

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

CALIDAD DEL SUELO. PRETRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS PARA LOS ANALISIS FISICO-QUIMICO

Soil quality. Pretreatment of samples for
physico-chemical analyses

Descriptores: Suelo: terreno; Análisis químico; Calidad;
Muestreo; Preparación de muestra de ensayo.

1. Edición

1999

ICS: 13.080

REPRODUCCION PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Teléf.: 30-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: ncnorma@ceniai.inf.cu

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta norma:

- ◆ Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización Gestión Ambiental, integrado por especialistas de las siguientes entidades:
 - Ministerio de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente
 - Oficina Nacional de Normalización
 - Centro de Información, Gestión y Educación Ambiental
 - Centro de Inspección y Control Ambiental
 - Centro Nacional de Envases y Embalajes
 - Instituto de Investigaciones en Normalización
 - Oficina Nacional de Recursos Minerales
 - Instituto Nacional de Recursos Hidráulicos
 - Ministerio de Economía y Planificación
 - Ministerio de la Industria Pesquera
 - Ministerio de la Industria Alimenticia
 - Ministerio de la Industria Sideromecánica y la Electrónica
 - Ministerio del Comercio Exterior
 - Centro Técnico para el Desarrollo de los Materiales de Construcción
 - Ministerio de la Agricultura
 - Ministerio del Azúcar
 - Unión de Empresas de Recuperación de Materia Primas
 - Ministerio de la Industria Básica
 - Ministerio de Salud Pública
 - Ministerio del Turismo
 - Instituto Nacional de Higiene, Epidemiología y Microbiología
 - INTERMAR S.A.
 - CIMEX S.A.
 - Ministerio de la Construcción
 - Registro Cubano de Buques
 - Ministerio de Educación Superior
 - Instituto de Planificación Física
 - Ministerio de la Industria Ligera
 - Unidad de Medio Ambiente de Ciudad de La Habana
 - Instituto Finlay
 - Agencia de Medio Ambiente
 - Oficina Territorial de Normalización de Ciudad de La Habana
 - CUPET
- ◆ Es idéntica a la ISO 11464:1994 Soil quality. Pretreatment of samples for physico chemical analyses.
- ◆ Incluye los Anexos A y B informativos

© NC, 1999

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

Oficina Nacional de Normalización (NC).

Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.

Impreso en Cuba

CALIDAD DEL SUELO. PRETRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS PARA LOS ANALISIS FISICO-QUIMICO

1 Objeto

Esta norma especifica el pretratamiento que se requiere para las muestras de suelo que son objeto de análisis físico químico y describe los cinco tipos siguientes de pretratamiento de muestras: secado, trituración, tamizado, separación y molienda.

Los procedimientos de pretratamiento descritos en esta norma no son aplicables si afectan los resultados de las determinaciones que serán hechas. En general, las normas para métodos analíticos establecerán, cuando sea necesario, la adopción de otros procedimientos.

2 Referencia normativa

La norma que a continuación se relaciona contiene disposiciones válidas para esta norma. En el momento de la publicación la edición indicada estaba en vigor. Toda norma está sujeta a revisión por lo que las partes que basen sus acuerdos en esta norma deben estudiar la posibilidad de aplicar la edición más reciente de la norma indicada a continuación. La Oficina Nacional de Normalización posee el registro de las Normas Internacionales en vigor en cada momento.

ISO 565:1990, Test sieves. Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet. Nominal sizes of openings.

3 Principio

Las muestras son secadas al aire o en una estufa a una temperatura no mayor de 40 °C, o por secado por congelamiento (ver 5.2). Si es necesario la muestra de suelo es triturada o molida mientras todavía esté húmeda y friable y de nuevo después del secado (ver 5.3). El suelo se tamiza (ver 5.4) y la fracción menor de 2 mm se divide en dos porciones mecánicamente o a mano para obtener una submuestra representativa para el análisis (ver 5.5). Si las submuestras pequeñas (< 2 g) se requieren para el análisis, el tamaño de las partículas de la fracción menor de 2 mm se reduce ulteriormente (ver 5.6). Los procedimientos necesarios están dados en el diagrama de flujo de la Fig. 1.

NOTAS

1. Es preferible una temperatura de secado a 40 °C en una estufa que el secado al aire, porque el incremento de la velocidad de secado limita los cambios debido a la actividad microbiana.
2. Debe notarse que cada tipo de pretratamiento tendrá una influencia en algunas propiedades del suelo.
3. El almacenamiento de las muestras de suelo, incluyendo muestras tal como se reciban, secadas al aire, refrigeradas o almacenadas en la ausencia de luz por un tiempo largo, pueden tener una influencia sobre algunos parámetros del suelo, especialmente en la solubilidad de fracciones tanto orgánicas como inorgánicas. Ver [1].

4. Deberán tomarse usualmente medidas especiales para muestras de suelos contaminados. Es importante evitar el contacto con la piel y deben tomarse medidas especiales cuando las muestras se sequen (ventilación, remoción del aire, etc.). Esas muestras pueden ser peligrosas por la presencia de contaminantes químicos, esporas de hongos o patógenos tales como la leptospirosis, por ello deben tomarse precauciones especiales.

5. En esta norma generalmente se asume que se dispone por lo menos 500 g de suelo fresco.

4. Aparatos

Es esencial que los aparatos usados no adicione o extraigan ninguna sustancia bajo investigación (por ejemplo, metales pesados). Si el uso de algún equipo y/o materiales no es permitido en el pretratamiento de muestras requeridas para análisis físico químico, esto debe mencionarse en las normas aplicables sobre análisis (ver nota 6).

4.1 Estufa, controlada termostáticamente, con ventilación forzada capaz de mantener una temperatura de $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.2 Secador por congelación, opcional.

4.3 Trituradora(s), molino(s), mortero y mano, martillo de madera o similar (ver nota 6).

4.4 Tamiz, de acuerdo con la ISO 565, con apertura de 2 mm.

4.5 Mezcladora(s) mecánica(s).

4.6 Tamiz mecánico, opcional (ver nota 6).

4.7 Submuestreador o divisor de muestras, (ver nota 6).

4.8 Tamiz de malla, de acuerdo con la ISO 565, con apertura de 250 μm o del tamaño especificado en el método.

4.9 Balanza analítica, de lectura y precisión de 0,1 g.

4.10 Balanza, de lectura y precisión de 1 g.

NOTA 6 Los aparatos a utilizar no están especificados en detalle; aunque en las figuras A.1 a A.4 se muestran dibujos de algunos de los equipos más adecuados para estos fines. Otras normas contienen especificaciones detalladas para estos equipos, las que pueden ser utilizadas, proporcionando estas los requisitos de funcionamiento básicos indicados en esta norma.

5. Procedimiento

Los procedimientos para el secado, la separación de fracciones y la reducción de tamaño se establecen en 5.2 y 5.3. En algunas etapas del procedimiento el analista requerirá tomar decisiones referidas en particular a cuáles de los tamaños de partículas serán combinados o tratados separadamente: esto dependerá de la naturaleza del suelo y de los objetivos del programa analítico.

La muestra se rehomogenizará después de cada operación de separación, tamizado, trituración o molienda que haya sido realizada (que pueden tener resultados en la segregación de partículas de diferentes tamaños).

Precaución: Tomar cuidados especiales con muestras de suelos potencialmente contaminados. Evitar cualquier contacto con la piel y tener cuidados especiales con relación al secado (descarga de aire, ventilación, etc.).

NOTAS

7. Debe tenerse cuidado para evitar la contaminación de la muestra por el aire o la humedad (por ejemplo, por la atmósfera ambiental del laboratorio o entre muestras almacenadas o procesadas cerca de otra).

8. Es recomendable que el pretratamiento del suelo sea realizado en un local separado, utilizado únicamente para este fin.

9. Si la muestra tiene una consistencia pulverulenta, parte de ella puede perderse y esto puede alterar sus propiedades físico-químicas.

5.1 Descripción de la muestra

Examinar la muestra recibida y hacer las anotaciones necesarias de acuerdo con la terminología aceptada nacionalmente o internacionalmente, incluyendo detalles de materias extrañas, restos de vegetación y otros visibles o relevantes.

5.2 Secado

Secar la muestra completa al aire o en una estufa con ventilación forzada de la que el aire húmedo haya sido extraído o en un secador por congelación. Dependiendo del método elegido de secado, seguir el procedimiento dado en 5.2.1, 5.2.2 o 5.2.3.

Secar hasta que la pérdida de masa de la muestra de suelo no sea mayor que el 5 % (m/m) en 24 horas.

Para acelerar el proceso de secado, romper los terrones grandes (> 15 mm) durante el proceso. Cuando las muestras son secadas al aire, triturarlas ligeramente a mano o utilizando una mano de mortero de madera o por rodillo. Cuando las muestras son secadas en estufa sacarlas temporalmente de la estufa y tratarlas de manera similar. Este procedimiento hace posible también que sea más fácil separar las partículas mayores de 2 mm .

El secado por congelación tiene la ventaja de que la muestra que se seca, raramente forma terrones, este tipo de secado los rompe en partes.

5.2.1 Secado al aire

Extender todo el material en una capa no mayor de 15 mm de altura, en una bandeja que no absorba humedad del suelo y que no produzca contaminación.

Es esencial evitar el contacto directo con el sol.

NOTA 10 La luz solar directa puede crear grandes diferencias de temperatura en la muestra, especialmente entre la capa superior total o parcialmente secada y las capas inferiores que aún se encuentran húmedas.

5.2.2 Secado en estufa

Proceder igual que en el secado al aire (capa, bandeja). Colocar la bandeja en una estufa de secado (con ventilación forzada) y secar a una temperatura no mayor de 40 °C .

5.2.3 Secado por congelación

Secar todo el material en el secador por congelación de acuerdo con los procedimientos recomendados por el fabricante.

NOTA 11 El tiempo de secado depende del tipo de material, la altura de la capa, el contenido inicial de humedad del material y del aire y del intervalo de ventilación. El secado para los suelos arenosos normalmente no es superior a 24 horas y para los arcillosos más de 48 horas. Para suelos que contengan gran contenido de materia orgánica fresca (por ejemplo, raíces de plantas, etc.) puede requerirse de 72 a 96 horas.

5.3 Trituración y remoción de materiales groseros

5.3.1 Separación de piedras, etc.

Si el suelo se ha secado en terrones, la trituración es necesaria. Antes de ello separar las piedras, fragmentos de vidrio, gomas, etc. que sean mayores de 2 mm mediante tamizado (5.4) y sacarlas a mano (ver nota 12).

Tener cuidado de que el material fino adherido a las partes separadas sea el mínimo. Determinar y anotar la masa total de la muestra secada y la masa de los materiales separados.

NOTA 12 Si el material es un suelo contaminado o un residual, el analista puede triturar la muestra completa incluyendo, por ejemplo, los pedazos de escorias que pasen a través del tamiz de 2 mm .

5.3.2 Separación de materiales “naturalmente” menores de 2 mm

Después de extraer todo material extraño:

- a) Tamizar el material menor de 2 mm, anotando las masas mayores y menores de 2 mm, triturar el material mayor de 2 mm (ver 5.3.3) y recombinar las fracciones usando un mezclador mecánico (4.5), o
- b) Tamizar la muestra entera (ver 5.3.3).

5.3.3 Reducción del tamaño de material mayor de 2 mm

Moler el suelo secado en partículas no mayores de 2 mm utilizando un aparato apropiado (4.3). El aparato necesario será ajustado de tal forma que la trituración de las partículas originales (concreciones y conglomerados) sea minimizada.

5.4 Tamizado

Tamizar la muestra seca y molida, manualmente o usando un equipo mecánico. Sacar y pesar las piedras y fragmentos de plantas frescas, vidrios, etc. de la fracción remanente sobre el tamiz (ver 5.3.1). Moler cualquier terrón remanente sobre el tamiz y retornarlo a la muestra. Colectar todo o parte del material que haya quedado sobre el tamiz y tratarlo separadamente si se requiere (ver nota 12). Tener cuidado de que sea mínima la cantidad de material fino adherido a las piedras separadas, etc.

5.5 Submuestreo

El submuestreo es necesario cuando la muestra no puede ser almacenada completamente (muestra de laboratorio y muestra de archivo) o usada (muestra para análisis), a causa de su tamaño. Para la preparación de una muestra de laboratorio dividir la muestra secada, molida y tamizada (ahora < 2 mm) en proporciones relativas de 200 g a 300 g de acuerdo con 5.5.1 o 5.5.2 u otro procedimiento adecuado. Para la preparación de una muestra de ensayo, dividir la muestra tomando porciones representativas hasta obtener el tamaño de muestra requerido. Evitar la producción de polvo tanto como sea posible.

NOTA 13 Puede ser necesario mezclar el material (5.6) entre las etapas del submuestreo, para asegurar la homogeneidad según disminuye la masa de la submuestra. Los procedimientos descritos en 5.5.1 y 5.5.2 pueden ser usados para producir porciones de submuestras de ensayo de los materiales menores de 2 mm y no menores de 2 g en masa.

Seleccionar el método de muestreo (5.5.1, 5.5.2, o 5.5.3) de acuerdo con la naturaleza de la muestra, los requisitos de las determinaciones a realizar y el equipamiento disponible.

5.5.1 Submuestreo manual (cuarteo)

Mezclar el suelo íntegramente usando un equipo mezclador adecuado (4.5) y extenderlo en forma de capa fina sobre una bandeja que no tenga influencia sobre la composición del suelo. Separar el suelo en cuatro partes iguales (cuadrantes). Combinar dos de las cuatro porciones diagonalmente, rechazando las otras dos. Repetir este procedimiento hasta que se obtenga la cantidad deseada de suelo.

5.5.2 Uso del divisor de muestras

En la figura A.2 se muestra un ejemplo adecuado de un divisor de muestra del tipo de ranura múltiple adecuado. Este divide la muestra en dos partes iguales.

NOTA 14 Las dimensiones del equipo deben ser seleccionadas de acuerdo con el tamaño y cantidad de los materiales que serán divididos.

5.5.3 Submuestreador mecánico

Se dispone de una variedad de equipos mecánicos para el submuestreo, a menudo fabricado de acuerdo con normas nacionales. Estos pueden ser utilizados para el submuestreo de acuerdo con las normas apropiadas y las instrucciones del fabricante.

En la figura A.3 se ilustra un ejemplo de un equipo submuestreador mecánico. Este opera de acuerdo con el siguiente procedimiento.

Poner la muestra de suelo en el embudo del submuestreador (figura A.3) y enroscar los frascos de muestra en su lugar. Poner en marcha el submuestreador. Después del submuestreo poner el contenido de los frascos dentro de otro contenedor. Repetir el procedimiento si es necesario, con el contenido de uno de los contenedores hasta que la cantidad de suelo obtenida sea la deseada. El material deberá ser rehomogenizado entre cada una de las etapas del submuestreo. El contenido de más de un contenedor puede ser completamente mezclado y usado para las fases subsiguientes de la rutina del submuestreo.

5.6 Molienda

Si la muestra de suelo para el ensayo es menor de 2 g, es esencial continuar trabajando la fracción menor de 2 mm .

Moler una muestra representativa (ver 5.5) del suelo seco, pulverizado y tamizado hasta que la submuestra completa pase a través del tamiz de 250 μm a un tamaño especificado por el método de ensayo (ver 4.8).

Si hay que realizar más de un análisis, una cantidad de material suficiente deberá ser reducida al menor tamaño de partícula especificado, para garantizar que todos los análisis se realicen sobre esta submuestra única.

NOTAS

15. Para la determinación de algunos parámetros basados en extracciones químicas, no se permite la molienda porque ella incrementa la superficie específica y por tanto la reactividad de la muestra.

16. Si se requiere, la fracción mayor de 2 mm puede ser molida y mezclada con la fracción menor de 2 mm antes de realizar los análisis químicos.

6. Informe de ensayo

El informe de ensayo incluirá la siguiente información:

- a) Referencia a esta norma.
- b) Los procesos, procedimientos y aparatos que fueron usados, incluyendo la temperatura de secado.

- c) La completa identificación y descripción de la muestra, incluyendo la presencia (y si es necesario las masas relativas) de piedras, fragmentos de vidrio, detritus, etc., olor, (si existe) y color.
- d) Cualquier detalle no especificado en esta norma o que sean opcionales y cualquier otro factor que pueda haber afectado los resultados.

**Anexo B
(Informativo)**

Bibliografía

[1] BARTLETT, R.J. Oxidation reduction status of aerobic soils (Chapter 5), in: Chemistry of the soil environment, pp. 77 103. American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. ASA Special Publication No. 40 (1981), Madison, Wisconsin.

