 Suspensión en agua 1:5

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra tamizada por 16 mm y húmeda, se mezcla y agita con agua en una relación 1:5 y se mide el pH con un medidor de pH.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Frascos agitables con tapa, de vidrio o plástico, de 250 mL
- 2.2 Agitador recíproco
- 2.3 Baguetas de plástico
- 2.4 Medidor de pH con ajuste de pendiente y control de temperatura.
- 2.5 Electrodo de vidrio y de referencia o electrodo combinado.

3 Reactivos

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

- 3.1 Soluciones tampones de pH 7,00 y 9,22 (o 10,0).
Disponibles en el comercio

4 Procedimiento

- 4.1 Calcular la masa de muestra $< 16 \text{ mm}$ y húmeda proveniente del Método 1.2 punto 3.8.2, equivalente a 40 g de muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$A = \frac{40}{ST} \times 100$$

donde:

A = masa, en g, de muestra $< 16 \text{ mm}$ y húmeda
ST = sólidos totales, en % en base húmeda (Método 1.2 punto 3.8.1)

- 4.2 Calcular el volumen de agua necesario para una relación muestra:agua = 1:5, según

$$B = 200 - (A - 40)$$

donde:

B = volumen, en mL, de agua
A = masa, en g, de muestra < 16 mm y húmeda (4.1)

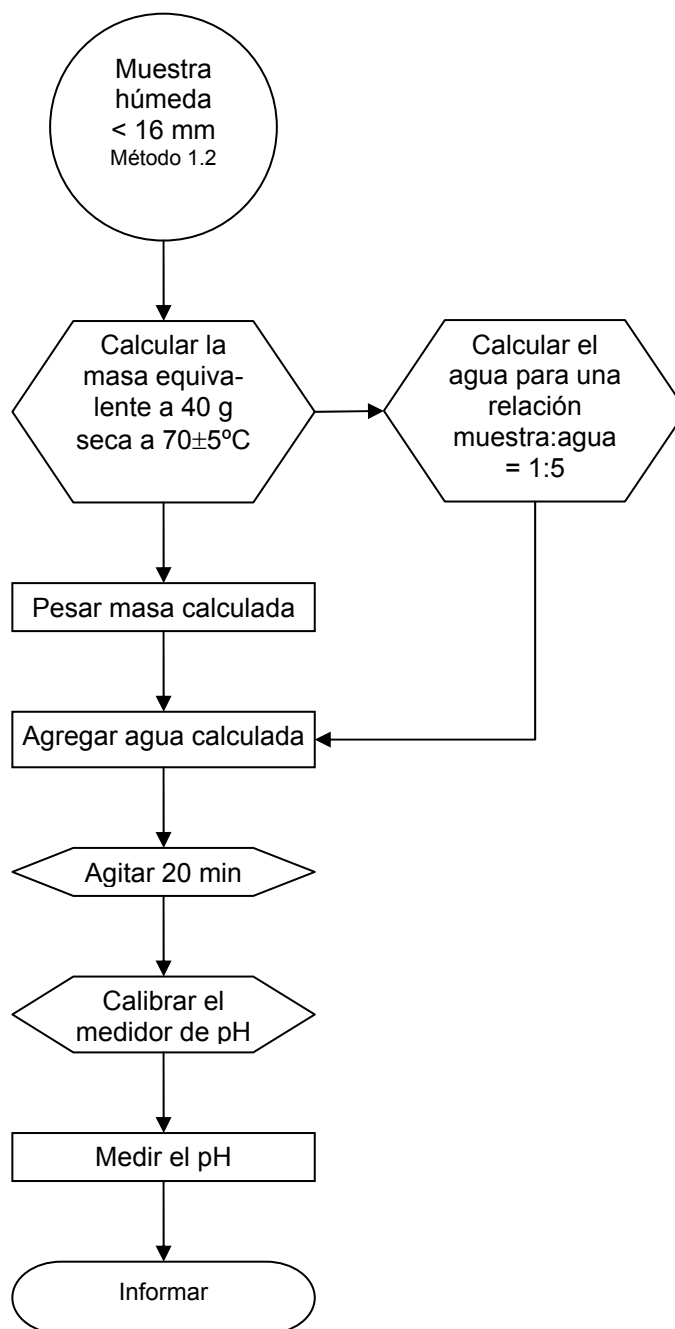
- 4.3 Pesar la masa calculada en 4.1 de muestra proveniente del Método 1.2, punto 3.8.2, en un frasco de 250 mL (2.1). Incluir una muestra de referencia.
- 4.4 Agregar el volumen de agua calculado en 4.2 y tapar.
- 4.5 Colocar en el agitador (2.2) y agitar por 20 min a 180 golpes por minuto. Mantener la temperatura a 20-23°C.
- 4.6 Calibrar el medidor de pH siguiendo las instrucciones del fabricante y usando las soluciones tampones (3.1).
- 4.7 Destapar los frascos y mezclar con una bagueta.
- 4.8 Inmediatamente introducir el electrodo (2.3) y leer el pH una vez estabilizada la lectura.
- 4.9 Agitar suavemente el frasco sin levantarlo. Si ocurre un cambio en la lectura, agitar nuevamente hasta obtener un valor de pH estable.

5 Informes

- 5.1 Informar el resultado (4.9), sin unidades con un decimal, como:
 - pH en agua 1:5 =

6 Bibliografía

- 6.1 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis – Especificaciones – Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 6.2 TMECC Method 04.11. 2002. Electrometric pH determinations for compost. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

5 CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

5.1 Extracto 1:5

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra tamizada por 16 mm y húmeda, se agita con agua en una relación 1:5. La suspensión se centrifuga y en el extracto se mide la conductividad eléctrica.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Frascos agitables con tapa, de vidrio o plástico, de 250 mL
- 2.2 Agitador recíproco
- 2.3 Centrífuga capaz de alcanzar 8000 g con tubos de 200 mL.
- 2.4 Conductivímetro con una exactitud de al menos 0,01 dS/m (10 μ S/cm) y equipado con corrección automática de temperatura y control de la constante de la celda.

3 Reactivos

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

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

Nota 1

Las soluciones de KCl 3.1, 3.2 y 3.3 deben almacenarse herméticamente cerradas en envases que no liberen cationes en cantidad suficiente como para alterar la conductividad eléctrica de las soluciones (por ej. Envases de plástico).

Nota 2

Pueden usarse soluciones estándares de conductividad eléctrica disponibles en el comercio

4 Procedimiento

4.1 Obtención del extracto 1:5

4.1.1 Calcular la masa de muestra < 16 mm y húmeda proveniente del Método 1.2 punto 3.8.2, equivalente a 40 g de muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$A = \frac{40}{ST} \times 100$$

donde:

A = masa, en g, de muestra < 16 mm y húmeda
ST = contenido de sólidos totales, en % en base húmeda (Método 1.2 punto 3.8.1)

4.1.2 Calcular el volumen de agua necesario para una relación muestra:agua = 1:5, según

$$B = 200 - (A - 40)$$

donde:

B = volumen, en mL, de agua
A = masa, en g, de muestra < 16 mm y húmeda (4.1)

4.1.3 Pesar la masa calculada en 4.1 de muestra proveniente del Método 1.2, punto 3.8.2, en un frasco de 250 mL (2.1). Incluir una muestra de referencia y dos blancos.

4.1.4 Agregar el volumen calculado en 4.2 de agua y tapar.

4.1.5 Colocar en el agitador (2.2) y agitar por 20 min a 180 golpes por minuto. Mantener la temperatura a $20\text{--}23^\circ\text{C}$.

4.1.6 Centrifugar a 8000 g por 15 min.

Nota 3

Alternativamente puede usarse extracción al vacío.

4.2 Determinación de la constante de la celda

4.2.1 Medir la conductividad eléctrica (CE) de las soluciones de KCl (3.1, 3.2, y 3.3) de acuerdo a las instrucciones del fabricante del conductivímetro (2.4).

4.2.2 Calcular, para cada solución de KCl, la constante de la celda según:

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

donde:

K = constante de la celda
CE_e = CE específica, en dS/m (mS/cm), de una de las soluciones de KCl
CE_m = CE medida, en dS/m (mS/cm), de la misma solución de KCl

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

Nota 4

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

- 4.3 Medición de la conductividad eléctrica del extracto 1:5

- 4.3.1 Medir la conductividad eléctrica del extracto **sin diluir**, corregida a 25°C, según las instrucciones del fabricante. Anotar los resultados en decisiemens por metro, dS/m.

Nota 5

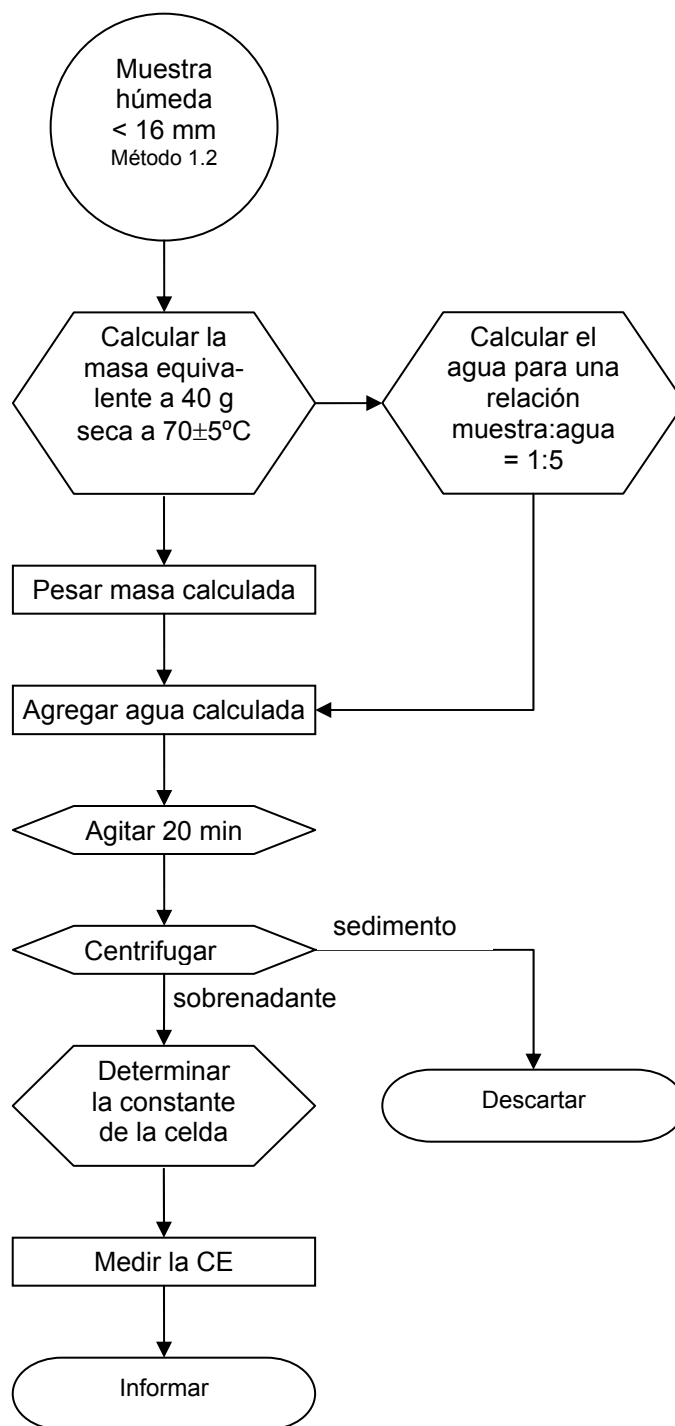
La CE de los blancos no debe exceder de 0,01 dS/m (10 µS/cm). Si esto ocurre, repetir la obtención del extracto (punto 4.1).

5 Informes

- 5.1 Informar el resultado (4.3), en dS/m con un decimal, como:
- Conductividad eléctrica del extracto 1:5 = ... dS/m

6 Bibliografía

- 6.1 ISO 11265. 1994. Soil quality – Determination of the specific electrical conductivity. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland. 4 p.
- 6.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis – Especificaciones – Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 6.3 Sadzawka R., A., M.A. Carrasco R., R. Grez Z. y M.L. Mora G. 2004. Métodos de análisis recomendados para los suelos chilenos. Comisión de Normalización y Acreditación, Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo. Disponible en: http://www.inia.cl/platina/pubbycom/edinia/docs/metodos_an_suelos_v2004.pdf
- 6.4 TMECC Method 04.10. 2002. Electrical conductivity for compost. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

6 MATERIA ORGÁNICA

6.1 Pérdida por calcinación a 550°C

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca a 36°C, tamizada por 16 mm, molida y libre de inertes y de carbono inorgánico, se calcina a 550°C. Se asume que el material volatilizado es la fracción orgánica y la ceniza remanente es la fracción mineral.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Balanza con una capacidad de 100 g y una exactitud de 0,001 g.
- 2.2 Crisoles de cerámica libre de carbono de 25-50 mL de capacidad
- 2.3 Vasos de vidrio, Pyrex o equivalente, de 150 mL de capacidad.
- 2.4 Estufa con circulación de aire capaz de mantener una temperatura de 70°C ± 5°C.
- 2.5 Desecador con vacío con un agente secante activo.
- 2.6 Mufla

3 Reactivos

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

4 Procedimiento

- 4.1 Pesar, en un crisol (2.2), 10 g (exactitud 0,001 g) de muestra seca a 36°C, < 16 mm, libre de inertes y molida, proveniente del Método 1.4.1 punto 3.2,. Incluir una muestra de referencia.
Nota 1
Si la heterogeneidad de la muestra es significativa, pesar alrededor de 100 cm³ en un vaso (2.3).
- 4.2 Si la muestra contiene carbonatos, eliminarlos agregando HCl 0,05 mol/L (3.1) hasta que cese el burbujeo.
- 4.3 Secar a 70±5°C hasta masa constante. Registrar la masa de muestra seca.
- 4.4 Colocar en la mufla (2.6) y lentamente subir la temperatura a 550°C. Mantener la temperatura durante 2 h y luego lentamente disminuirla hasta alrededor de 200°C.
- 4.5 Sacar, colocar en el desecador (2.5) y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.
- 4.6 Pesar y registrar la masa con una exactitud de 0,001 g.

5. Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de materia orgánica, expresada en porcentaje en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

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

donde:

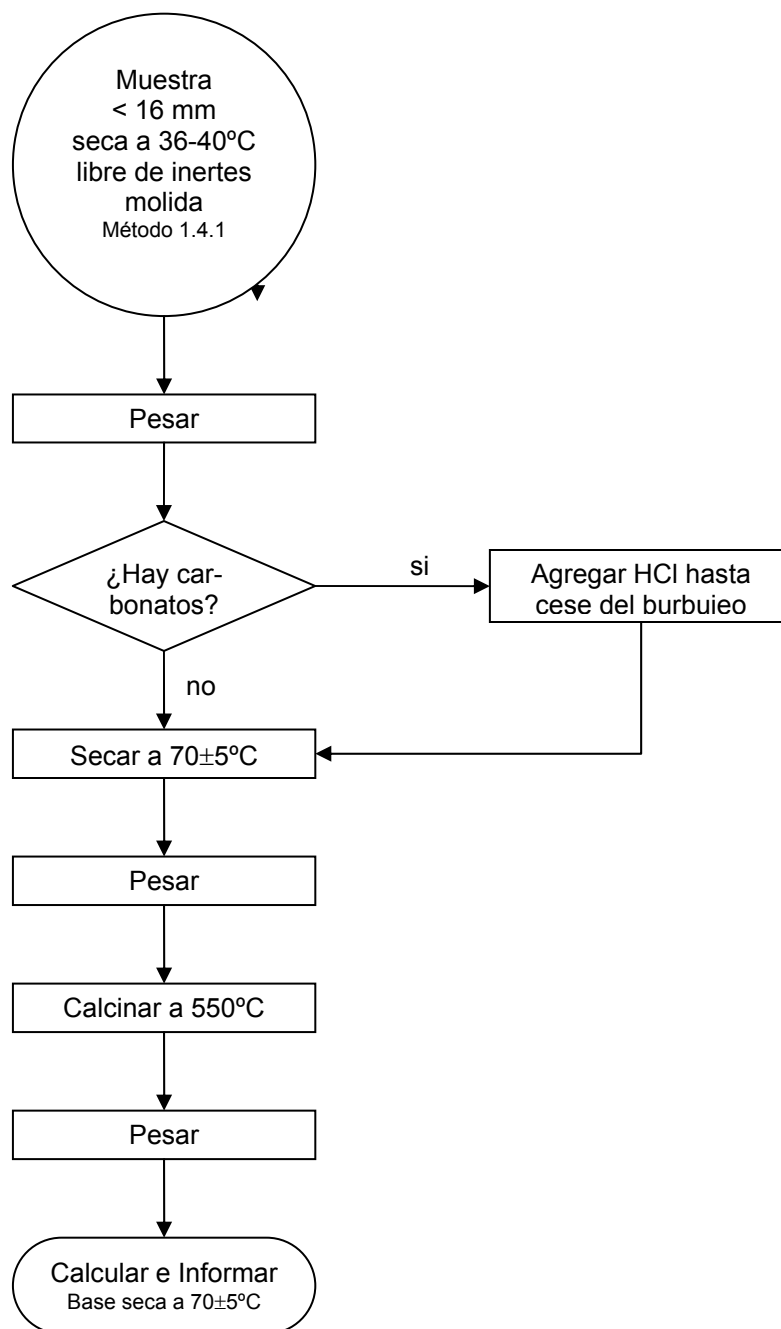
- a = masa, en g, de la muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, antes de la calcinación (4.3)
b = masa, en g, de la muestra calcinada a 550°C (4.6)

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado (5.1), en porcentaje con un decimal, como:
- Materia orgánica en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... %
- 6.2 Informar el método utilizado y si se eliminaron carbonatos.

7 Bibliografía

- 7.1 TMECC Method 05.07. 2001. Organic matter. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

7 CARBONO ORGÁNICO

7.1 Combustión con detección de CO₂

1 Principio y alcance

- 1.1 Una porción de la muestra libre de inertes y de carbono inorgánico, seca a 36°C o a 70±5°C y molida, se combustiona en un analizador de carbono a 1370°C. El CO₂ producido se mide con un detector infrarrojo.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Analizador de carbono

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido.

- 3.1 Catalizador de oxidación.

- 3.1.1 Óxido de vanadio, V₂O₅.

Nota 1

Usar en muestras que contienen plásticos o son altos en ácidos grasos volátiles.

- 3.1.2 Óxido de aluminio, Al₂O₃.

Nota 2

Usar en muestras de baja densidad que no contienen plásticos ni ácidos grasos volátiles.

- 3.2 Sacarosa, C₁₂H₂₂O₁₁, estándar certificado

- 3.3 Carbonato de calcio, CaCO₃.

4 Procedimiento

- 4.1 Revisar las instrucciones del analizador de carbono y colocar la temperatura en 1370°C.
- 4.2 Correr tres o cuatro muestras de 250 mg de CaCO₃ (3.3) para acondicionar el equipo.
- 4.3 Calibrar el equipo con una cantidad de sacarosa (3.2) acorde con el rango esperado de carbono en las muestras.
- 4.4 Obtener las lecturas del blanco con dos o tres combustiones de navetas vacías.

Nota 3

Los blancos deben leer < 0,10%.

- 4.5 Pesar 0,2 g a 0,5 g (exactitud 0,001 g) de muestra < 16 mm, seca al aire, libre de inertes y molida (Método 1.4.1, punto 3.2) o de muestra completa, seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$ y molida (Método 1.4.2, punto 4.6) y distribuirla en el fondo de una naveta. Incluir dos muestras de referencia.
- 4.6 Agregar aproximadamente 1 cm^3 de catalizador de combustión (3.1.1 o 3.3.2), suficiente para cubrir la muestra.
- 4.7 Introducir la naveta con la muestra y el catalizador en el equipo. Proceder a la combustión y anotar el resultado.

Nota 4

Correr una muestra en triplicado cada 12 muestras y recalibrar el equipo cada 10 muestras (4.3) seguido de la duplicación de la primera muestra de cada conjunto de 10 muestras. La variación máxima aceptable de las repeticiones es de 10%.

5 Informes

- 5.1 Informar el resultado, en porcentaje con un decimal, como:
 - Carbono orgánico en base a muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$ = ... %
- 5.2 Informar el método utilizado.

6 Repetibilidad

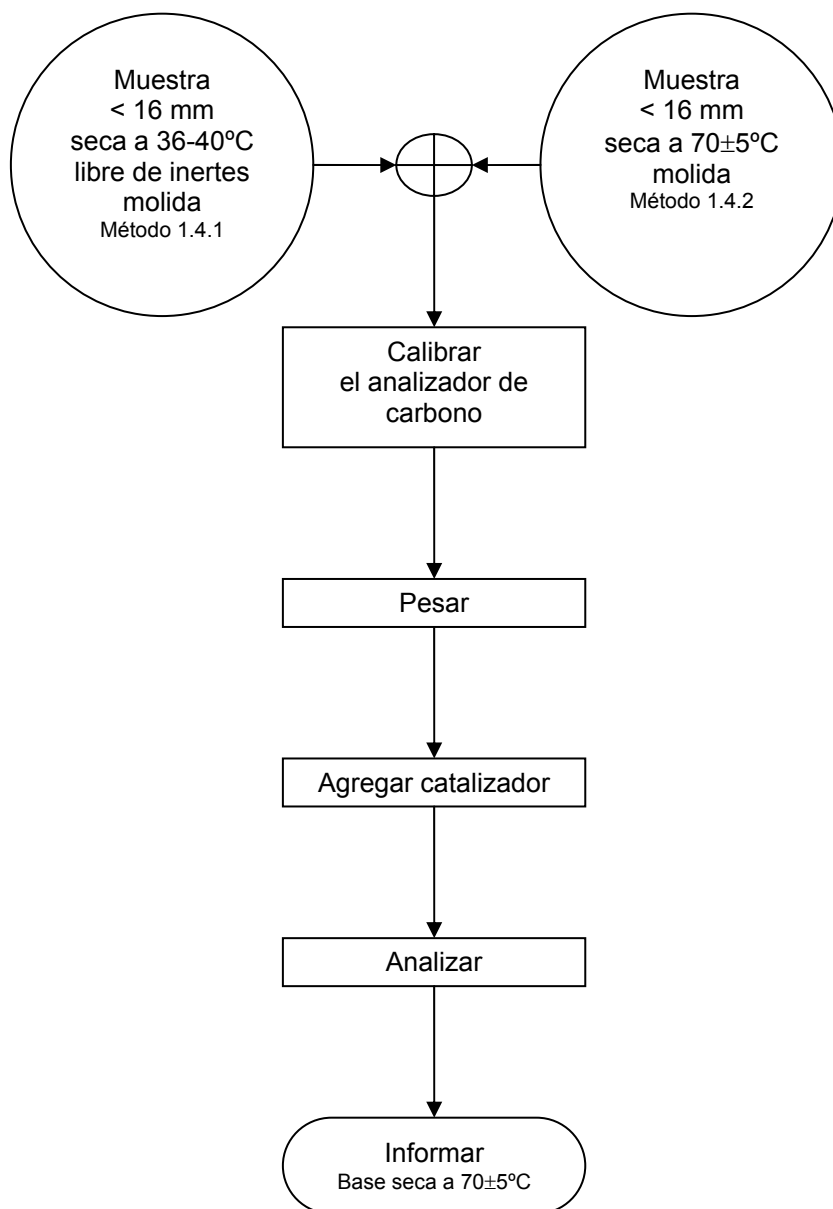
- 6.1 La repetibilidad de los análisis de carbono orgánico según TMECC (2001), se presenta en el Cuadro 7.1-1.

Cuadro 7.1-1. Repetibilidad de la determinación de carbono orgánico (TMECC, 2001).

Muestra N°	1	2	3	4	5	6
Número de submuestras	10	10	10	10	10	10
Media (%)	24,4	24,7	27,4	28,6	29,4	30,9
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,9	2,3	2,6	3,8	1,5	1,6
Coeficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,8	9,1	9,6	13,3	5,0	5,3
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	2,5	6,4	7,3	10,6	4,2	4,5

7 Bibliografía

- 7.1 TMECC Method 04.01. 2001. Organic carbon. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

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

7 CARBONO ORGÁNICO

7.2 Cálculo a partir de la materia orgánica

1 Principio y alcance

- 1.1 Este método considera que la materia orgánica del compost tiene, en promedio, un 56% de carbono. Por lo tanto, para obtener el contenido de carbono orgánico de una muestra se divide por 1,8 el contenido de materia orgánica determinado por el Método 6.1.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable, como método alternativo, a todos los tipos de compost.

2 Procedimiento

- 2.1 Determinar la concentración de materia orgánica de la muestra, expresada en porcentaje en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según el Método 6.1.

3. Cálculos

- 3.1 Calcular la concentración de carbono orgánico, expresada en porcentaje en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

$$\text{Carbono orgánico (\%)} = \frac{\text{MO}}{1,8}$$

donde:

MO = concentración, en %, de materia orgánica (2.1)

4 Informes

- 4.1 Informar el resultado, en porcentaje con un decimal, como:
 - Carbono orgánico en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... %
- 4.2 Informar el método utilizado.

5 Bibliografía

- 5.1 NCh 2880. 2004. Compost – Clasificación y requisitos. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile. 19 p.

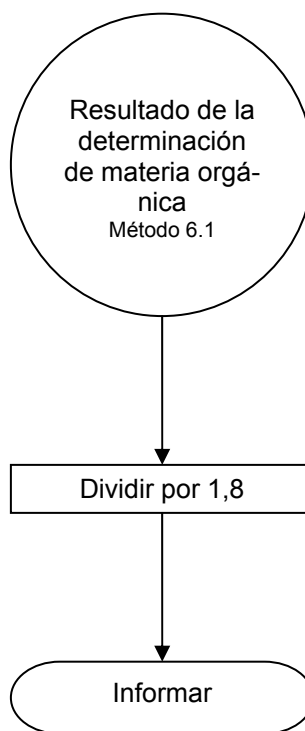


Figura 7.2-1. Diagrama de flujo del Método 7.2.

8 NITRÓGENO

8.1 Nitrógeno total

8.1.1 Digestión Kjeldahl, destilación de NH_3 y titulación

1 Principio y alcance

- 1.1 Una alícuota de la muestra < 16 mm, seca y molida (compost bajo en N volátil) o de la muestra tal cual se recibió y tamizada por 4 mm (compost alto en N volátil), se digiere con ácido sulfúrico, ácido salicílico y una mezcla catalítica de sulfato de potasio, sulfato de cobre y dióxido de titanio. El digerido se alcaliniza y el NH_3 formado se destila por arrastre de vapor, se atrapa en ácido bórico y se titula con ácido.

Nota 1

El dióxido de titanio (TiO_2) es ecotóxicamente menos dañino que el selenio.

- 1.2 Este procedimiento de digestión permite determinar el nitrógeno total del compost (N-amoniacal, N-nitrato, N-nitrito y N orgánico).
- 1.3 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Tamiz con orificios de 0,25 mm.
- 2.2 Tamiz con orificios de 4 mm.
- 2.3 Papel libre de N (papel para cigarrillos)
- 2.4 Digestor con tubos de 50-100 mL.
- 2.5 Destilador por arrastre de vapor.
- 2.6 Microbureta de 10 mL con graduaciones a intervalos de 0,01 mL (o titulador automático).

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 (CE máxima = 0,5 mS/m a 25°C).

- 3.1 Ácido salicílico en ácido sulfúrico
Disolver 25 g de ácido salicílico, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$, en 1 L de ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 96 %, densidad 1,84 kg/L.
- 3.2 Tiosulfato de sodio
Moler cristales de tiosulfato de sodio pentahidrato, $\text{Na}_2\text{O}_3\text{S}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, hasta que pasen a través de un tamiz de 0,25 mm de apertura (2.1).
- 3.3 Mezcla catalítica.
Mezclar moliendo en un mortero:

- 100 g de sulfato de potasio, K_2SO_4 , molido
 - 3 g de sulfato de cobre, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ molido y
 - 3 g de dióxido de titanio, TiO_2 , con la estructura cristalina de anatasa.
- 3.4 Solución de NaOH aprox. 10 mol/L.
En un recipiente de vidrio marcado para indicar 5 L, agregar:
- 2 kg de hidróxido de sodio, NaOH,
 - alrededor de 2,5 L de agua recién hervida y fría y disolver. Enfriar con el frasco tapado para evitar la absorción de CO_2 ,
 - agua recién hervida y fría hasta la marca de 5 L. Mezclar bien.
- Guardar esta solución protegida del CO_2 ambiental.
- 3.5 Solución de NaOH 0,1 mol/L.
Disolver 0,4 g de hidróxido de sodio, NaOH, en agua recién hervida y fría y diluir a 100 mL.
- 3.6 Solución indicadora.
Disolver 0,02 g de rojo de metilo y 0,1 g de verde de bromocresol en 100 mL de etanol 96 %.
- 3.7 Solución de ácido bórico-indicador.
En un recipiente marcado para indicar 1 L, agregar:
- 20 g de H_3BO_3 ,
 - alrededor de 900 mL de agua. Disolver por calentamiento con agitación. Enfriar,
 - 20 mL de solución indicadora (3.6),
 - solución de NaOH 0,1 mol/L (3.5), cuidadosamente hasta un tinte púrpura rojizo (aproximadamente pH 5,0),
 - agua hasta la marca de 1 L. Mezclar.
- Esta solución debe mezclarse bien antes del uso.
- 3.8 Solución estándar de ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 0,005 mol/L.
Disponible en el comercio

4 Procedimiento

- 4.1 Preparar la muestra para el análisis según:
- 4.1.1 Si la muestra es alta en N volátil (compost inmaduro), sacar una alícuota de la muestra húmeda sin tamizar (Método 1.1 punto 3.6) y pasarla por un tamiz de 4 mm (2.1). Mezclar bien y determinar los sólidos totales según el Método 2.1.
 - 4.1.2 Si la muestra es baja en N volátil (compost maduro), utilizar una alícuota de la muestra < 16 mm, seca y molido proveniente del Método 1.4.2, punto 4.6.
- 4.2 Pesar 0,2 a 0,5 g (exactitud 0,001g) de muestra (4.1.1 o 4.1.2) en un papel (2.3) e introducir en un tubo de digestión. Incluir dos muestras de referencia y 3 blancos (tubos sin suelo).
- 4.3 Agregar 4 mL de ácido salicílico en ácido sulfúrico (3.1) agitando hasta mezclar bien.
- 4.4 Dejar reposar durante la noche.

- 4.5 Agregar 0,5 g de tiosulfato de sodio (3.2) a través de un embudo de vástago largo.
- 4.6 Calentar cuidadosamente hasta el cese de la espuma. Enfriar hasta aproximadamente 240°C.
- 4.7 Agregar alrededor de 1,5 g de mezcla catalítica (3.3)
- 4.8 Hervir suavemente, sin exceder los 400°C, hasta que la mezcla de digestión esté clara, cuidando que el ácido sulfúrico se condense en el primer tercio del cuello del tubo de digestión. Este proceso puede durar de 2 a 5 horas. Enfriar.
- 4.9 Agregar lentamente y con agitación 20 mL de agua. Dejar enfriar.
- 4.10 Agregar 5 mL de solución de ácido bórico-indicador (3.7) a un matraz erlenmeyer de 50 mL, marcado a los 20 mL, y colocarlo bajo del condensador del destilador por arrastre de vapor (2.5), de manera que el extremo del condensador quede bajo la superficie de la solución.
- 4.11 Al tubo de digestión proveniente del punto 4.5, agregar 20 mL de solución de NaOH 10 mol/L (3.4) y conectarlo al destilador.
- 4.12 Inmediatamente comenzar la destilación por arrastre de vapor.
- 4.13 Una vez que el destilado alcance la marca de 20 mL, bajar el matraz hasta que el extremo del condensador esté sobre el nivel del líquido y lavarlo con agua.
- 4.14 Titular el destilado con solución estándar de H₂SO₄ 0,005 mol/L (3.8) hasta que el color cambie de verde a rosado.

Nota 2

Alternativamente puede usarse un titulador automático fijando el punto final a pH 4,60.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de N total, expresada en porcentaje en base seca a 70±5°C, según:

$$N(\%) = \frac{(a - b) \times M}{m \times ST} \times 280$$

donde:

- | | | |
|----|---|--|
| a | = | volumen, en mL, de solución estándar de H ₂ SO ₄ gastada en la muestra |
| b | = | volumen promedio, en mL, de solución estándar de H ₂ SO ₄ gastada en los blancos |
| M | = | concentración, en mol/L, de la solución estándar de H ₂ SO ₄ |
| m | = | masa, en g, de muestra (4.2) |
| ST | = | contenido de sólidos totales, en % en base húmeda, si se usó muestra húmeda (4.1.1) |

6 Informe

- 6.1 Informar el resultado (5.1) en porcentaje con un decimal como:
 - Nitrógeno total, en base a muestra seca a 70±5°C = ... %
- 6.2 Informar el método utilizado

7 Repetibilidad

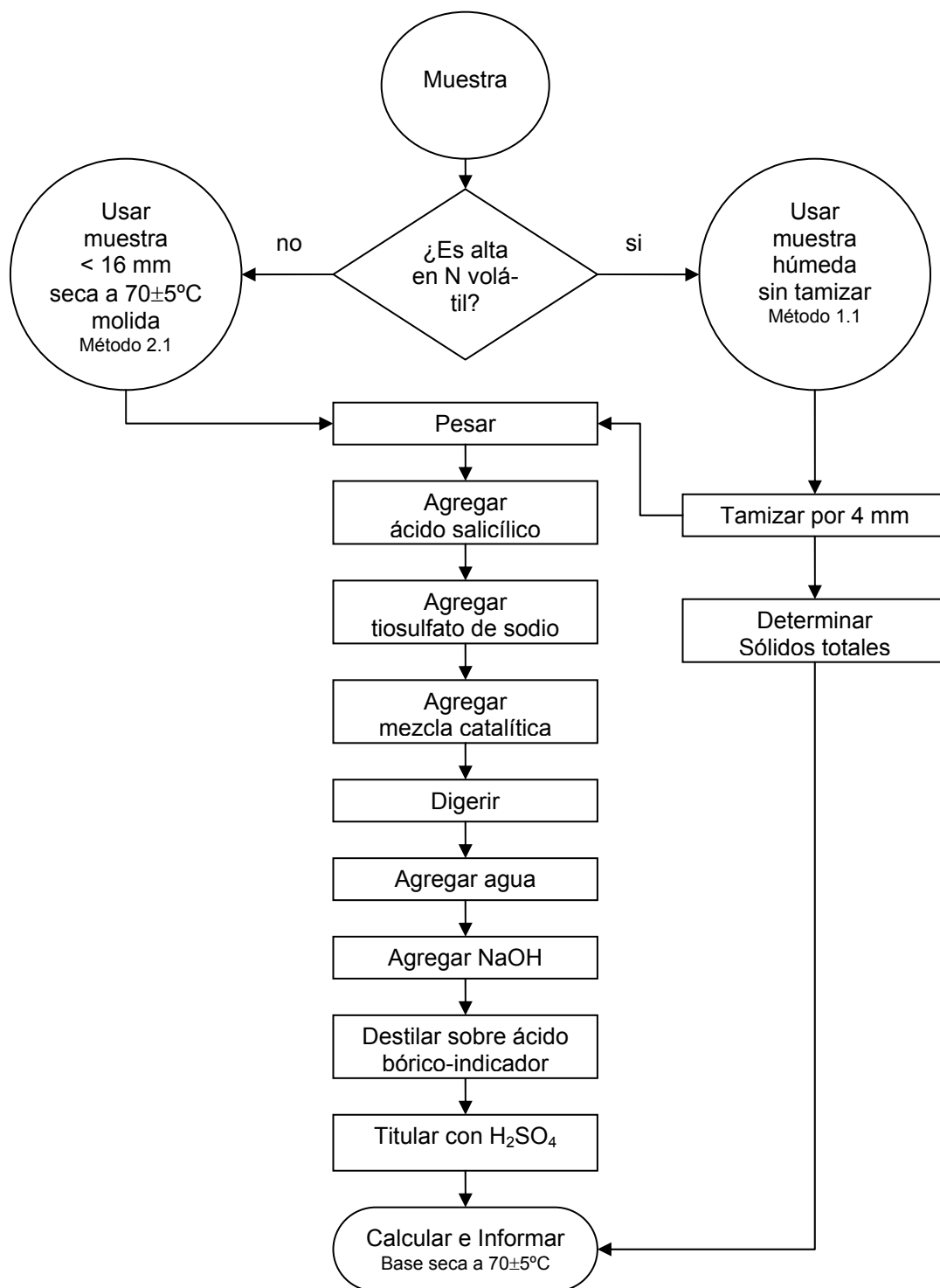
- 7.1 La repetibilidad de los análisis de N total según TMECC (2002), se presenta en el Cuadro 8.1.1-1.

Cuadro 8.1.1-1. Repetibilidad de la determinación del contenido de N total (TMECC, 2002).

Muestra N°	1	2	3	4	5	6
Número de submuestras	10	10	10	10	10	10
Media (%)	0,99	1,10	1,18	1,21	1,30	1,36
Desviación estándar de la repetibilidad = s_r	0,04	0,03	0,01	0,04	0,04	0,07
Coeficiente de variación de la repetibilidad (%)	3,5	2,9	1,3	3,0	3,0	5,0
Límite de repetibilidad = $r = (2,8 \times s_r)$	0,11	0,08	0,03	0,11	0,11	0,20

8 Bibliografía

- 8.1 Bremner J.M. 1996. Nitrogen-total. p.1085-1121. *In*: Sparks, D.L. *et al.* (eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series N° 5. Soil Science Society of America, Inc, American Society of Agronomy, Inc, Madison, Wisconsin, USA. 1390p.
- 8.2 ISO 11261. 1995. Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method.  International Organization for Standardization. Gèneve, Switzerland, 4p.
- 8.3 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis – Especificaciones – Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 8.4 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 8.5 Sadzawka R., A., M.A. Carrasco R., R. Grez Z. y M.L. Mora G. 2004. Métodos de análisis recomendados para los suelos chilenos. Comisión de Normalización y Acreditación, Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo. Disponible en: http://www.inia.cl/platina/pubbycom/edinia/docs/metodos_an_suelos_v2004.pdf
- 8.6 TMECC Method 04.02. 2002. Nitrogen. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.
- 8.7 Van Reeuwijk, L.P. (Ed.) 1986. Procedures for soil analysis. International Soil Reference and Information Centre, Wageningen, The Netherlands, 106 p.

**Figura 8.1.1-1.** Diagrama de flujo del Método 8.1.1.

8 NITRÓGENO

8.2 Nitrógeno amoniacal

8.2.1 Extracción con KCl 2 mol/L, destilación con MgO y titulación

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra < 16 mm y húmeda se extrae con solución de KCl 2 mol/L. Al extracto se agrega MgO y el NH_3 formado se destila por arrastre de vapor, se atrapa en ácido bórico y se titula con ácido.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Envases para extracción de 250 mL de vidrio o plástico con tapa.
- 2.2 Agitador recíproco
- 2.3 Centrífuga capaz de alcanzar 8000 g con tubos de 200 mL.
- 2.4 Destilador por arrastre de vapor.
- 2.5 Microbureta de 10 mL con graduaciones a intervalos de 0,01 mL (o titulador automático).

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 (CE máxima = 0,5 mS/m a 25°C).

- 3.1 Solución de cloruro de potasio, 2 mol/L.
Disolver 150 g de KCl en agua y diluir a 1 L.
- 3.2. Óxido de magnesio.
Calentar MgO en una mufla a 600-700°C por 2 horas. Enfriar en un desecador y guardar en un frasco herméticamente cerrado.
- 3.3 Solución de NaOH 0,1 mol/L.
Disolver 0,4 g de hidróxido de sodio, NaOH, en agua recién hervida y fría y diluir a 100 mL.
- 3.4 Solución indicadora.
Disolver 0,02 g de rojo de metilo y 0,1 g de verde de bromocresol en 100 mL de etanol 96 %.
- 3.5 Solución de ácido bórico-indicador.
En un recipiente marcado para indicar 1 L, agregar:
→ 20 g de H_3BO_3 ,

- alrededor de 900 mL de agua. Disolver por calentamiento con agitación. Enfriar,
 - 20 mL de solución indicadora (3.4),
 - solución de NaOH 0,1 mol/L (3.3), cuidadosamente hasta un tinte púrpura rojizo (aproximadamente pH 5,0),
 - agua hasta la marca de 1 L. Mezclar.
- Esta solución debe mezclarse bien antes del uso.

- 3.6 Solución estándar de ácido sulfúrico, H₂SO₄, 0,005 mol/L.
Disponible en el comercio

4 Procedimiento

- 4.1 Calcular la masa de muestra < 16 mm y húmeda proveniente del Método 1.2 punto 3.8.2, equivalente a 40 g de muestra seca a 70±5°C, según:

$$A = \frac{40}{ST} \times 100$$

donde:

A = masa, en g, de muestra < 16 mm húmeda
ST = sólidos totales, en % en base húmeda (Método 1.2 punto 3.8.1)

- 4.2 Calcular el volumen de extractante necesario para una relación muestra:solución = 1:5, según

$$B = 200 - (A - 40)$$

donde:

B = volumen, en mL, de extractante
A = masa en g de muestra < 16 mm y húmeda (4.1)

- 4.3 Pesar la masa calculada en 4.1 de muestra proveniente del Método 1.2, punto 3.8.2, en un envase de 250 mL (2.1). Incluir dos muestras de referencia y 2 blancos.
- 4.4 Agregar el volumen de solución de KCl 2 mol/L (3.1) calculado en 4.2. Tapar.
- 4.5 Colocar en el agitador (2.2) y agitar por 20 min a 180 desplazamientos por minuto. Mantener la temperatura a 20-23°C.
- 4.6 Centrifugar a 8000 g por 15 min.

Nota 1.

Si el extracto no se puede analizar dentro de las 4 horas siguientes, refrigerar a 4°C hasta por 5 días. Para períodos mayores de almacenamiento, acidificar con HCl hasta pH 2,0.

- 4.7 Agregar 5 mL de solución de ácido bórico-indicador (3.5) a un matraz erlenmeyer de 50 mL, marcado a los 20 mL, y colocarlo bajo del condensador del destilador por arrastre de vapor (2.4), de manera que el extremo del condensador quede bajo la superficie de la solución.
- 4.8 Transferir 10 a 20 mL del extracto (4.6.) al matraz de destilación.

- 4.9 Agregar 0,2 g de MgO (3.2.) a través de un embudo de vástago lo suficientemente largo para alcanzar el bulbo del matraz.
- 4.10 Conectar el matraz al destilador y destilar.
- 4.11 Cuando el destilado alcance la marca de 20 mL en el matraz receptor detener la destilación y lavar el extremo del condensador.

Nota 2

Guardar el matraz de destilación con el remanente del extracto para la determinación de N-NO₃ (Método 8.3.1)

- 4.12 Titular el destilado con H₂SO₄ 0,005 mol/L (3.6) hasta que el color cambie de verde a un rosado permanente.

Nota 3

Alternativamente puede usarse un titulador automático fijando el punto final a pH 4,60.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de nitrógeno amoniacal (N-NH₄) en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a 70±5°C, según:

$$\text{N-NH}_4 \text{ (mg/kg)} = \frac{(a-b) \times M}{v} \times 140.000$$

donde:

- | | | |
|---|---|--|
| a | = | volumen, en mL, de solución estándar de H ₂ SO ₄ gastada en titular la muestra |
| b | = | volumen promedio, en mL, de solución estándar de H ₂ SO ₄ gastada en titular los blancos |
| M | = | concentración, en mol/L, de la solución estándar de H ₂ SO ₄ |
| v | = | volumen, en mL, de alícuota (4.8) |

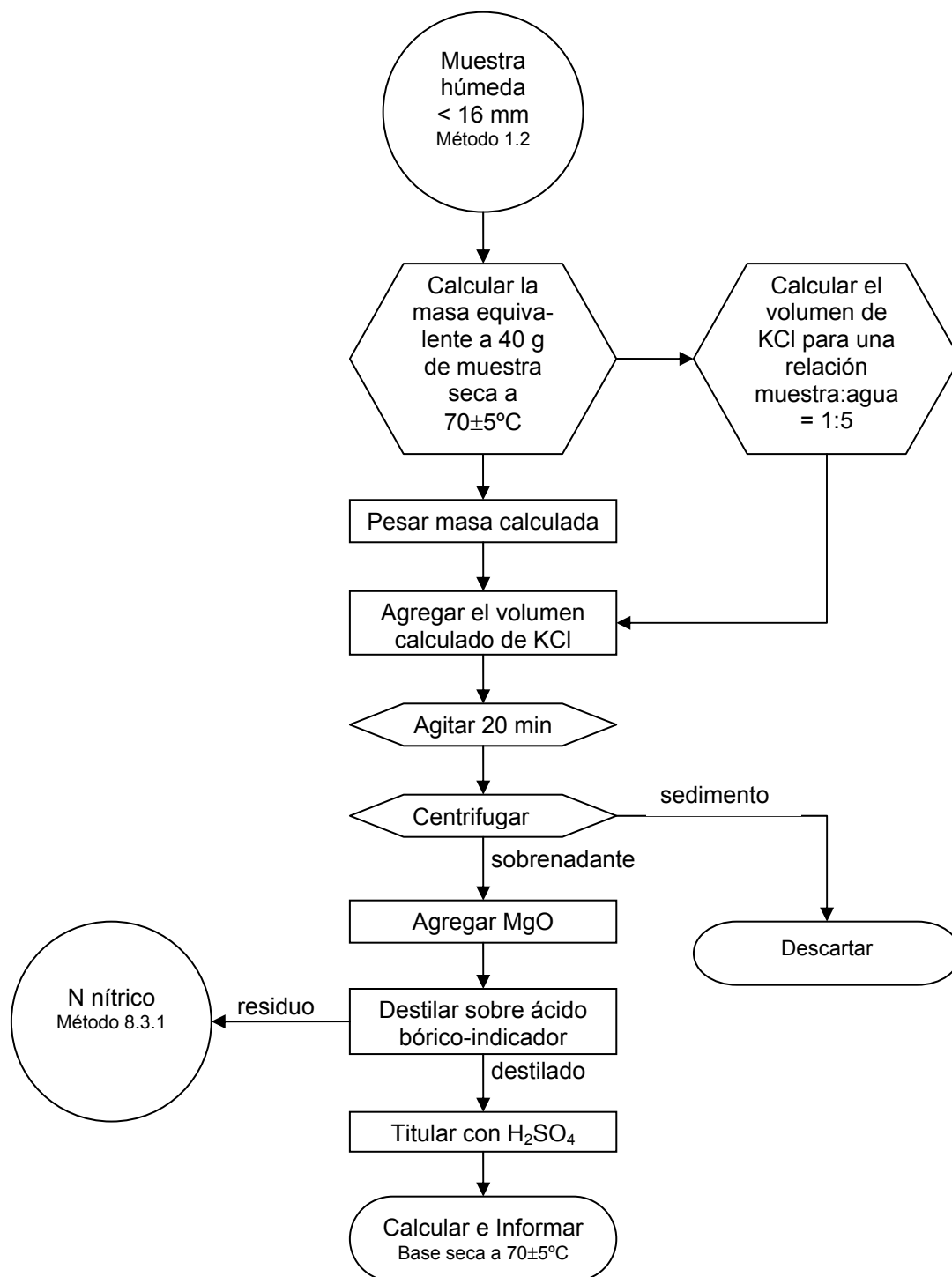
6 Informe

- 6.1 Informar el resultado (5.1) en mg/kg sin decimales como:
- Nitrógeno amoniacal, en base a muestra seca a 70±5°C = ... mg/kg
- 6.2 Informar el método utilizado.

7 Bibliografía

- 7.1 Mulvaney, R.L. 1996. Nitrogen-inorganic forms. p.1123-1184. *In*: Sparks, D.L. *et al.* (eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series N° 5. Soil Science Society of America, Inc, American Society of Agronomy, Inc, Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.

- 7.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 7.3 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 7.4 TMECC Method 04.02. 2002. Nitrogen. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 8.2.1-1.** Diagrama de flujo del Método 8.2.1.

8 NITRÓGENO

8.3 Nitrógeno nítrico

8.3.1 Extracción con KCl 2 mol/L, destilación con Devarda y titulación

1 Principio y alcance

- 1.1 Al extracto de KCl remanente de la determinación de N-NH₄ según el Método 8.2.1, se le agrega aleación Devarda. El NH₃ formado se destila por arrastre de vapor, se atrapa en ácido bórico y se titula con ácido.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Destilador por arrastre de vapor.
- 2.2 Microbureta de 10 mL con graduaciones a intervalos de 0,01 mL (o titulador automático).

3 Reactivos

Durante el análisis, usar solamente reactivos de grado analítico reconocido y agua de clase 2 según la NCh426/2 (CE máxima = 0,5 mS/m a 25°C).

- 3.1 Solución de ácido bórico-indicador
Reactivo 3.5 del método 8.2.1
- 3.2 Aleación Devarda
Disponible en el comercio
- 3.3 Solución estándar de ácido sulfúrico, H₂SO₄, 0,005 mol/L.
Disponible en el comercio

4 Procedimiento

- 4.1 Agregar 5 mL de solución de ácido bórico-indicador (3.1) a un matraz erlenmeyer de 50 mL, marcado a los 20 mL, y colocarlo bajo del condensador del destilador por arrastre de vapor (2.1), de manera que el extremo del condensador quede bajo la superficie de la solución.
- 4.2 Al matraz de destilación con el extracto de KCl remanente de la determinación de N-NH₄ según el Método 8.2.1, punto 4.11, se le agregan 0,2 g de aleación Devarda (3.2) a través de un embudo de vástago lo suficientemente largo para alcanzar el bulbo del matraz.

- 4.3 Conectar el matraz al destilador y destilar.
- 4.4 Cuando el destilado alcance la marca de 20 mL en el matraz receptor detener la destilación y lavar el extremo del condensador.
- 4.5 Titular con H_2SO_4 0,005 mol/L (3.3) hasta que el color cambie de verde a un rosado permanente.

Nota 1

Alternativamente puede usarse un titulador automático fijando el punto final a pH 4,60.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de nitrógeno nítrico (N-NO_3) en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$\text{N-NO}_3 \text{ (mg/kg)} = \frac{(a-b) \times M}{v} \times 140.000$$

donde:

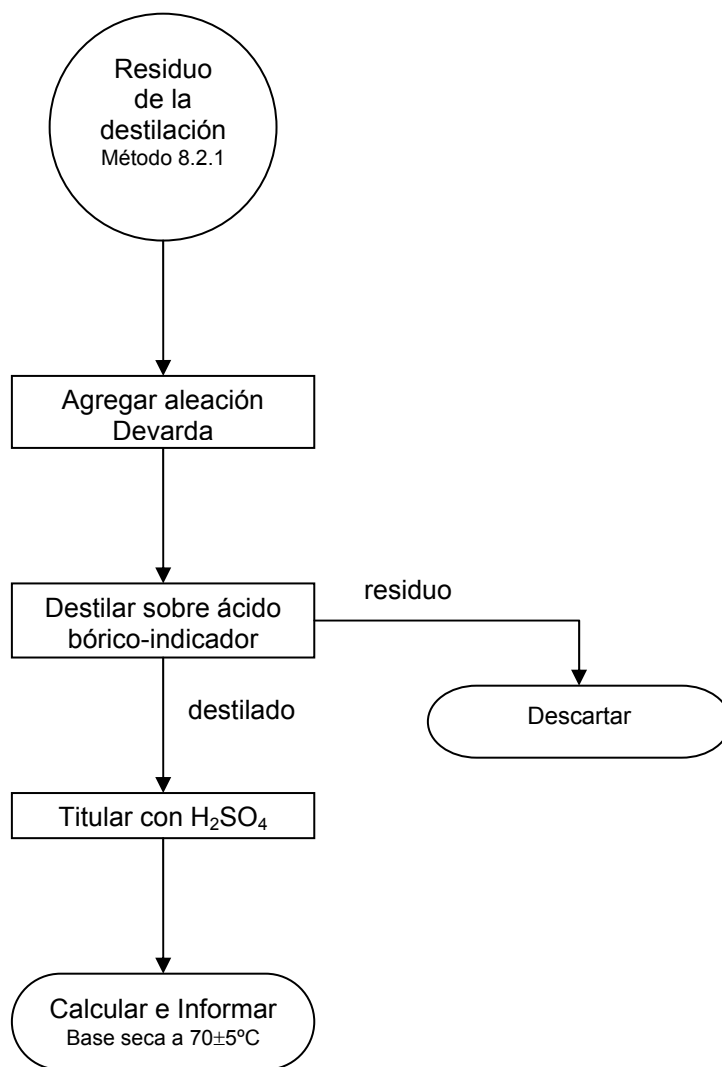
- | | | |
|---|---|---|
| a | = | volumen, en mL, de solución estándar de H_2SO_4 gastada en titular la muestra |
| b | = | volumen promedio, en mL, de solución estándar de H_2SO_4 gastada en titular los blancos |
| M | = | concentración, en mol/L, de la solución estándar de H_2SO_4 |
| v | = | volumen, en mL, de alícuota (Método 8.2.1, punto 4.8) |

6 Informe

- 6.1 Informar el resultado (5.1) en mg/kg sin decimales como:
 - Nitrógeno nítrico, en base a muestra seca a $70\pm 5^\circ\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar el método utilizado

7 Bibliografía

- 7.1 Mulvaney, R.L. 1996. Nitrogen-inorganic forms. p.1123-1184. *In*: Sparks, D.L. *et al.* (eds.) Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Soil Science Society of America Book Series N° 5. Soil Science Society of America, Inc, American Society of Agronomy, Inc, Madison, Wisconsin, USA. 1390 p.
- 7.2 NCh426/2. 1997. Agua grado reactivo para análisis - Especificaciones - Parte 2: Análisis físico-químico y microbiológico de agua potable, aguas crudas y aguas residuales. Instituto Nacional de Normalización, Santiago, Chile, 6 p.
- 7.3 Sadzawka R., A. 1990. Métodos de análisis de suelos. Serie La Platina N°16, Instituto de Investigaciones Agropecuarias, Santiago, Chile, 130 p.
- 7.4 TMECC Method 04.02. 2002. Nitrogen. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 8.3.1-1.** Diagrama de flujo del Método 8.3.1.

9 DIGESTIÓN

9.1 Ácido nítrico-ácido clorhídrico-agua oxigenada

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca y molida se digiere con $\text{HNO}_3\text{-HCl-H}_2\text{O}_2$. En el digerido se pueden determinar las concentraciones de Ag, Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V y Zn.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Digestor de tubos.
- 2.2 Tubos de digestión de vidrio de 250 mL de capacidad, con embudos pequeños invertidos para permitir el reflujo.
- 2.3 Discos filtro de tamaño de poro $< 25 \mu\text{m}$

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo que debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima $0,06 - 0,1 \mu\text{S/cm}$ ($0,006 - 0,01 \text{ mS/m}$)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 , 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 1:1.
Mezclar cuidadosamente 50 mL de HNO_3 100% (3.1) con 50 mL de agua.
- 3.3 Ácido clorhídrico, HCl 32%, densidad 1,15 kg/L.
- 3.4 Agua oxigenada (peróxido de hidrógeno), H_2O_2 30%, densidad 1,11 kg/L.

4 Procedimiento

- 4.1 En un tubo de digestión (2.2), pesar 1-3 g (exactitud 0,01g) de muestra seca a 36-40°C y molida (Método 1.4.1 punto 3.2).
Incluir 1 blanco y 1 blanco fortificado (10 ng/L o 1 mg/L de metales para espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito o de llama respectivamente). Por cada 10 muestras incluir 1 duplicado, 1 matriz fortificada y 1 duplicado de la matriz fortificada (ver Método 10.1).
- 4.2 Agregar 10 mL de HNO_3 1:1 (3.2) y mezclar bien.

- 4.3 Digerir a reflujo a 95°C durante 15 min sin hervir. Enfriar.
- 4.4 Agregar 5 mL de HNO₃ 100% (3.1)
- 4.5 Digerir a reflujo a 95°C durante 30 min sin hervir.
- 4.6 Agregar 3 mL de HCl 32% (3.3) y continuar calentando por 1 hora o el tiempo necesario para reducir el volumen total a alrededor de 10 mL.
- 4.7 Enfriar hasta alrededor de 80°C, agregar **muy lentamente** 3 mL de H₂O₂ (3.4) y continuar calentando hasta el cese de la efervescencia.

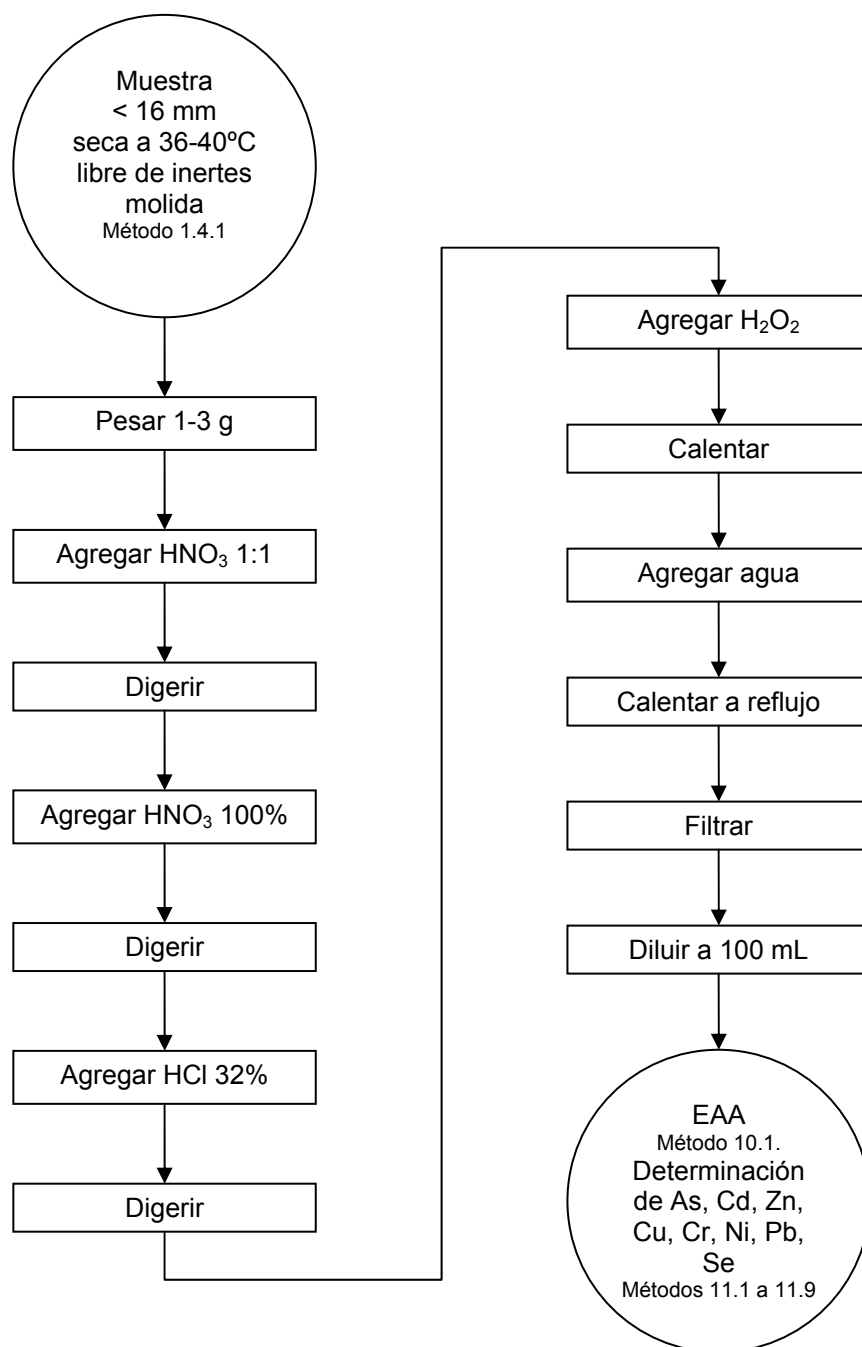
Nota 1

Si la efervescencia es muy vigorosa, continuar agregando **muy lentamente** incrementos de 1 mL de H₂O₂ (3.4), sin sobrepasar una adición total de 10 mL, y calentando hasta que la efervescencia sea mínima o hasta que la apariencia general de la muestra no cambie.

- 4.8 Agregar 10 mL de agua y calentar a reflujo a 95°C por 15 min.
- 4.9 Enfriar y lavar las paredes del tubo con agua.
- 4.10 Filtrar y enrasar con agua a 100 mL
- 4.11 En el filtrado se pueden determinar las concentraciones de Ag, Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V y Zn:

5 Bibliografía

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

**Figura 9.1-1.** Diagrama de flujo del Método 9.1.

9 DIGESTIÓN

9.2 Ácido nítrico asistido con microondas

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra seca y molida se digiere con HNO_3 usando una unidad de microondas. En el digerido se pueden determinar las concentraciones de: Ag, Al, As, B, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sb, Se, Sr, Ti, V y Zn
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

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

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo que debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima $0,06 - 0,1 \mu\text{S/cm}$ ($0,006 - 0,01 \text{ mS/m}$)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 , 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido clorhídrico, HCl , 30-37%.

4 Procedimiento

- 4.1 Calibrar el digestor de microondas, siguiendo las instrucciones del fabricante, con el método de calibración de 3 puntos o de múltiples puntos, dependiendo de si la

unidad tiene o no una relación lineal exacta y precisa entre la potencia indicada y la potencia absorbida (EPA, 1994; TMECC, 2002).

4.2 Limpiar los vasos de digestión según:

- tratar con ácido clorhídrico 1:1 caliente ($> 80^{\circ}\text{C}$ pero sin hervir) por un mínimo de 2 h,
- tratar con ácido nítrico 1:1 caliente ($> 80^{\circ}\text{C}$ pero sin hervir) por un mínimo de 2 h,
- lavar con agua,
- secar en un ambiente limpio.

4.3 Lavar todo el material de plástico que tenga contacto con las muestras con ácidos diluidos (alrededor del 10%) apropiados para los plásticos específicos, lavar con agua y secar en un ambiente limpio.

Nota 1

Es recomendable mantener separados los materiales usados para niveles bajos de metales de aquellos usados para niveles altos.

4.4 Colocar 0,1 a 0,25 g (exactitud 0,001 g) de muestra seca al aire y molida (Método 1.4.1, punto 3.2) en el vaso de digestión

Incluir 1 blanco y 1 blanco fortificado (10 ng/L o 1 mg/L de metales para espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito o de llama respectivamente). Por cada 10 muestras incluir 1 duplicado, 1 matriz fortificada y 1 duplicado de la matriz fortificada (ver Método 10.1).

4.5 Agregar 10 mL (exactitud 0,1 mL) de HNO_3 (3.1) bajo campana y esperar hasta que cese la reacción.

4.6 Tapar el vaso y conectar el vaso de rebalse según las instrucciones del fabricante.

4.7 Pesar los vasos de digestión con exactitud 0,001 g.

4.8 Colocar en el plato giratorio del microondas.

Nota 2

Debe completarse la capacidad del microondas. Si el número de vasos es inferior al recomendado, completar con vasos con 100 mL de HNO_3 , que además sirven de blancos analíticos.

4.9 Irradiar con la potencia suficiente para que la temperatura de cada muestra suba a 175°C en menos de 5,5 min y permanezca entre 170 y 180°C durante 4,5 min.

4.10 Dejar enfriar por un mínimo de 5 min y sacar los vasos del equipo.

4.11 Cuando los vasos alcancen la temperatura ambiente (aprox. 23°C) pesar con una exactitud de 0,001 g. Si la masa ha disminuido más de un 10%, lo que indica pérdida de material, corregir el problema y repetir desde el punto 4.4.

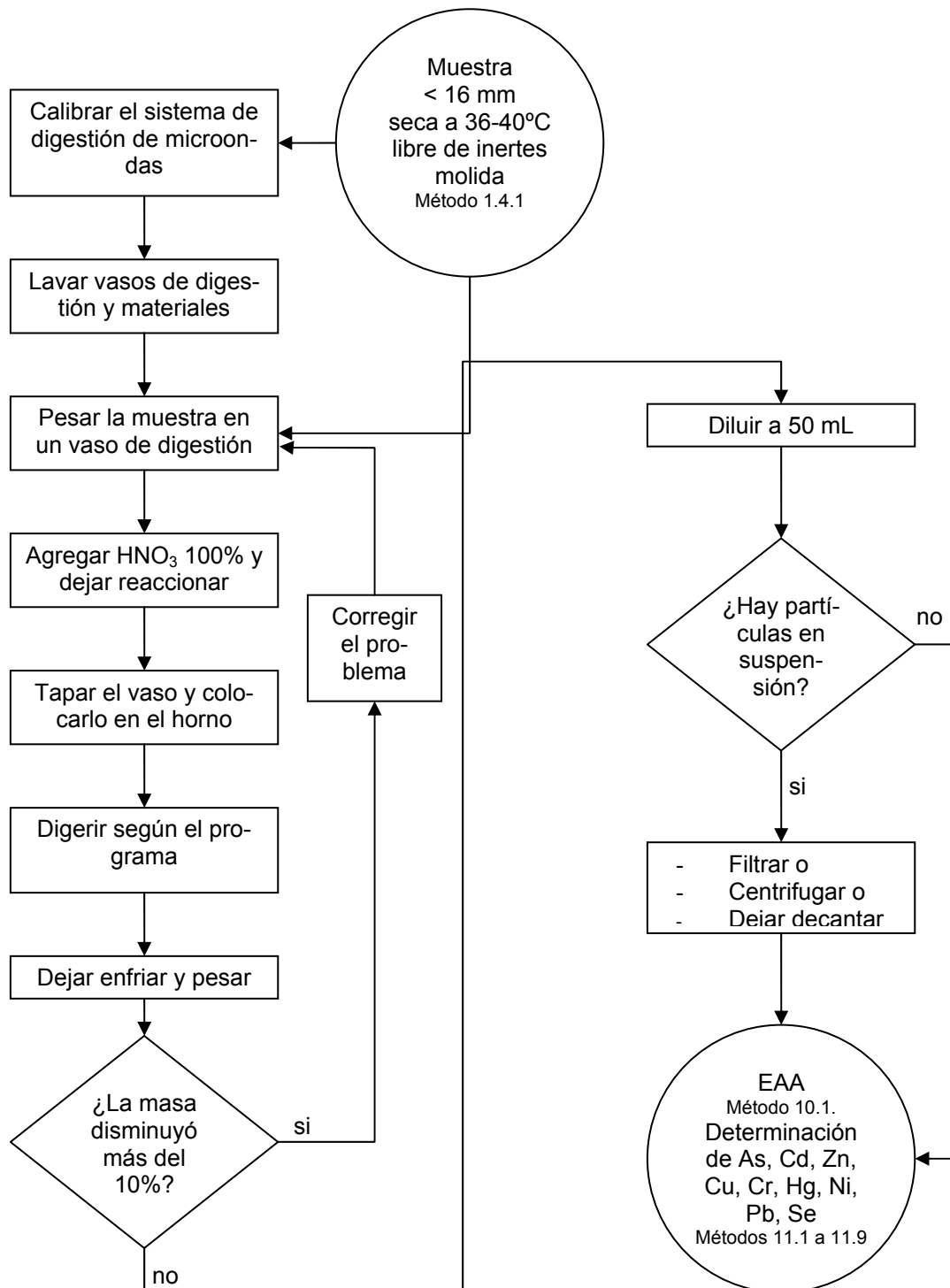
4.12 Cuidadosamente destapar los vasos bajo campana, transferir a un matraz aforado de polietileno de 50 mL, lavado con ácido, y diluir con agua. Si el digerido contiene material en suspensión proceder según las siguientes alternativas:

- Centrifugar a 2000-3000 rpm por 10 min, o
- Dejar decantar durante la noche, o
- Filtrar usando un filtro fino y un aparato de filtración prelavado con HNO_3 .

4.13 En el digerido se pueden determinar las concentraciones de Ag, Al, As, B, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sb, Se, Sr, Ti, V y Zn.

5 Bibliografía

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

**Figura 9.2-1.** Diagrama de flujo del Método 9.2.

10 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (EAA)

10.1 General

1 Principio y alcance

- 1.1 En la espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama (aspiración directa) la muestra se aspira y atomiza en una llama. Un rayo de luz proveniente de una lámpara de cátodo hueco, o de una lámpara de descarga, se dirige a través de la llama a un monocromador y a un detector que mide la cantidad de luz absorbida. La absorción depende de la presencia de los átomos libres en la llama. Debido a que la longitud de onda del rayo de luz es característica del metal que se está determinando, la luz absorbida por la llama es una medida de la concentración del metal en la muestra. En la técnica del horno de grafito el principio es esencialmente el mismo, excepto que usa un horno, en lugar de la llama, para atomizar la muestra.
- 1.2 La técnica es simple, rápida y aplicable a un gran número de metales. Pero, aunque se han informado métodos para el análisis de sólidos, está generalmente limitada a metales en solución. Por lo tanto, para el análisis de compost, es requisito previo la digestión de la muestra.
- 1.3 Los límites de detección, la sensibilidad y los rangos óptimos de los metales varían con las matrices y con los modelos de los espectrofotómetros de absorción atómica. Los límites de detección pueden disminuirse usando la técnica del horno de grafito o aumentarse usando una longitud de onda menos sensible o por rotación del mechero. Los límites de detección deben establecerse empíricamente para cada tipo de matriz analizada. Cuando se usa la técnica del horno de grafito se debe asegurar la validez de los datos examinando las interferencias en cada matriz y, si se detectan, tratarlas con diluciones sucesivas, modificación de la matriz o con el método de adiciones de estándares.
- 1.4 Cuando la EAA de aspiración directa no proporciona una sensibilidad adecuada, pueden usarse, además del horno de grafito, procedimientos especiales como el método de la generación de hidruros para As y Se y la técnica del vapor frío para Hg.

2 Interferencias

2.1 Aspiración directa

2.1.1 Interferencia química.

Es la más común y se produce cuando el metal de interés se encuentra en combinación molecular con otros átomos y la llama no tiene el calor suficiente como para disociar la molécula. Es el caso de la interferencia de fosfato en las determinaciones de Mg, Ca y Ba. Se elimina con la adición de lantano.

También pueden usarse agentes complejantes para eliminar o reducir los átomos o compuestos que interfieren en el análisis de un metal específico.

2.1.2 Interferencia por absorción no atómica

Se debe a la presencia de altas concentraciones de sólidos disueltos en la muestra y se detecta haciendo la medida con una radiación a la que no absorba el metal. Si hay interferencia, deben eliminarse los sólidos.

2.1.3 Interferencia de ionización

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

2.1.4 Interferencia espectral

Ocurre cuando la longitud de onda absorbente de un elemento, presente en la muestra pero distinto al de interés, cae en el ancho de la línea de absorción del elemento de interés, causando una sobreestimación de la concentración del metal. Puede ocurrir un problema similar cuando una impureza metálica en la lámpara de cátodo o en la lámpara multielemental se encuentra también en la solución y cae en el ancho de banda permitido por el slit. Puede solucionarse el problema reduciendo el slit.

2.1.5 Interferencia por viscosidad.

Las soluciones de las muestras y de los estándares deben monitorearse para detectar diferencias en la viscosidad que puedan alterar la velocidad de aspiración.

2.1.6 Interferencia por inestabilidad de los metales

Los metales no son igualmente estables en el digerido, especialmente si contiene solamente ácido nítrico. Por lo tanto, debe realizarse el análisis tan pronto como sea posible, especialmente en el caso de Sn, Sb, Mo, Ba y Ag.

2.2 Horno de grafito.

2.2.1 Interferencia química o de matriz.

Aunque el problema de la formación de óxidos está fuertemente reducido debido a que la atomización ocurre en una atmósfera inerte, esta técnica aún está sujeta a interferencia química, especialmente dependiendo de la composición de la matriz. Para detectar interferencias químicas o de matriz se puede usar la prueba de la dilución (5.5.2). Las muestras que indican interferencias pueden tratarse de una o varias de las siguientes maneras:

2.2.1.1 Diluir sucesivamente y reanalizar las muestras para eliminar la formación de óxidos o compuestos.

2.2.1.2 Modificar la matriz de la muestra ya sea eliminando los contaminantes y/o estabilizando el metal. Por ejemplo, adición de nitrato de amonio para eliminar los cloruros alcalinos, adición de fosfato de amonio para reaccionar con el cadmio, mezclar hidrógeno con el gas inerte de purga como agente reductor y ayudante en la disociación molecular.

- 2.2.1.3 Analizar las muestras por el método de las adiciones de estándares (5.7), considerando las precauciones y limitaciones de su uso.
- 2.2.2 Los gases generados en el horno durante la atomización pueden tener bandas de absorción molecular que rodean la longitud de onda analítica. Cuando esto ocurre usar ya sea corrección de fondo o una longitud de onda alternativa. La corrección de fondo también puede compensar la interferencia por bandas anchas de absorción no específica.
- 2.2.3 La corrección continua de fondo no siempre puede corregir todos los tipos de interferencias de fondo. Cuando esto ocurre, remover químicamente el analito o usar una forma alternativa de corrección de fondo, como la corrección de fondo Zeeman.
- 2.2.4 Algunas matrices producen humo que puede interferir con el análisis. Para reducir este problema, aumentar el tiempo y la temperatura de carbonización o utilizar un ciclo de calcinación en presencia de aire. Especial cuidado se debe tener para evitar la pérdida de analito.
- 2.2.5 Las muestras que contienen grandes cantidades de materiales orgánicos deben oxidarse, por digestión ácida convencional, antes de colocarlas en el horno. Así, se minimizan las bandas anchas de absorción.
- 2.2.6 Preferir el ácido nítrico en la digestión y solubilización. Si, además, se requiere otro ácido, usar una cantidad mínima. Esto se aplica especialmente al ácido clorhídrico y, en una menor extensión, a los ácidos sulfúrico y fosfórico. Los aniones de estos ácidos interfieren más en el análisis que el ácido nítrico.
- 2.2.7 Los metales pueden formar carburo en el horno (ej. Mo). Cuando esto ocurre, el metal se libera muy lentamente. El Mo puede requerir un tiempo de atomización de 30 segundos o más antes de que la señal regrese a la línea base. La formación de carburo se reduce fuertemente y la sensibilidad aumenta con el uso de grafito pirolíticamente recubierto.
- 2.2.8 La contaminación y la contaminación cruzada de la muestra son las principales fuentes de error debido a las sensibilidades extremas que se alcanzan con el horno. Por lo tanto, debe considerarse:
- Mantener escrupulosamente limpia el área de preparación de las muestras,
 - Limpiar todo el material de vidrio según se describe más adelante en 3.8,
 - Lavar las puntas de pipeta con ácido nítrico 1:5, agua potable y agua destilada
 - Prestar especial atención a los blancos, tanto en el análisis como en la corrección de los resultados
 - Si el grafito pirolítico se contamina, quemarlo a alta temperatura antes del uso. Puede requerir cinco a diez ciclos de limpieza.

3 Equipos y materiales especiales

3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica

Instrumento de uno o dos canales, mono o doble haz, con un monocromador reticular, detector fotomultiplicador, slit ajustable, rango de longitud de onda de 190 a 800 nm, computador o interfase gráfica

3.2 Mecheros

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

3.3 Lámparas

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

3.4 Horno de grafito

Puede usarse cualquier horno capaz de alcanzar la temperatura especificada.

3.5 Visualizador gráfico y registrador

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

3.6 Pipetas

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

3.7 Válvulas reductoras de presión

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

3.8 Materiales

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

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

4 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todos los reactivos deben analizarse para demostrar que no contienen el analito de interés sobre el *límite de detección del método*.

Nota 1

Límite de detección del método es la mínima concentración de un analito que se puede medir e informar como mayor que cero con un 99% de confianza. Corresponde a la desviación estándar de 3 a 10 repeticiones multiplicada por el correspondiente estadístico t -99% de una cola.

4.1 Agua reactivo

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

4.2 Ácido nítrico, HNO_3 , certificado para absorción atómica.

Preparar una dilución 1:1 agregando el ácido sobre igual volumen de agua. El ácido puede usarse si el blanco del método no contiene el analito de interés sobre el límite de detección del método.

4.3 Ácido clorhídrico, HCl , certificado para absorción atómica.

Preparar una dilución 1:1 agregando el ácido sobre igual volumen de agua. El ácido puede usarse si el *blanco del método* no contiene el analito de interés sobre el límite de detección del método.

Nota 2

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

4.4 Combustible y oxidantes

Acetileno y óxido nitroso (requerido para ciertos análisis) de alta pureza. El aire puede suministrarse desde una línea de aire comprimido, un compresor o un cilindro de aire comprimido. Es recomendable colocar un filtro en la línea para eliminar las partículas.

4.5 Soluciones estándares.

Disponibles en el comercio.

5 Control de la calidad

5.1 Todos los datos de control de la calidad deben mantenerse y estar disponibles para una fácil referencia e inspección.

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

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

Nota 3

Muestra de control del laboratorio es una matriz conocida fortalecida con compuesto(s) representativos del o los analitos de interés y que se somete al procedimiento completo de preparación y análisis. Se usa para documentar el funcionamiento del laboratorio.

- 5.4 En cada tanda de muestras procesadas debe incluirse el menos una *matriz fortalecida* y un *duplicado de la matriz fortalecida* (Nota 4). Estas muestras se deben fortalecer con cada analito de interés en concentraciones entre el estándar más bajo y el medio. El criterio de aceptación se deriva de los análisis históricos del laboratorio. En ausencia de éstos, se considera $\pm 20\%$ del valor fortalecido. Después de la obtención de los datos históricos, $\pm 20\%$ debe ser aún el límite máximo de desviación para expresar aceptabilidad. Si el sesgo y la precisión están fuera de los límites de control del laboratorio, o si la recuperación es menor que 80% o mayor que 120%, o si la diferencia relativa es mayor que 20%, debe realizarse una de las pruebas de interferencia (5.5).

Nota 4

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

Duplicados de la matriz fortalecida son alícuotas de muestras intralaboratorio fortalecidas, antes de la preparación y análisis, con concentraciones idénticas del o los analitos de interés. Se usan para documentar la precisión y el sesgo de un método en una matriz dada.

5.5 Pruebas de interferencia**5.5.1 Prueba de recuperación (fortalecimiento después de la digestión).**

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

5.5.2 Prueba de dilución.

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

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

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

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

5.7 Método de las adiciones de estándares.

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

5.7.1 Método de adición única de estándar.

Es la versión más simple y consiste en:

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

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

donde:

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

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

Nota 5

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

5.7.2 Método de adiciones múltiples de estándares.

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

- Calcular los volúmenes de solución estándar de analito que debe agregarse a la muestra para que la absorbancia sea aproximadamente del 50%, 100% y 150% de la absorbancia esperada del analito en la muestra,
- Tomar cuatro alícuotas de volúmenes idénticos de solución de la muestra,
- A tres alícuotas agregar el volumen calculado de la serie de estándares,

- Diluir las cuatro alícuotas al mismo volumen con agua,
- Leer la absorbancia de cada solución,
- Graficar las absorbancias sobre el eje vertical de un gráfico y las concentraciones de los estándares conocidos sobre el eje horizontal,
- Extrapolar a cero la línea resultante,
- Leer en el punto de intersección de la absisa la concentración del analito en la muestra (Figura 10.1-1).

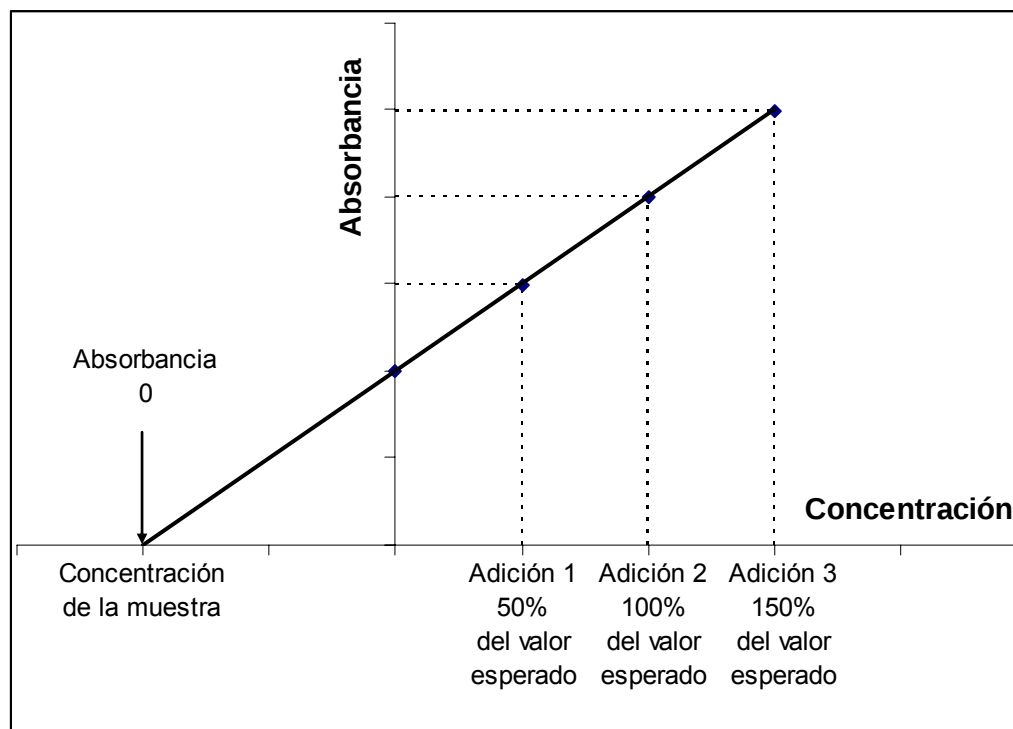


Figura 10.1-1. Gráfico de adición de estándares

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

- La concentración aparente de la curva de calibración debe ser lineal y con un coeficiente de determinación $R^2 \geq 0,99$, en el rango de concentración utilizado.
- La pendiente de la curva del método de adiciones de estándares no debe diferir en más de un 20% de la pendiente de la curva estándar.
- El efecto de la interferencia no debe variar cuando la relación entre la concentración de analito y la matriz de la muestra cambia, y la adición de estándar debe responder en forma similar a la de la concentración del analito.
- La determinación debe estar libre de interferencias espectrales y corregida de interferencias de fondo no específicas.

6 Calibración

6.1 Estándares para la calibración.

6.1.1 Preparar una curva de calibración de al menos un blanco y tres estándares que cubran el rango lineal de la curva, usualmente de 0,0 a 0,7 unidades de absorbancia para aquellos instrumentos que no informan en unidades de concentración.

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

6.1.3 Los estándares de calibración deben prepararse cada vez que el análisis de un *estándar de verificación de la calibración* (Nota 6) indique una variación mayor a $\pm 10\%$ del valor real.

Nota 6

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

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

6.3 Graficar la curva de calibración. Debe ser lineal y con un coeficiente de determinación $R^2 \geq 0,99$.

6.4 En el análisis de trazas, es recomendable que el estándar de calibración menor corresponda al *límite de cuantificación estimado* (Nota 7) del laboratorio.

Nota 7

Límite de cuantificación estimado es la menor concentración que puede determinarse con precisión y exactitud especificadas, durante las condiciones de operación rutinaria del laboratorio. Generalmente, corresponde a 5 a 10 veces el *límite de detección del método* (Nota 1).

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

7 Procedimiento

7.1 Digestión

Las muestras de compost siempre requieren una digestión previa para ser analizadas por EAA (Métodos 9.1 o 9.2).

7.2 Aspiración directa

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

- Una vez elegida la lámpara a usar, dejarla calentar por un mínimo de 15 min, a menos que se use un modelo doble haz,
- Mientras, alinear el equipo, seleccionar la longitud de onda y el ancho del slit,

- Encender la llama y regular el flujo del acetileno y del oxidante,
- Ajustar el mechero y el flujo del nebulizador hasta obtener absorción y estabilidad máximas,
- Leer una serie de estándares del elemento a analizar y construir la curva de calibración o colocar las concentraciones correspondientes,
- Aspirar la muestra y determinar la concentración ya sea directamente o de la curva de calibración.

7.3 Horno de grafito

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

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

8 Cálculos

8.1 Calcular la concentración de metal en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a 70 ± 5 °C, según:

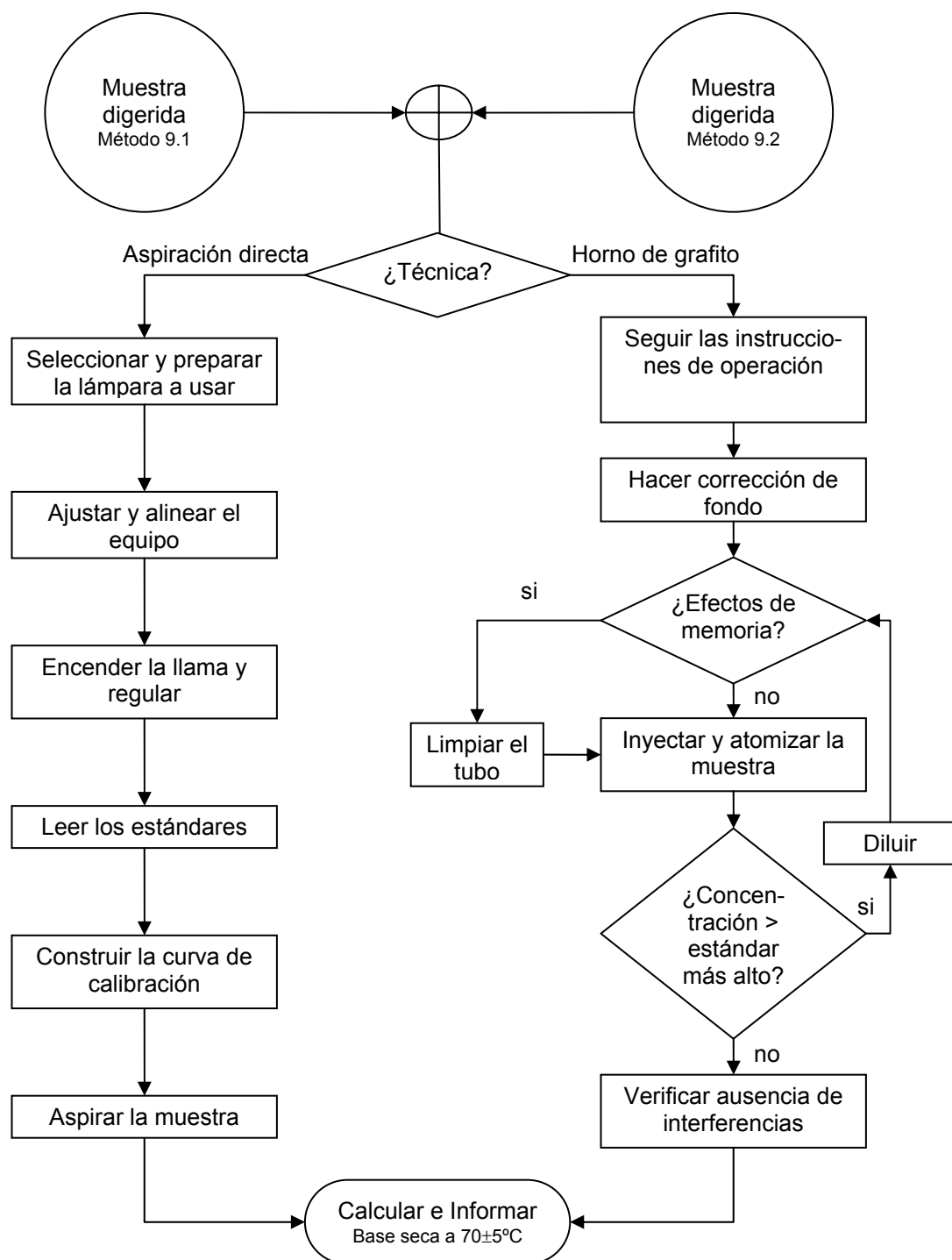
$$M(\text{mg/kg}) = \frac{c \times d \times v}{m \times (ST/100)}$$

donde:

M	=	concentración de metal en la muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$
c	=	concentración, en mg/L, de metal en la muestra digerida
d	=	factor de dilución, si corresponde
v	=	volumen, en mL, final del digerido
m	=	masa, en g, de la muestra usada en la digestión
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda, de la muestra usada en la digestión (Método 2.1, punto 4.1).

9 Bibliografía

- 9.1 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 9.2 EPA. Method 7000B. 1998. Flame atomic absorption spectrophotometry. Revision 2. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 9.3 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 9.4 TMECC Method 04.13. 2001. Atomic absorption spectrometry. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 10.1-2.** Diagrama de flujo del Método 10.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.1 Arsénico

11.1.1 EAA previa generación de hidruros

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de arsénico por EAA previa generación de hidruros.
- 1.2 Este método es adecuado para digeridos de compost que no contienen altas concentraciones de Ag, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni y Pb.

2 Interferencias

- 2.1 Concentraciones > 0,1 mg/L de Ag, o > 1 mg/L de Cu, Ni y Pb pueden causar interferencias.
- 2.2 El ácido nítrico debe eliminarse totalmente por calentamiento porque trazas de ácido nítrico remanente pueden causar interferencias.
- 2.3 El arsénico elemental y muchos de sus compuestos son volátiles, por lo que ciertas muestras pueden sufrir pérdidas durante la preparación.

3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con un sistema de atomizador para la reacción de hidruro y los parámetros generales:
 - Lámpara de arsénico
 - Longitud de onda: 193,7 nm
 - Combustible: acetileno
 - Oxidante: aire
 - Corrección de fondo: requerida.
- 3.2 Frasco Berzelius de 200 mL (APHA, 1998).
- 3.3 Pipeta regulable capaz de entregar exacta y reproduciblemente volúmenes de 0,5 a 3,0 mL.

4 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193

- (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).
- 4.1 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 96%, densidad = 1.84 kg/L.
 - 4.2 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 1,25 mol/L.
Agregar cuidadosamente 35 mL de ácido sulfúrico 96% (4.1) a alrededor de 400 mL de agua. Enfriar y diluir a 500 mL.
 - 4.3 Solución de persulfato de potasio, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, 5%
Disolver 25 g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ en agua y diluir a 500 mL. Preparar semanalmente y almacenar en vidrio y refrigerada.
 - 4.4 Ácido cacodílico, $\text{C}_2\text{H}_6\text{AsNaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.
 - 4.5 Ácido clorhídrico, HCl , concentrado.
 - 4.6 Solución pre-reductora.
 - 4.6.1 Disolver 10 g de yoduro de sodio, NaI , en 100 mL de agua. Preparar diariamente.
 - 4.6.2 Disolver 11 g de yoduro de potasio, KI , en 100 mL de agua. Preparar diariamente.
 - 4.7 Argón o nitrógeno.
 - 4.8 Solución de hidróxido de sodio, NaOH , 0,1 mol/L.
Disolver 4 g de NaOH en agua y diluir a 1 L
 - 4.9 Solución de borohidruro de sodio.
Disolver 8 g de NaBH_4 en 200 mL de solución de NaOH 0,1 mol/L (4.8)
 - 4.10 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
 - 4.11 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (4.10) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
 - 4.12 Solución estándar de 1000 mg/L de As.
Disponible en el comercio
 - 4.13 Solución estándar de 10 mg/L de As.
A un matraz aforado de 1000 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de As (4.12),
 - 15 mL de ácido nítrico 10% (4.11),
 - agua hasta enrasar.
 - 4.14 Solución estándar de 0,5 mg/L de As.
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
 - 5 mL de la solución estándar de 10 mg/L de As (4.13),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (4.11),
 - agua hasta enrasar.Preparar diariamente.
 - 4.15 Serie de estándares de As.
A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:
 - 0-1-2-3-4-5 mL de la solución estándar de 0,5 mg/L de As (4.14),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (4.11),
 - enrasar con agua.Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 $\mu\text{g}/\text{L}$ de As.
Preparar diariamente.

5 Procedimiento

- 5.1 Transferir 25 mL de digerido proveniente del Método 9.1, punto 4.10, o del Método 9.2, punto 4.13, y de la serie de estándares (4.15) a frascos Berzelius (3.2). Incluir 1 blanco y 1 blanco fortificado. En cada tanda o cada 10 muestras incluir un duplicado, una matriz fortificada y un duplicado de la matriz fortificada (ver Método 10.1).
- 5.2 Agregar 1 mL de ácido sulfúrico 1,25 mol/L (4.2).
- 5.3 Agregar 5 mL de solución de persulfato de potasio 5% (4.3)
- 5.4 Hervir suavemente en una plancha calefactora hasta que el volumen disminuya a alrededor de 10 mL. Evitar que la muestra se seque.
- 5.5 Diluir con agua a 50 mL

Nota 1

Monitorear la recuperación As agregado como ácido cacodílico (4.4). Si esta es pobre, reanalizar usando el doble de la cantidad de persulfato de potasio

- 5.6 Agregar 5 mL de ácido clorhídrico (4.5) y mezclar.
- 5.7 Agregar 5 mL de solución pre-reductora (4.6.1 o 4.6.2). Mezclar y esperar al menos 30 min.
- 5.8 Conectar el frasco Berzelius al tubo de purga de gas, a la entrada de reactivo y a la salida hacia la celda de cuarzo.
- 5.9 Purgar gas (4.7) hasta que se establezca la línea base.
- 5.10 Agregar 0,5 mL de solución de borohidruro de sodio (4.9).
- 5.11 Registrar la lectura máxima a 193,7 nm.
- 5.12 Una vez que la lectura regrese a la línea base, sacar el frasco, lavar el tubo de dispersión con agua y proceder con la siguiente muestra o estándar.

Nota 2

Evitar la inhalación porque la arsina es muy tóxica

6 Cálculos

- 6.1 Dibujar una curva de calibración con la concentración de As, en µg/L, de la serie de estándares (4.15) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 3

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las determinaciones

- 6.2 Calcular la concentración de As en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$\text{As (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 0,1}{m \times \text{ST}}$$

donde:

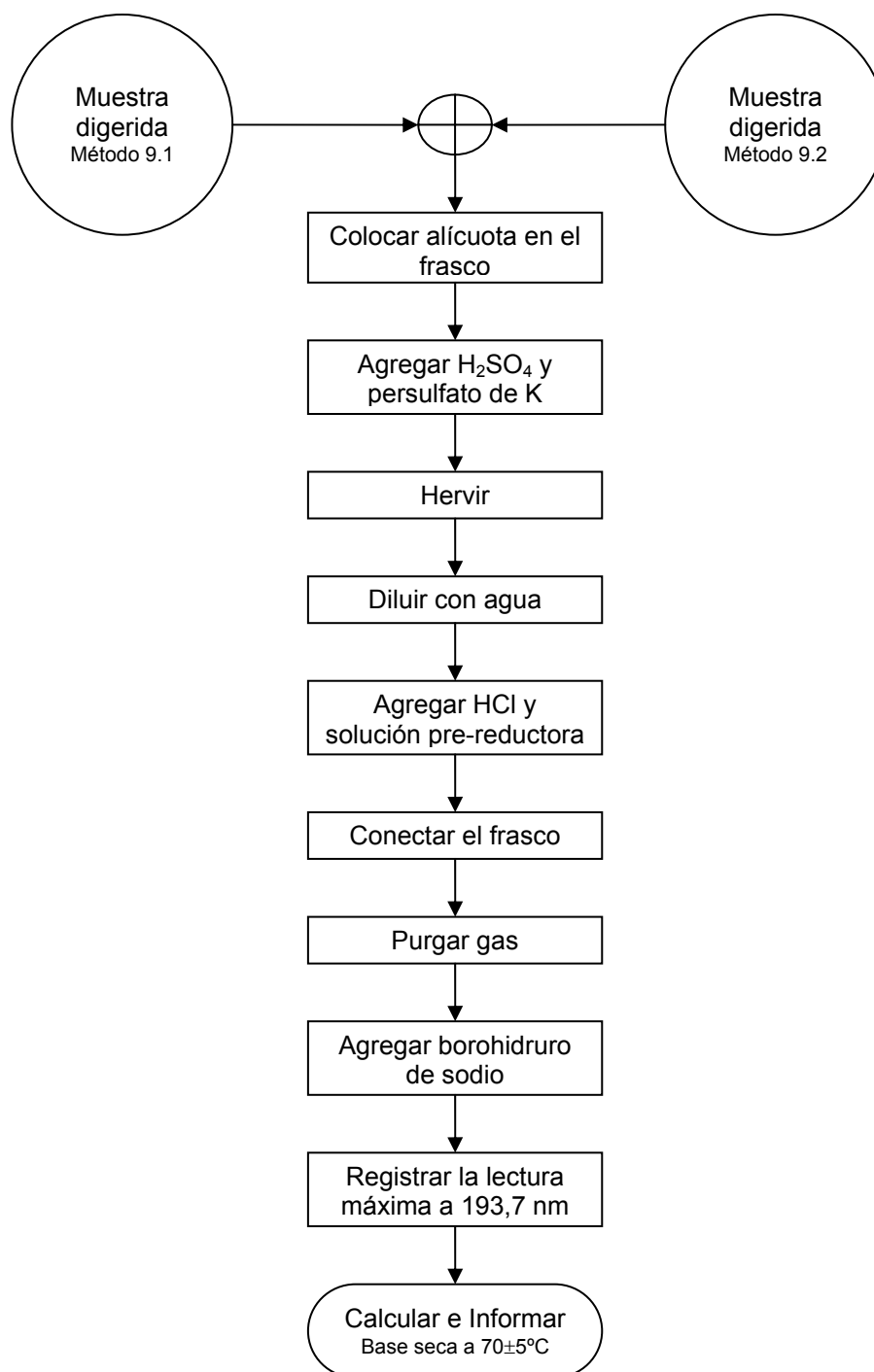
c	=	concentración, en µg/L, de As en el digerido de la muestra
d	=	factor de dilución, si corresponde
v	=	volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2)
m	=	masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión.

7 Informes

- 7.1 Informar el resultado (6.2), en mg/kg sin decimales, como:
 - Arsénico en base a muestra seca a $70 \pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... mg/kg
- 7.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del As.

8 Bibliografía

- 8.1 APHA 3114. 1998. Arsenic and selenium by hydride generation/atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 8.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 8.3 EPA. Method 7061A. 1992. Arsenic (atomic absorption, gaseous hydride). Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 8.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 8.5 TMECC Method 04.06-As. 2001. Arsenic. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 11.1.1-1.** Diagrama de flujo del Método 11.1.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.2 Cadmio

11.2.1 EAA con aspiración directa

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de cadmio por EAA con llama.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara de cadmio
 - Longitud de onda: 228,8 nm
 - Combustible: acetileno
 - Oxidante: aire
 - Corrección de fondo: recomendada

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (4.1) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de 1000 mg/L de Cd
Disponible en el comercio
- 3.4 Solución estándar de 10 mg/L de Cd.
A un matraz aforado de 1000 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Cd (3.3),
 - 15 mL de ácido nítrico 1:10 (3.2),
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Serie de estándares de Cd

A 7 matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-0,5-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Cd (3.4),
- 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
- enrasar con agua

Esta serie de estándares contiene 0-0,05-0,1-0,2-0,5-1,0-2,0 mg/L de Cd.

Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 En el espectrofotómetro de absorción atómica (2.1), calibrado con la serie de estándares (3.5), leer la concentración de Cd en el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2.
- 4.2 Seguir las indicaciones para el control de la calidad dadas en el Método 10.1.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Cd en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

$$\text{Cd (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 100}{m \times \text{ST}}$$

donde:

- | | | |
|----|---|--|
| c | = | concentración, en mg/L, de Cd en el digerido de la muestra |
| d | = | factor de dilución, si corresponde |
| v | = | volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2) |
| m | = | masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2) |
| ST | = | sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión. |

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado en mg/kg con un decimal como:
 - Cadmio en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Cd.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7130. 1992. Cadmium (atomic absorption, direct aspiration). Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Cd. 2001. Cadmium. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

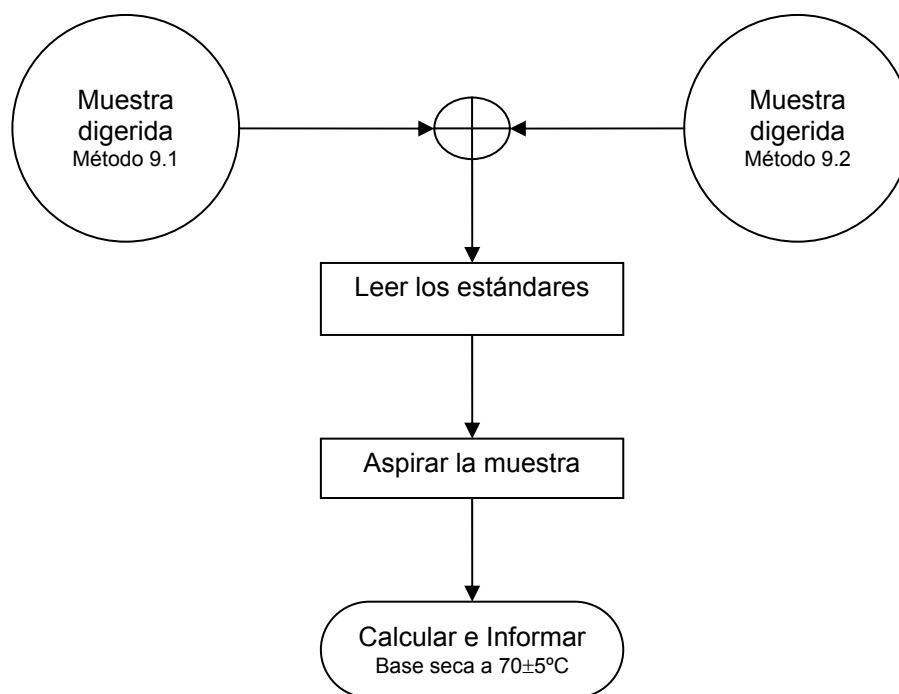


Figura 11.2.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.2.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.3 Cinc

11.3.1 EAA con aspiración directa

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de cinc por EAA con llama.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

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

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (4.1) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de 1000 mg/L de Zn
Disponible en el comercio
- 3.4 Solución estándar de 10 mg/L de Zn.
A un matraz aforado de 1000 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Zn (3.3),
 - 15 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Serie de estándares de Zn

A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Zn (3.4),
- 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
- enrasar con agua

Esta serie de estándares contiene 0-0,1-0,2-0,5-1,0-2,0 mg/L de Zn.

Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 En el espectrofotómetro de absorción atómica (2.1), calibrado con la serie de estándares (3.5), leer la concentración de Zn en el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2.
- 4.2 Seguir las indicaciones para el control de la calidad dadas en el Método 10.1.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Zn en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

$$\text{Zn (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 100}{m \times \text{ST}}$$

donde:

- | | | |
|----|---|--|
| c | = | concentración, en mg/L, de Zn en el digerido de la muestra |
| d | = | factor de dilución, si corresponde |
| v | = | volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2) |
| m | = | masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2) |
| ST | = | sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión. |

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado en mg/kg sin decimales como:
 - Cinc en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Zn.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7130. 1992. Cadmium (atomic absorption, direct aspiration). Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Zn. 2001. Cadmium. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

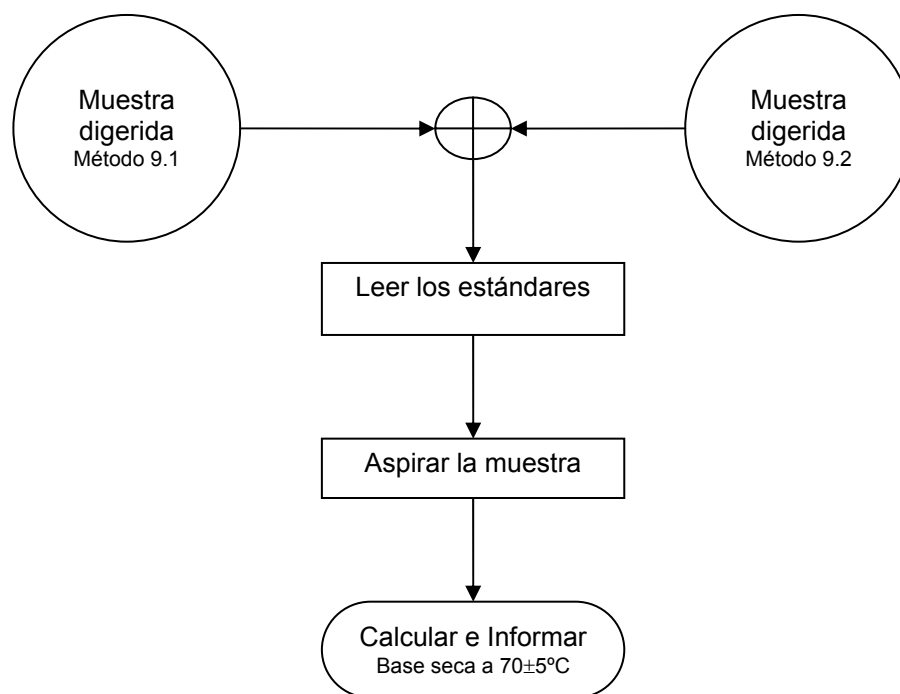


Figura 11.3.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.3.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.4 Cobre

11.4.1 EAA con aspiración directa

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de cobre por EAA con llama.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara de cobre
 - Longitud de onda: 324.7 nm
 - Combustible: acetileno
 - Oxidante: aire
 - Tipo de llama: oxidante
 - Corrección de fondo: recomendada

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 100%, densidad 1,41 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (4.1) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de 1000 mg/L de Cu
Disponible en el comercio
- 3.4 Solución estándar de 100 mg/L de Cu.
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Cu (3.3),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
 - agua hasta enrasar.

3.5 Serie de estándares de Cu

A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-0,5-1-2-5-10 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Cu (3.4),
- 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
- enrasar con agua

Esta serie de estándares contiene 0-0,5-1-2-5-10 mg/L de Cu.

Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 En el espectrofotómetro de absorción atómica (2.1), calibrado con la serie de estándares (3.5), leer la concentración de Cu en el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2.
- 4.2 Seguir las indicaciones para el control de la calidad dadas en el Método 10.1.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Cu en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

$$\text{Cu (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 100}{m \times \text{ST}}$$

donde:

- c = concentración, en mg/L, de Cu en el digerido de la muestra
- d = factor de dilución, si corresponde
- v = volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2)
- m = masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2)
- ST = sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión.

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado en mg/kg sin decimales como:
 - Cobre en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Cu.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7210. 1986. Copper (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Cu. 2001. Copper. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

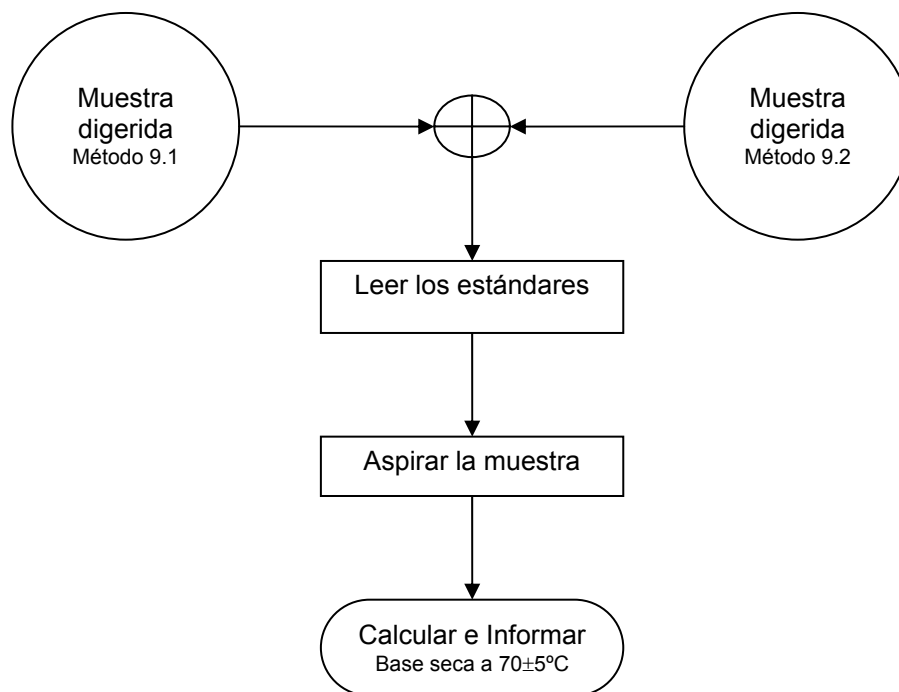


Figura 11.4.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.4.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.5 Cromo

11.5.1 EAA con aspiración directa

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de cromo por EAA con llama.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara de cromo
 - Longitud de onda: 357,9 nm
 - Combustible: acetileno
 - Oxidante: aire
 - Corrección de fondo: recomendada

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (4.1) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de 1000 mg/L de Cr
Disponible en el comercio
- 3.4 Solución estándar de 100 mg/L de Cr.
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Cr (3.3),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Serie de estándares de Cr

A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-0,5-1-2-5-10 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Cr (3.4),
- 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
- enrasar con agua

Esta serie de estándares contiene 0-0,5-1-2-5-10 mg/L de Cr.

Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 En el espectrofotómetro de absorción atómica (2.1), calibrado con la serie de estándares (3.5), leer la concentración de Cr en el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2.
- 4.2 Seguir las indicaciones para el control de la calidad dadas en el Método 10.1.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Cr en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

$$\text{Cr (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 100}{m \times \text{ST}}$$

donde:

- | | | |
|----|---|--|
| c | = | concentración, en mg/L, de Cr en el digerido de la muestra |
| d | = | factor de dilución, si corresponde |
| v | = | volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2) |
| m | = | masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2) |
| ST | = | sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión. |

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado (5.1) en mg/kg sin decimales como:
 - Cromo en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Cr.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7190. 1986. Chromium (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Cr. 2001. Chromium. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

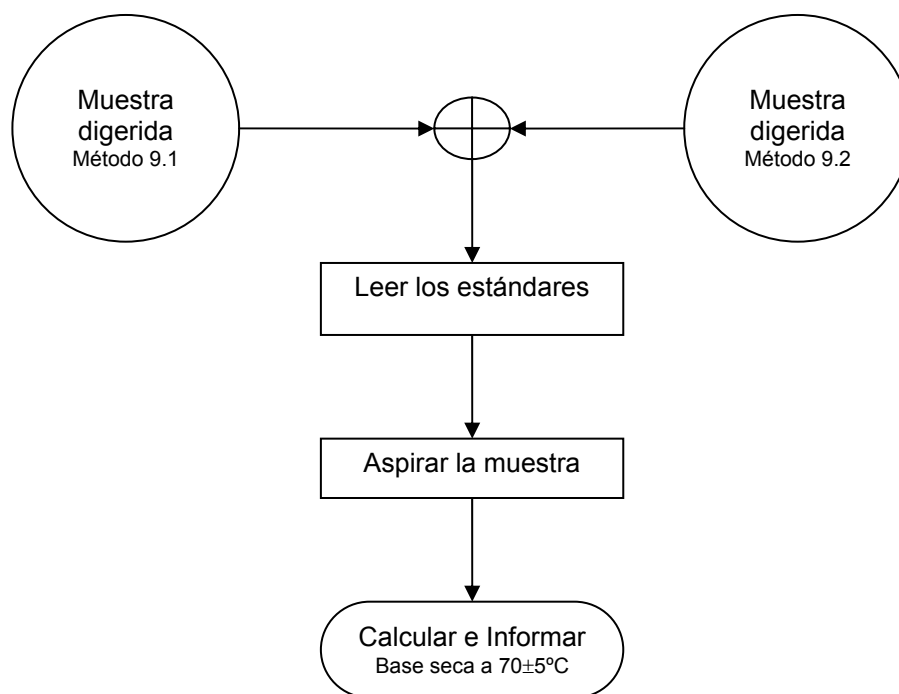


Figura 11.5.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.5.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.6 Mercurio

11.6.1 EAA con la técnica del vapor frío

1 Principio y alcance

- 1.1 El digerido proveniente del Método 9.2, se oxida con permanganato de potasio y persulfato de potasio. Luego, los iones mercurio se reducen con cloruro estanoso a mercurio elemental gaseoso volátil. El vapor de Hg^0 se introduce en el espectrofotómetro de absorción atómica y se registra la señal.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los accesorios diseñados para la medición de mercurio por la técnica del vapor frío y los parámetros generales:
 - Lámpara de mercurio,
 - Celda de absorción con ventanas de cuarzo,
 - Longitud de onda: 253,7 nm.
- 2.2 Bomba para aire o aire comprimido.
- 2.3 Medidor de flujo.
- 2.4 Frascos de reacción o tubos de centrífuga de 50 mL de plástico desechables, con tapones de goma con tres perforaciones para la entrada y salida de aire y la inyección de la solución de Sn^{+2} .
- 2.5 Tubo de secado relleno con $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$.
- 2.6 Baño de agua o plancha calefactora capaz de mantener una temperatura de 90-95°C.

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 96%, densidad = 1.84 kg/L.
- 3.2 Ácido sulfúrico, H_2SO_4 , 0,25 mol/L.
Agregar cuidadosamente 14 mL de ácido sulfúrico 96% (3.1) a alrededor de 800 mL de agua. Enfriar y diluir a 1 L.

- 3.3 Ácido nítrico, HNO_3 , 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.4 Ácido nítrico, HNO_3 , 2%.
- A un matraz aforado de 1 L agregar:
- Alrededor de 750 mL de agua
 - 20 mL de ácido nítrico 100% (3.3) y mezclar
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Ácido clorhídrico, HCl , 30%, densidad 1,15 kg/L.
- 3.6 Solución de permanganato de potasio, KMnO_4 , 5%.
- Disolver 5 g de KMnO_4 en agua y diluir a 100 mL.
- 3.7 Solución de persulfato de potasio, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, 5%.
- Disolver 5 g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ en agua y diluir a 100 mL.
- 3.8 Solución de cloruro de sodio e hidroxilamina.
- 3.8.1 Disolver 6 g de NaCl y 6 g de sulfato de hidroxilamina $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ en agua y diluir a 50 mL, o
- 3.8.2 Disolver 6 g de NaCl y 5 g de cloruro de hidroxilamina $(\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})$ en agua y diluir a 50 mL.
- 3.9 Solución de ión estanoso, Sn^{+2} , 70 g/L.
- 3.9.1 Disolver 11 g de cloruro estanoso, SnCl_2 , (o 13 g de $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en agua que contiene 10 mL de ácido clorhídrico (3.5) y diluir a 100 mL con agua, o
- 3.9.2 Disolver 13 g de sulfato estanoso, SnSO_4 , en agua que contiene 3,5 mL de ácido sulfúrico (3.1) y diluir a 100 mL.
- 3.10 Solución estándar de 1000 mg/L de Hg.
- 3.10.1 Disponible en el comercio
- 3.10.2 A un matraz aforado de 100 mL agregar:
- alrededor de 70 mL de agua,
 - 0,1354 g de cloruro mercurico, HgCl_2 y disolver,
 - 2 mL de ácido nítrico (3.3) y mezclar,
 - agua hasta enrasar.
- 3.11 Solución estándar de 10 mg/L de Hg.
- A un matraz aforado de 500 mL, agregar:
- 5 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Hg (3.10.1 o 3.10.2),
 - ácido nítrico 2% (3.4) hasta enrasar.
- Preparar diariamente.
- 3.12 Solución estándar de 100 $\mu\text{g/L}$ de Hg.
- A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
- 1 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Hg (3.11),
 - ácido nítrico 2% (3.4) hasta enrasar.
- Preparar diariamente.
- 3.13 Serie de estándares de Hg.
- A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 100 $\mu\text{g/L}$ de Hg (3.12),
 - ácido nítrico 2% (3.4) hasta enrasar.
- Esta serie de estándares contiene 0-1-2-5-10-20 $\mu\text{g/L}$ de Hg.
- Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 Transferir 1 mL de la serie de estándares (3.13) a frascos de reacción (2.4) y agregar 4 mL de ácido nítrico 2% (3.4).
- 4.2 Transferir 0,5 mL del digerido proveniente del Método 9.2 a un frasco de reacción (2.4) y agregar 4,5 mL de agua. Incluir 1 blanco y 1 blanco fortificado. En cada tanda o cada 10 muestras incluir 1 duplicado, 1 matriz fortificada y 1 duplicado de la matriz fortificada (ver Método 10.1).

Nota 1

Si se requiere, diluir previamente el digerido agregando ácido nítrico de manera que la concentración final de ácido nítrico sea 20%.

- 4.3 A cada frasco, agregar 0,25 mL de ácido sulfúrico 0,25 mol/L (3.2) y mezclar.
- 4.4 Agregar 0,75 mL de solución de permanganato de potasio 5% (3.6) y mezclar.

Nota 2

Si el color púrpura de las muestras desaparece, agregar porciones adicionales de solución de KMnO_4 (3.6) hasta que el color permanezca por 15 min. Agregar iguales cantidades a los blancos y estándares.

- 4.5 Agregar 0,5 mL de solución de persulfato de potasio 5% (3.7) y mezclar.
- 4.6 Calentar durante 2 h a 95°C en un baño de agua (2.6). Enfriar a temperatura ambiente.
- 4.7 Ajustar las condiciones del espectrofotómetro con los accesorios (2.1) según las instrucciones del fabricante
- 4.8 Continuar con cada frasco individualmente.
- 4.9 Agregar solución de NaCl-hidroxilamina (3.8.1 o 3.8.2) gota a gota agitando vigorosamente hasta desaparición del color por 30 segundos. Normalmente se requieren al menos 3 gotas.
- 4.10 Conectar el frasco al sistema de aireación y agregar 0,25 mL de solución de Sn^{+2} (3.9.1 o 3.9.2).
- 4.11 Sin agitar la muestra, hacer circular el aire. Registrar la absorbancia máxima que se alcanza en pocos segundos.
- 4.12 Una vez que la absorbancia vuelve a la línea base, cambiar el frasco por uno con agua y continuar la aireación por algunos segundos.
- 4.13 Repetir los puntos 4.9 a 4.12 con el frasco siguiente.

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con la concentración de Hg, en $\mu\text{g/L}$, de la serie de estándares (3.13) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 3

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las determinaciones

- 5.2 Calcular la concentración de Hg en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$\text{Hg (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 0,2}{m \times \text{ST}}$$

donde:

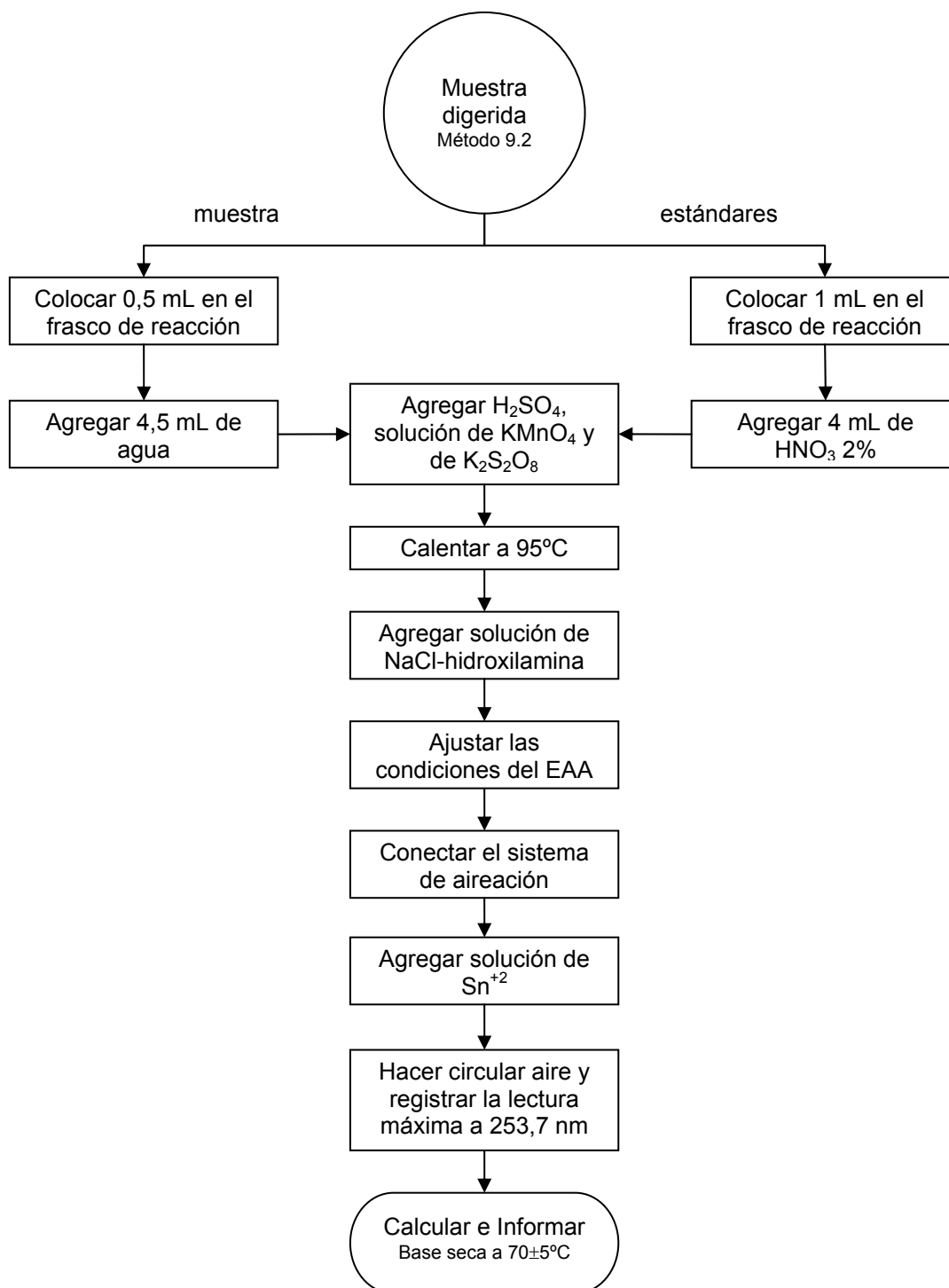
- | | | |
|----|---|--|
| c | = | concentración, en µg/L, de Hg calculada de la curva de calibración |
| d | = | factor de dilución, si corresponde |
| v | = | volumen, en mL, final de digerido (Método 9.2) |
| m | = | masa, en g, de la muestra usada en la digestión (Método 9.2) |
| ST | = | sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión. |

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado (5.2) en mg/kg con un decimal como:
- Mercurio en base a muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Hg.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7470. 1994. Mercury in liquid waste (manual cold-vapor technique) Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Hg. 2001. Mercury. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.
- 7.6 TMECC Method 04.13-A. 2001. Cold vapor AAS technique for mercury in compost. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 11.6.1-1.** Diagrama de flujo del Método 11.6.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.7 Níquel

11.7.1 EAA con aspiración directa

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de níquel por EAA con llama.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

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

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (3.1) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de 1000 mg/L de Ni
Disponible en el comercio
- 3.4 Solución estándar de 100 mg/L de Ni.
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Ni (3.3),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
 - agua hasta enrasar.
- 3.5 Serie de estándares de Ni

A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-0,5-1-2-5-10 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Ni (3.4),
- 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
- enrasar con agua

Esta serie de estándares contiene 0-0,5-1-2-5-10 mg/L de Ni.

Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 En el espectrofotómetro de absorción atómica (2.1), calibrado con la serie de estándares (3.5), leer la concentración de Ni en el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2.
- 4.2 Seguir las indicaciones para el control de la calidad dadas en el Método 10.1.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Ni en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$, según:

$$\text{Ni (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 100}{m \times \text{ST}}$$

donde:

- | | | |
|----|---|--|
| c | = | concentración, en mg/L, de Ni en el digerido de la muestra |
| d | = | factor de dilución, si corresponde |
| v | = | volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2) |
| m | = | masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2) |
| ST | = | sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión. |

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado (5.1) en mg/kg sin decimales como:
 - Níquel en base a muestra seca a $70\pm 5^{\circ}\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Ni.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7520. 1986. Nickel (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Ni. 2001. Nickel. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

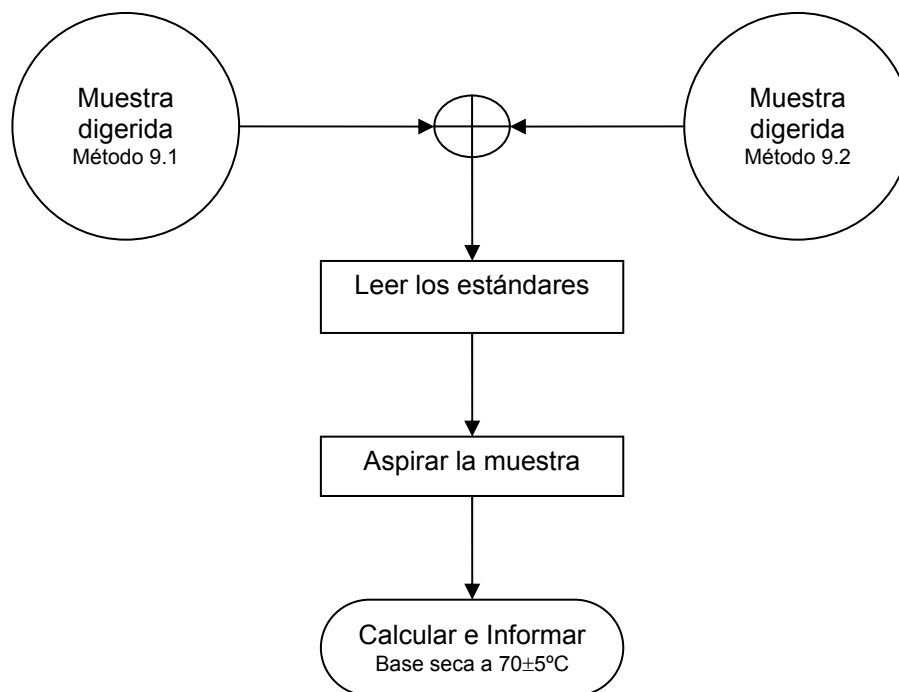


Figura 11.7.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.7.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.8 Plomo

11.8.1 EAA con aspiración directa

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de plomo por EAA con llama.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost y de materias primas para compostaje.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con los siguientes parámetros generales:
 - Lámpara de plomo
 - Longitud de onda: 283,3 nm o 217,0 nm
 - Combustible: acetileno
 - Oxidante: aire
 - Tipo de llama: oxidante
 - Corrección de fondo: requerida

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S/cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.2 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (3.1) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.3 Solución estándar de 1000 mg/L de Pb
Disponible en el comercio
- 3.4 Solución estándar de 100 mg/L de Pb.
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
 - 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Pb (3.3),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
 - agua hasta enrasar.

3.5 Serie de estándares de Pb

A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:

- 0-1-2-5-10-20 mL de la solución estándar de 100 mg/L de Pb (3.4),
- 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.2),
- enrasar con agua

Esta serie de estándares contiene 0-1-2-5-10-20 mg/L de Pb.

Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 En el espectrofotómetro de absorción atómica (2.1), calibrado con la serie de estándares (3.5), leer la concentración de Pb en el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2.
- 4.2 Seguir las indicaciones para el control de la calidad dadas en el Método 10.1.

5 Cálculos

- 5.1 Calcular la concentración de Pb en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$\text{Pb (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 100}{m \times \text{ST}}$$

donde:

- c = concentración, en mg/L, de Pb en el digerido de la muestra
- d = factor de dilución, si corresponde
- v = volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2)
- m = masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2)
- ST = sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión.

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado (5.1) en mg/kg sin decimales como:
 - Plomo en base a muestra seca a $70 \pm 5^\circ\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Pb.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Metals by flame atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7420. 1986. Lead (atomic absorption, direct aspiration). Revision 0. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Genève, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Pb. 2001. Lead. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

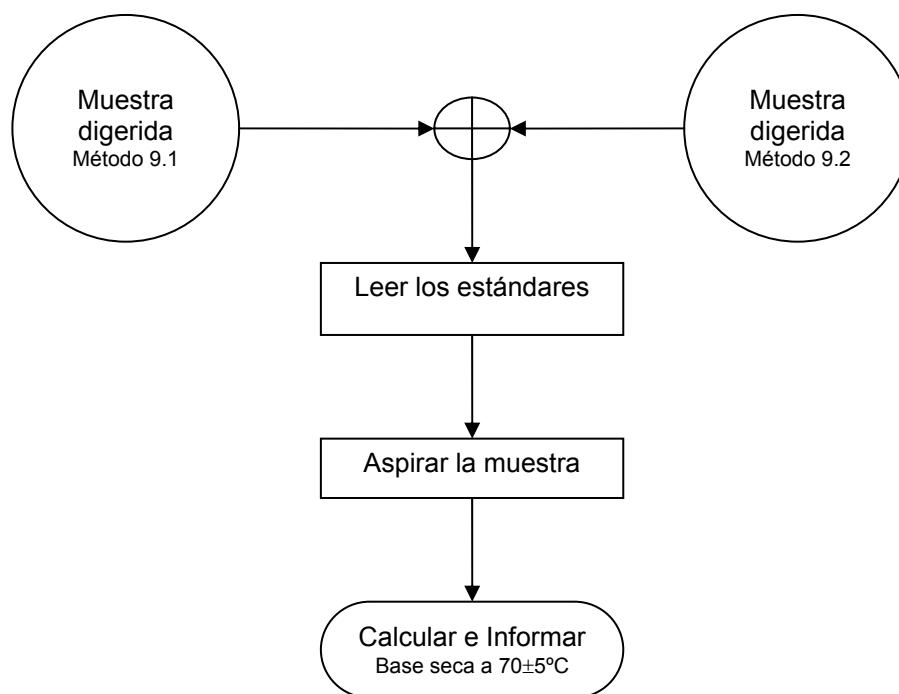


Figura 11.8.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.8.1.

11 METALES PESADOS Y PELIGROSOS

11.9 Selenio

11.9.1 EAA previa generación de hidruros

1 Principio y alcance

- 1.1 En el digerido proveniente del Método 9.1 o del Método 9.2, se determina la concentración de selenio por EAA previa generación de hidruros.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a los digeridos de todos los tipos de compost.

2 Equipos y materiales especiales

- 2.1 Espectrofotómetro de absorción atómica con lámpara de Se, llama de aire-acetileno, celda de cuarzo, atomizador de cuarzo, corrección de fondo, registrador de 10 mV de alta sensibilidad y rápida respuesta.
- 2.2 Frasco Berzelius de 200 mL (APHA, 1998).
- 2.3 Gotario o jeringa capaz de entregar exacta y reproduciblemente volúmenes de 0,5 a 3,0 mL.

3 Reactivos

Deben usarse solamente reactivos de grado analítico o grado para metales traza. Todas las referencias a “agua” se refieren a agua reactivo, a menos que se especifique de otra manera y debe cumplir los requisitos dados por ASTM D1193 (1999) Tipo I o ISO 3696 (1987) Grado 1 (CE máxima 0,06 – 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (0,006 – 0,01 mS/m)).

- 3.1 Ácido clorhídrico, HCl, concentrado.
- 3.2 Argón o nitrógeno.
- 3.3 Solución de hidróxido de sodio, NaOH, 0,1 mol/L.
Disolver 4 g de NaOH en agua y diluir a 1 L.
- 3.4 Solución de borohidruro de sodio.
Disolver 8 g de NaBH_4 en 200 mL de solución de NaOH 0,1 mol/L (3.3).
- 3.5 Ácido nítrico, HNO_3 100 %, densidad 1,52 kg/L.
- 3.6 Ácido nítrico, HNO_3 , 10%.
Agregar cuidadosamente 100 mL de HNO_3 100% (3.5) a 800 mL de agua. Enfriar y diluir con agua a 1 L.
- 3.7 Solución estándar de 1000 mg/L de Se
Disponible en el comercio
- 3.8 Solución estándar de 10 mg/L de Se.

- A un matraz aforado de 1000 mL, agregar:
- 10 mL de la solución estándar de 1000 mg/L de Se (3.7),
 - 15 mL de ácido nítrico 10% (3.6),
 - agua hasta enrasar.
- 3.9 Solución estándar de 0,5 mg/L de Se.
A un matraz aforado de 100 mL, agregar:
- 5 mL de la solución estándar de 10 mg/L de Se (3.8),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.7),
 - agua hasta enrasar.
- Preparar diariamente.
- 3.10 Serie de estándares de Se
A 6 matraces aforados de 100 mL agregar:
- 0-1-2-3-4-5 mL de la solución estándar de 0,5 mg/L de Se (3.9),
 - 1,5 mL de ácido nítrico 10% (3.7),
 - enrasar con agua
- Esta serie de estándares contiene 0-5-10-15-20-25 µg/L de Se.
Preparar diariamente.

4 Procedimiento

- 4.1 Agregar 25 mL de digerido proveniente del Método 9.1, punto 4.10, o del Método 9.2, punto 4.13, y de la serie de estándares (3.10) a frascos Berzelius (2.2). Incluir 1 blanco y 1 blanco fortificado. Por cada 10 muestras incluir 1 duplicado, 1 matriz fortificada y 1 duplicado de la matriz fortificada (Método 10.1).
- 4.2 Agregar 15 mL de ácido clorhídrico (3.1) y mezclar.
- 4.3 Calentar por 20 min a 90-100°C
- 4.4 Diluir con agua a 30 mL
- 4.5 Conectar el frasco Berzelius al tubo de purga de gas, a la entrada de reactivo y a la salida hacia la celda de cuarzo.
- 4.6 Purgar gas (3.2) hasta que se establezca la línea base en el registrador.
- 4.7 Agregar 0,5 mL de solución de borohidruro de sodio (3.4).
- 4.8 Registrar la lectura máxima a 196,0 nm.
- 4.9 Una vez que la lectura regrese a la línea base, sacar el frasco, lavar el tubo de dispersión con agua y proceder con la siguiente muestra o estándar.

Nota 1

Monitorear la recuperación tratando una muestra digerida con 10 µg/L de Se. La recuperación no debe ser menor de 90%.

5 Cálculos

- 5.1 Dibujar una curva de calibración con la concentración de Se, en µg/L, de la serie de estándares (3.10) en el eje de las X y las absorbancias en el eje de las Y. Obtener la ecuación de regresión de mejor ajuste.

Nota 2

El coeficiente de regresión, R^2 , debe ser $> 0,99$. De lo contrario, repetir las determinaciones

- 5.2 Calcular la concentración de Se en la muestra, expresada en mg/kg en base seca a $70\pm 5^\circ\text{C}$, según:

$$\text{Se (mg/kg)} = \frac{c \times d \times v \times 0,1}{m \times \text{ST}}$$

donde:

c	=	concentración, en $\mu\text{g/L}$, de Se en el digerido de la muestra
d	=	factor de dilución, si corresponde
v	=	volumen, en mL, final de digerido (Método 9.1 o 9.2)
m	=	masa, en g, de muestra usada en la digestión (Método 9.1 o 9.2)
ST	=	sólidos totales, en % en base húmeda (Método 2.1, punto 4.1), de la muestra usada en la digestión.

6 Informes

- 6.1 Informar el resultado (5.2) en mg/kg con un decimal como:
- Selenio en base a muestra seca a $70\pm 5^\circ\text{C}$ = ... mg/kg
- 6.2 Informar los métodos usados en la digestión de la muestra y en la determinación del Se.

7 Bibliografía

- 7.1 APHA 3114. 1998. Arsenic and selenium by hydride generation/atomic absorption spectrometry. *In*: American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th Edition. Washington DC, USA.
- 7.2 ASTM D1193. 1999. Standard specification for reagent water. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA, 3 p.
- 7.3 EPA. Method 7741A. 1992. Selenium (atomic absorption, gaseous hydride). Revision 1. *In*: United States Environmental Protection Agency. Test methods for evaluating solid wastes. Physical/chemical methods. SW-846 on-line.
- 7.4 ISO 3696. 1987. Water for analytical use. Specification and test methods. International Organization for Standardization, Gèneve, Switzerland, 5 p.
- 7.5 TMECC Method 04.06-Se. 2001. Selenium. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

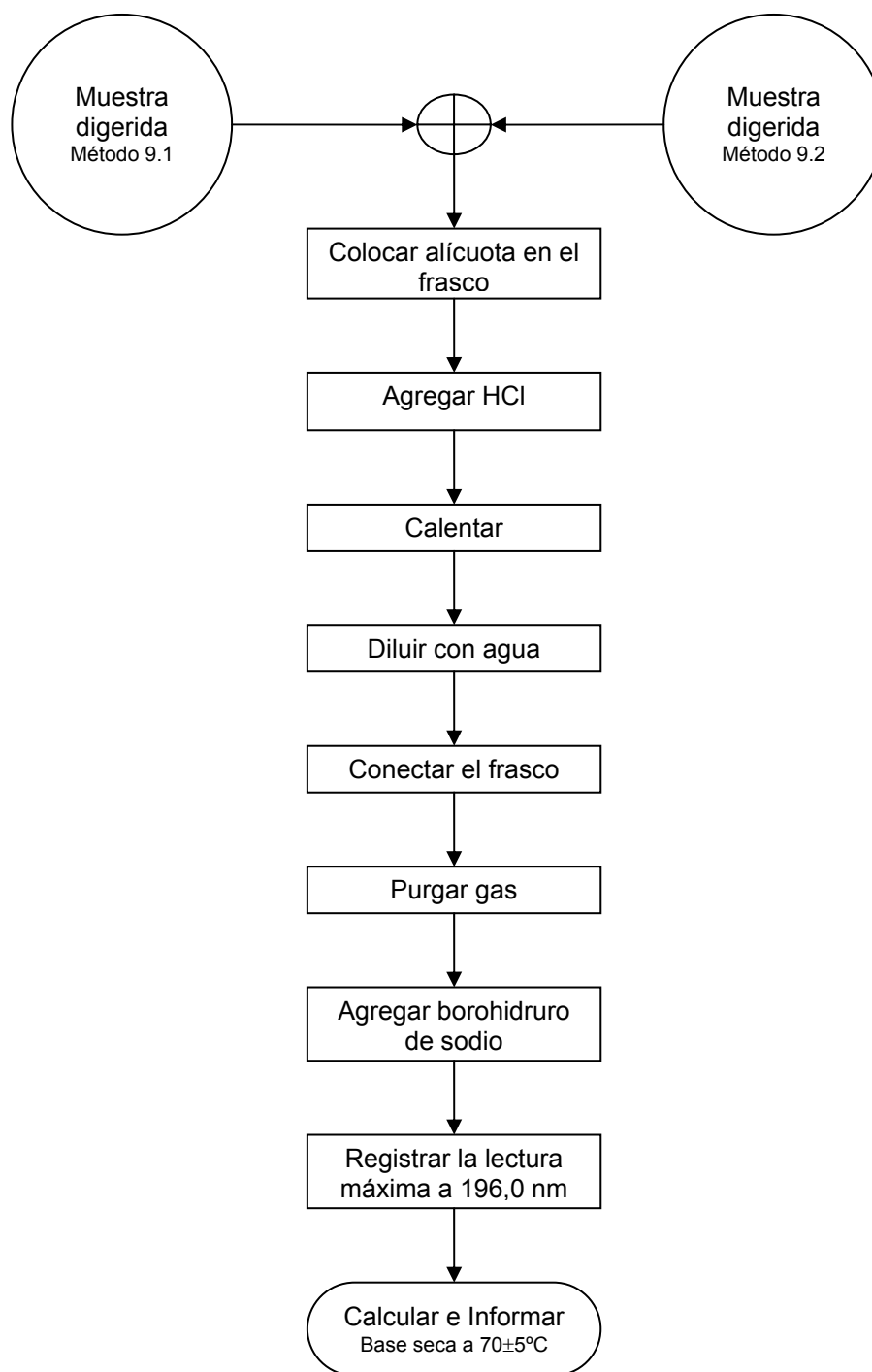


Figura 11.9.1-1. Diagrama de flujo del Método 11.9.1.

12 ÍNDICE DE MADUREZ

12.1 Prueba de Solvita®

1 Principio y alcance

- 1.1 La prueba de Solvita® es un procedimiento semicuantitativo de determinación de la liberación de dióxido de carbono (CO_2) y de amoníaco (NH_3) en un espacio cerrado sobre un volumen determinado de compost. Esta prueba proporciona una determinación rápida y exacta de la madurez del compost.
- 1.2 Las concentraciones relativas de CO_2 y NH_3 liberados se expresan en dos paletas de color precalibradas.
- 1.3 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost considerando las interferencias y limitaciones siguientes.

2 Interferencias y limitaciones

- 2.1 Altos niveles de ácidos grasos volátiles pueden interferir positivamente. Se detectan por un desarrollo de color amarillo fuerte. En este caso, la madurez debe determinarse por otro método.
- 2.2 En los compost inmaduros, altos niveles de NH_3 pueden interferir negativamente en la evolución de CO_2 .
- 2.3 En ciertos compost anaeróbicos o que están sometidos a una activa denitrificación, puede producirse óxido nitroso, el cual decolora el gel Solvita®.
- 2.4 La prueba debe realizarse en el rango de temperatura de 20-25°C para una interpretación adecuada de los resultados.

3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Frasco Solvita®
Proporcionado por el fabricante.

4 Reactivos

- 4.1 Varillas con gelatina de dos colores codificados.
Proporcionadas por el fabricante.

Nota 1

La duración de las varillas en sus envoltorios es de aproximadamente un año. El almacenaje en refrigerador puede extender la vida útil.

5 Preparación de la muestra

- 5.1 Preparar una muestra compuesta colectando varias submuestras de la pila, de preferencia inmediatamente después del volteo. Homogeneizar
- 5.2 Estimar el nivel de humedad estrujando un puñado de muestra. La humedad es óptima cuando se forma un terrón pero no se libera agua. Si la muestra está demasiado húmeda o demasiado seca, es preferible posponer el muestreo hasta que la humedad de la pila sea la adecuada.
- 5.3 Si la muestra compuesta tiene fragmentos mayores de 1 cm, sacarlos manualmente o por tamizado antes del análisis.
- 5.4 Enfriar las muestras a temperatura ambiente antes del análisis.

6 Procedimiento

- 6.1 Agregar muestra al frasco (3.1) hasta la marca indicada, golpeando vigorosamente el fondo del frasco contra el mesón. Los compost gruesos o esponjosos deben compactarse presionando firmemente dentro del frasco.
- 6.2 Sacar las varillas de sus envoltorios sin tocar con los dedos la superficie con gel.
Nota 2
Usar las varillas antes de los 30 min de sacadas de sus envoltorios.
- 6.3 Introducir las varillas hasta el fondo del frasco y en la orientación correspondiente a los colores del frasco. Cuidar de no golpear el frasco y evitar el contacto del compost con el gel.
- 6.4 Tapar firmemente el frasco y dejar incubar por 4 h con luz solar directa, a una temperatura ambiente de 20-25°C.
- 6.5 Sin destapar el frasco, iluminar las varillas con una luz fluorescente de mediana intensidad y leer el color por comparación con las cartas de color proporcionadas con el paquete.

Nota 3

El color del gel puede cambiar después de las 4 h, por lo que es necesario que la lectura se realice a las 4 h para asegurar una interpretación adecuada.

7 Cálculos

- 7.1 Calcular el Índice de madurez de la muestra con los resultados de los números de los colores para NH_3 y CO_2 y usando la Cuadro 12.1-1 1.

8 Informes

- 8.1 Informar los resultados, en una escala de 1 a 8, como:
 - Índice de madurez Solvita[®] =
 - Nivel relativo de CO_2 Solvita[®] =
 - Nivel relativo de NH_3 Solvita[®] =

8.2 Informar cualquier tratamiento realizado en la preparación de la muestra (5).

Cuadro 12.1-1. Cálculo del Índice de madurez Solvita®

		Paleta C (CO ₂)								
		1	2	3	4	5	6	7	8	
Paleta A (NH ₃)	5	NH ₃ muy bajo	1	2	3	4	5	6	7	8
	4	NH ₃ bajo	1	2	3	4	5	6	7	8
	3	NH ₃ medio	1	1	2	3	4	5	6	7
	2	NH ₃ alto	1	1	1	2	3	4	5	6
	1	NH ₃ muy alto	1	1	1	1	1	2	3	4

9 Interpretación

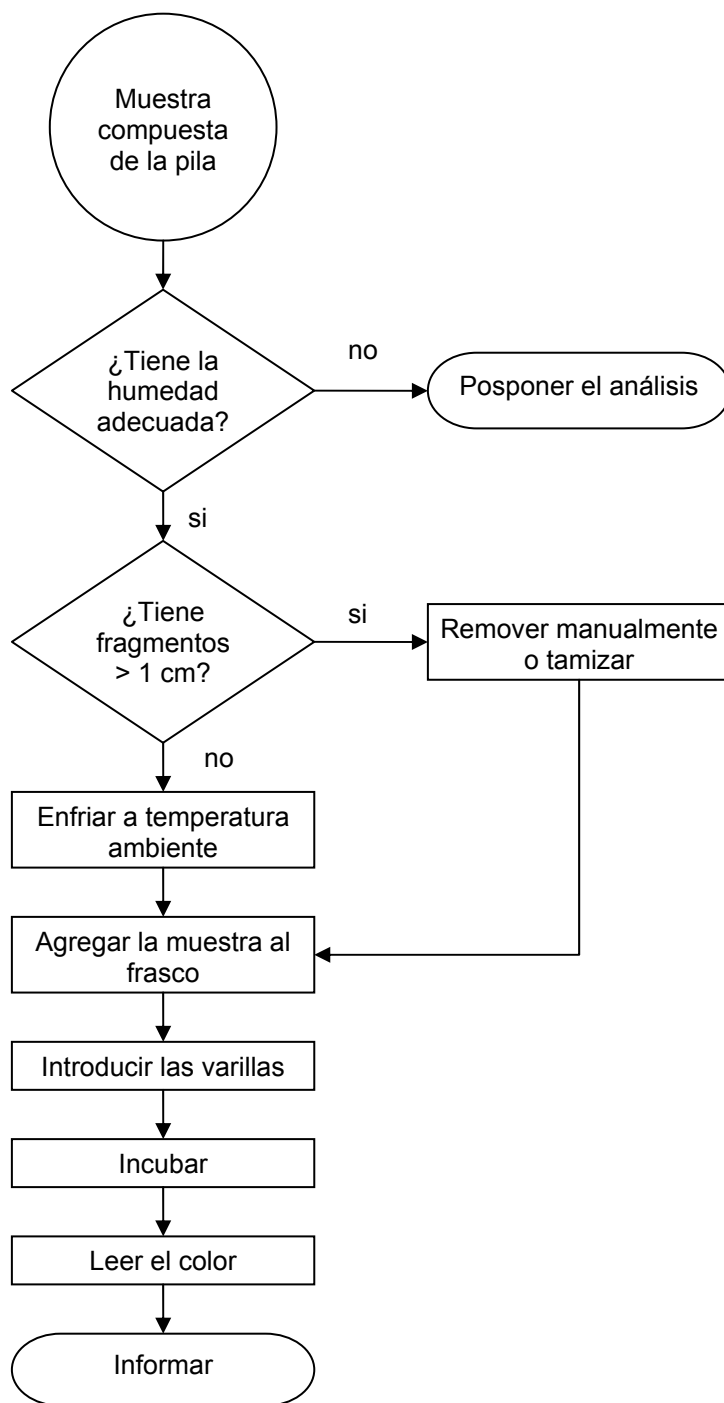
9.1 Si se requiere, interpretar el Índice de madurez Solvita® según la Cuadro 12.1-2.

Cuadro 12.1-2. Relación entre el Índice de madurez Solvita® y las características del compost

Índice de madurez Solvita®	Etapas del proceso de compostaje	Clase principal
8	Compost inactivo, muy maduro, muy viejo, posiblemente sobre envejecido, semejante a un suelo; sin limitaciones de uso	Compost terminado
7	Compost maduro, viejo, sano; con pocas limitaciones de uso	Compost activo
6	Compost con requerimientos reducidos de saneamiento y aireación; con requerimientos significativamente reducidos de manejo	
5	Compost que está terminando la etapa activa de descomposición y está listo para el saneamiento; con necesidades reducidas de manejo intensivo	
4	Compost en una etapa moderadamente activa de descomposición, con necesidades de manejo	
3	Compost activo; con ingredientes frescos, requiere vigilancia y manejo intensivos	
2	Compost muy activo, fresco, pútrido, con alta velocidad de respiración; requiere aireación muy intensa	Compost crudo
1	Compost fresco, crudo; típico de mezclas nuevas; con extremadamente alta velocidad de descomposición; pútrido o muy maloliente	

10 Bibliografía

- 10.1 TMECC Methods 05.08. 2002. Respirometry. *In:* The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 12.1-1.** Diagrama de flujo del Método 12.1.

13 SEMILLAS VIABLES DE MALEZAS

13.1 Método del lavado de Shields

1 Principio y alcance

- 1.1 La muestra se lava con agua para eliminar las concentraciones tóxicas de sales y de compuestos de carbono fácilmente disponibles. Luego se incuba a 20°C por 7 días y se cuentan las semillas germinadas.
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost considerando las interferencias y limitaciones siguientes.

2 Interferencias y limitaciones

- 2.1 La presencia de semillas latentes no está considerada en este análisis. Si es necesario, puede repetirse el análisis considerando el factor de latencia identificado para la región de interés.
- 2.2 Los nutrientes y otros factores presentes en el compost pueden favorecer la germinación de semillas presentes en el suelo. Por lo tanto, un resultado negativo del compost, no necesariamente significa ausencia de problemas de malezas en el lugar de aplicación.

3 Equipos y materiales especiales

- 3.1 Bomba para extracción de agua.
- 3.2 Balde de plástico de 20 L.
- 3.3 Balde de plástico de 12 L, con el fondo removible.
- 3.4 Tamiz de 300 µm de plástico asegurado en el fondo del balde de 12 L (3.3).
- 3.5 Medidor de conductividad eléctrica.
- 3.6 Incubador capaz de mantener una temperatura de 20°C.
- 3.7 Bandejas de plástico de 10 cm de alto y una superficie de 4500 cm².

4 Reactivos

- 4.1 Arena de cuarzo N° 20.
- 4.2 Semillas de rabanito.

5 Preparación de la muestra

- 5.1 Almacenar la muestra tal como se recibió a 4°C por no más de 7 días hasta realizar el análisis. Evitar congelar la muestra.

6 Procedimiento

- 6.1 Transferir 4 L de compost provenientes del Método 1.1 punto 3.7, al balde de 20 L (3.2).
6.2 Agregar 16 L de agua destilada o desionizada y mezclar bien.
6.3 Medir la conductividad eléctrica de la mezcla.
6.4 Colocar el balde con el tamiz asegurado en el fondo (3.4) en la mezcla y moverlo arriba y abajo para filtrar el agua.
6.5 Con la bomba (3.1) extraer toda el agua posible.
6.6 Repetir desde 6.2 a 6.5 hasta que la conductividad sea < 0,30 dS/m (0,30 mmhos/cm).
6.7 Colocar arena de cuarzo (4.1) en la bandeja (3.7) hasta una altura de 2,5 cm.
6.8 Colocar una capa de 2 cm de compost lavado sobre la arena.
6.9 Distribuir 10 semillas de rabanito sobre el compost preparado en lugares marcados de la bandeja.
6.10 Tapar con una cubierta transparente para minimizar la pérdida de agua.
6.11 Incubar a 20°C por 7 días.
6.12 Diariamente, contar y remover las semillas germinadas de rabanito.
6.13 Diariamente, contar y remover las otras semillas germinadas.

Nota 1

Puede ser necesario realizar varias repeticiones para estimar exactamente la incidencia de las semillas de malezas en el compost.

7 Cálculos

- 7.1 Calcular la recuperación de las semillas de rabanito según:

$$\text{Recuperación (\%)} = \frac{N}{10} \times 100$$

donde:

N = número de semillas de rabanito germinadas en los 7 días
10 = número inicial de semillas de rabanito sembradas

- 7.2 Calcular las semillas viables de malezas, en N° de propágulos/L, según:

$$\text{Propágulos (N°/L)} = \frac{M}{4}$$

donde:

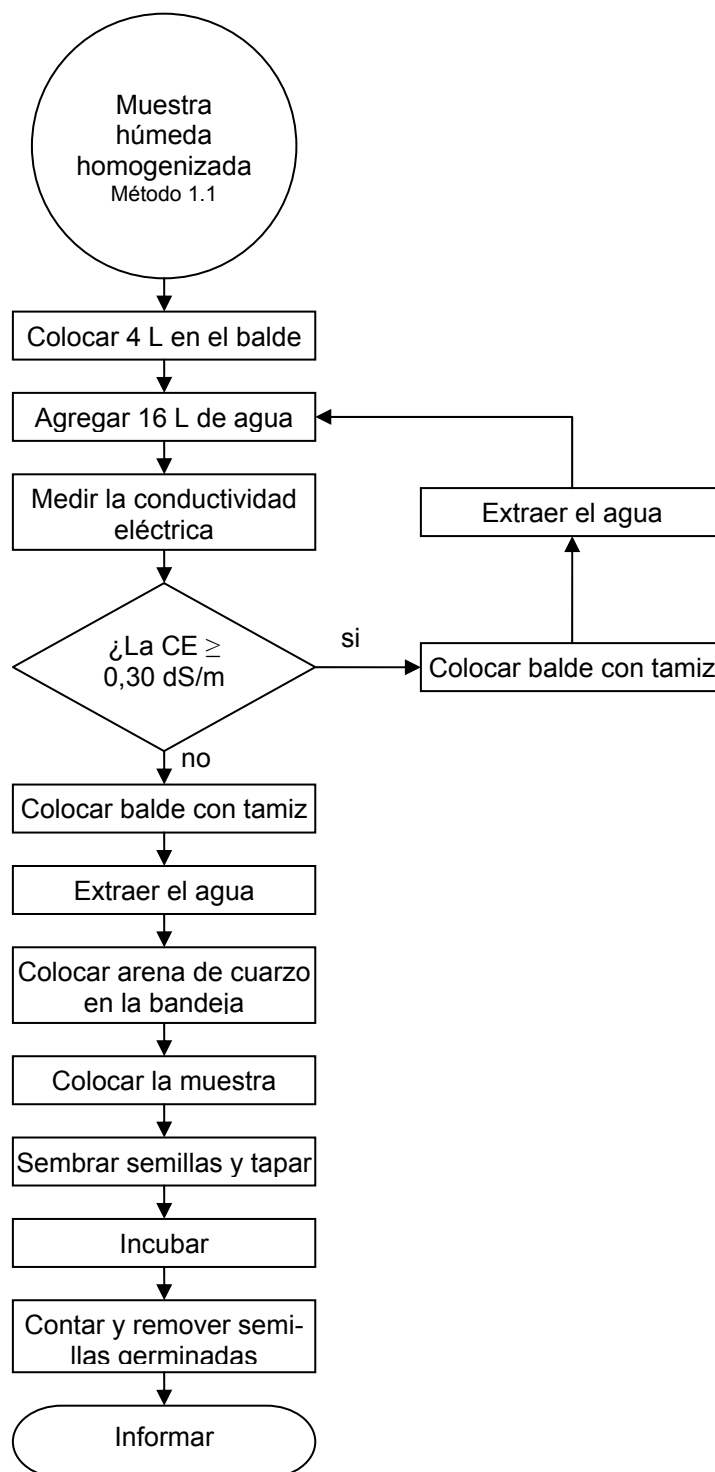
M = número de semillas, distintas a las de rabanito, germinadas en los 7 días
4 = volumen, en L, de compost utilizado

8 Informes

- 8.1 Informar el resultado (7.2) en N° de propágulos/L como:
 - Semillas viables de malezas = ... N° de propágulos/L
- 8.2 Informar el resultado (7.1) en porcentaje sin decimales como:
 - Recuperación de las semillas de rabanito = ... %
- 8.3 Informar las condiciones en que se realizó el análisis (almacenamiento, temperatura de incubación, etc.)

9 Bibliografía

- 9.1 TMECC Methods 05.09. 2001. Viable weed in compost. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

**Figura 13.1-1.** Diagrama de flujo del Método 13.1.

14 RELACIONES

14.1 Relación carbono/nitrógeno

1 Principio y alcance

- 1.1 La relación carbono/nitrógeno es la razón entre el carbono orgánico total y el nitrógeno total. El carbono orgánico total es la fracción de carbono de la materia orgánica (o sólidos biodegradables). El nitrógeno total incluye el nitrógeno orgánico y el nitrógeno inorgánico. La fracción de nitrógeno inorgánico está dominada por el nitrógeno amoniacal ($\text{NH}_4\text{-N}$) y nitrógeno nítrico ($\text{NO}_3\text{-N}$).
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Procedimiento

- 2.1 Determinar la concentración de carbono orgánico según el Método 7.1 o el Método 7.2.
- 2.2 Determinar la concentración de nitrógeno total según el Método 8.1.1.

3 Cálculos

- 3.1 Calcular la relación carbono/nitrógeno según:

$$\text{Relación C/N} = \frac{\text{C}}{\text{N}}$$

donde:

- | | | |
|---|---|--|
| C | = | concentración, en % en base seca a $70\pm 5^\circ\text{C}$, de carbono orgánico (2.1) |
| N | = | concentración, en % en base seca a $70\pm 5^\circ\text{C}$, de nitrógeno total (2.2) |

4 Informes

- 4.1 Informar el resultado (3.1) sin unidades y con un decimal como:
- Relación C/N = ...
- 4.2 Informar los métodos empleados para el análisis de cada elemento.

5 Bibliografía

- 5.1 TMECC Methods 05.02. 2002. Indicator ratios. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

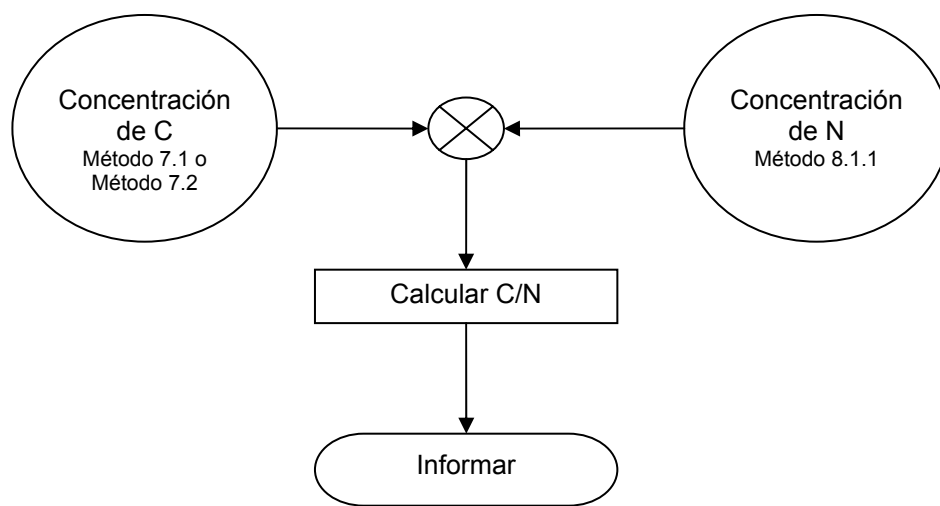


Figura 14.1-1. Diagrama de flujo del Método 14.1.

14 RELACIONES

14.2 Relación amonio/nitrato

1 Principio y alcance

- 1.1 La relación amonio/nitrato es la razón entre el nitrógeno amoniacal (N-NH₄) y el nitrógeno nítrico (N-NO₃).
- 1.2 Este procedimiento es aplicable a todos los tipos de compost.

2 Procedimiento

- 2.1 Determinar la concentración de N-NH₄ según el Método 8.2.1.
- 2.2 Determinar la concentración de N-NO₃ según el Método 8.3.1

3 Cálculos

- 3.1 Calcular la relación amonio/nitrato según:

$$\text{Relación amonio / nitrato} = \frac{\text{N-NH}_4}{\text{N-NO}_3}$$

donde:

N-NH ₄	=	concentración, en mg/kg en base seca a 70±5°C, de N-NH ₄ (2.1)
N-NO ₃	=	concentración, en mg/kg en base seca a 70±5°C, de N-NO ₃ (2.2)

4 Informes

- 4.1 Informar el resultado (3.1) sin unidades y con tres cifras significativas como:
- Relación amonio/nitrato =
- 4.2 Informar los métodos empleados para el análisis de cada elemento.

5 Bibliografía

- 5.1 TMECC Methods 05.02. 2002. Indicator ratios. *In*: The United States Composting Council. Test Methods for the Examination of Composting and Compost, N.Y., USA.

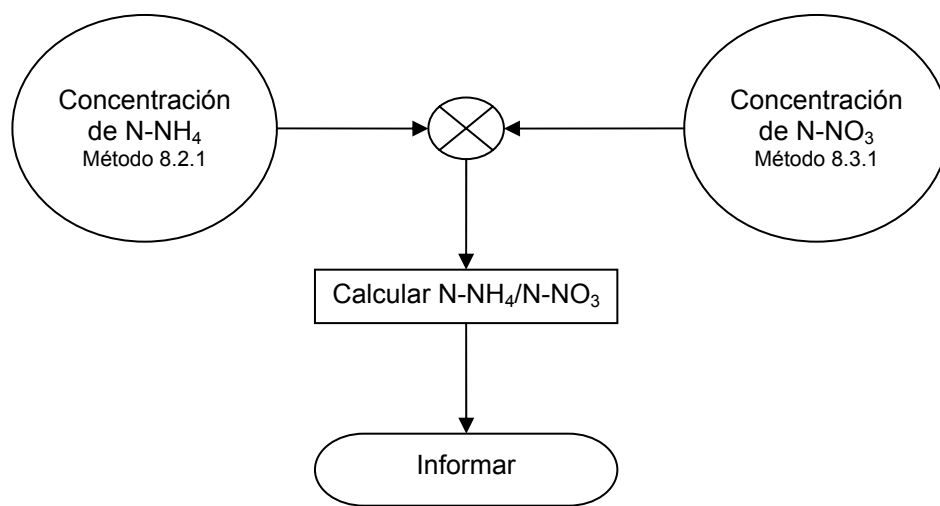


Figura 14.2-1. Diagrama de flujo del Método 14.2.