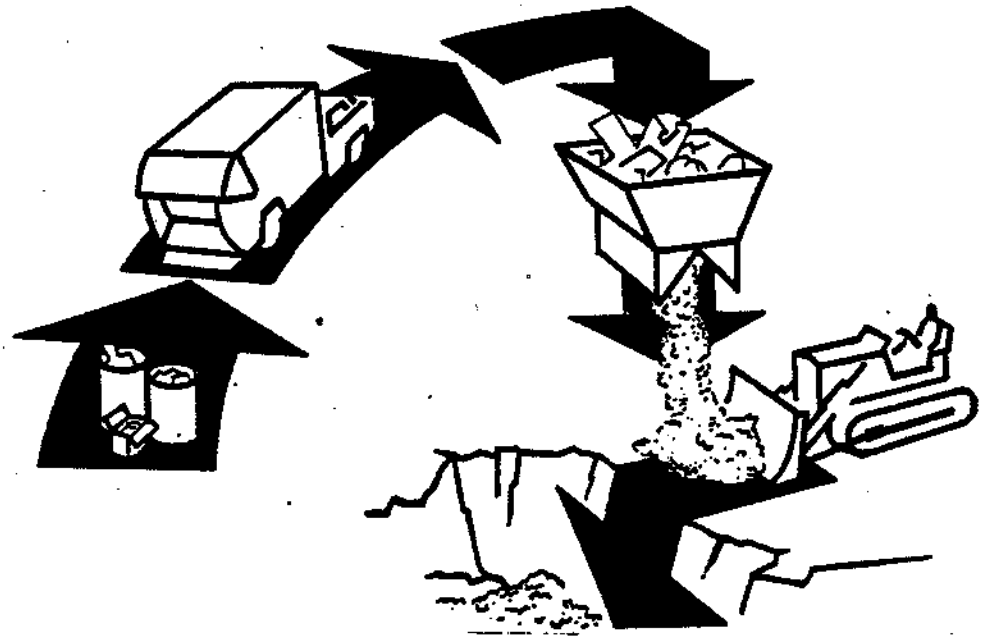
ESTADO LIBRE ASOCIADO DE PUERTO RICO / OFICINA DEL GOBERNADOR

Junta de Calidad Ambiental

2863
Exposición original



REGLAMENTO PARA EL CONTROL DE LOS DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS Y NO PELIGROSOS

VERSION ENMENDADA

ESTADO LIBRE ASOCIADO DE PUERTO RICO / OFICINA DEL GOBERNADOR

JUNTA DE CALIDAD AMBIENTAL

A tenor con y de acuerdo con la Ley de Política Pública Ambiental (Ley Número 9 aprobada el 18 de junio de 1970, según enmendada), este

REGLAMENTO PARA EL CONTROL

DE LOS DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS Y NO PELIGROSOS

VERSION ENMENDADA

ha sido promulgado por resolución para proteger el ambiente natural de Puerto Rico y la salud de sus ciudadanos de los desperdicios sólidos peligrosos y no peligrosos.

5 de marzo de 1982.

PEDRO A. GELABERT
Presidente

CARL AXEL P. SODERBERG
Vice-Presidente

SANTOS ROHENA, JR.
Miembro Asociado

TABLA DE CONTENIDO

PAGINA

PARTE I — DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

REGLA 101 PROPOSITOS, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... I-1
102 DEFINICIONES..... I-1
103 ABREVIATURAS..... I-39

PARTE II — DISPOSICONES GENERALES

REGLA 201 TITULO..... II-1
202 PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... II-1
203 FECHA DE VIGENCIA DE LOS REQUISITOS..... II-1
A. Regla General..... II-1
B. Excepciones..... II-2
C. Efecto..... II-3
204 MONITORIA, MANTENIMIENTO DE REGISTROS, MUESTREOS Y METODOS ANALITICOS..... II-3
A. Monitoría, Mantenimiento de Registros e Informes..... II-3
B. Métodos de Prueba..... II-6
C. Certificación de Registros e Informes..... II-6
D. Presentación de Resultados de Pruebas..... II-7
E. Equipo de Muestreo..... II-7
F. Ordenes de Muestreo y Pruebas..... II-8
G. Descontinuación..... II-8
205 DERECHO DE ENTRAR A INSPECCIONAR Y EXAMINAR..... II-10
206 INFORMACION DISPONIBLE AL PUBLICO..... II-11
207 PLANES DE OPERACION..... II-12
208 REVISIONES DE ESTE REGLAMENTO..... II-13
A. Efectividad delas Enmiendas..... II-13
B. Peticiones de Revisión..... II-14
C. Revisiones a Causa de Cambios en la Reglamentación Federal..... II-14
D. Aviso Público y Vista Pública Sobre Revisiones a este Reglamento..... II-15
E. Efectos de las Revisiones Pendientes II-15
F. Efectos de las Revisiones Sobre los Permisos Válidos, los Planes de Cumplimiento y las Dispensas..... II-16

PAGINA

G. Peticiones para Excluir un Desperdicio Sólido Peligroso Producido en una Facilidad Particular..... II-17
209 VISTAS PERIODICAS MANDATORIAS SOBRE EL REGLAMENTO..... II-19
210 VISTAS PUBLICAS Y AVISOS PUBLICOS..... II-19
A. Vistas Públicas..... II-19
B. Avisos Públicos..... II-20
C. Informes sobre los Asuntos Tratados en las Vistas Públicas..... II-21
211 NOTIFICACION DE VIOLACION Y ORDENES DE CUMPLIMIENTO..... II-22
212 CIERRE DE UNA FACILIDAD DE DESPERDICIO SOLIDO O DE UNA ACTIVIDAD GENERANTE.... II-22
213 PENALIDADES Y REVOCACION DE PERMISOS... II-23
214 ESTORBO PUBLICO..... II-24
215 ACCIONES LEGALES DEL CIUDADANO..... II-24
216 DISPOSICIONES CONFLICTIVAS O CONTRADICTORIAS..... II-24
217 DEROGACION..... II-25
218 CLAUSULA DE SEPARABILIDAD..... II-25

PARTE III PROHIBICIONES GENERICAS

REGLA 301 PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... III-1
302 PROHIBICIONES GENERICAS..... III-1
A. Prohibiciones Genéricas contra Contaminación por Desperdicio Sólido..... III-1
B. Requisito General para Cumplimiento con el Reglamento y Permisos..... III-1
C. Prohibiciones Genéricas a la Transportación de Desperdicio Sólido..... III-2
D. Prohibiciones Genéricas para el Manejo de Desperdicio Sólido..... III-2
E. Sitios para el Manejo de Desperdicio Sólido..... III-3
F. Sitios Adicionales para el Manejo de los Desperdicios Sólidos No Peligrosos..... III-4
G. Prohibiciones Especiales Relativas a Chatarras y Condiciones de los Sitios..... III-4

PAGINA

303 QUEMADO A CAMPO ABIERTO..... III-5
A. Prohibición Genérica..... III-5
B. Excepciones..... III-6
304 PROHIBICIONES GENERICAS PARA FACILIDADES DE DESPERDICIO SOLIDO..... III-7
A. Prohibición Contra Ubicación en Area Inundable..... III-7
B. Especies en Peligro de Extinción... III-8
C. Contaminación del Agua Superficial o Aguas Marinas..... III-8
D. Prohibiciones Sobre Contaminantes Especiales..... III-9
E. Vectores de Enfermedades..... III-9
F. Prohibiciones Relativas a Cieno de Aguas Usadas y Bombeados de Pozo Séptico..... III-9
G. Prohibiciones Relativas a Seguridad Pública..... III-13
H. Prohibiciones Genéricas sobre Desperdicio Sólido Peligroso..... III-14
I. Excepciones..... III-14
305 CONTAMINACION DEL AGUA SUBTERRANEA..... III-15

PARTE IV DISPOSICIONES ESPECIALES PARA GENERADORES, RECOLECTORES, TRANSPORTADORES Y DUEÑOS U OPERADORES DE FACILIDADES DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS

REGLA 401 PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... IV-1
402 PLANES DE OPERACION PARA DESPERDICIOS NO PELIGROSOS..... IV-2
A. Fecha Límite para Someter los Planes..... IV-2
B. Requisitos Especiales para Desperdicio Sólido No Peligroso..... IV-2
C. Requisitos Adicionales para Planes de Operación para Actividad Generante y Servicios de Recolección de Desperdicio Sólido No Peligroso.... IV-3
D. Procedimientos para Emergencias.... IV-4
E. Coordinación con Actividades de Desperdicio Sólido Peligroso..... IV-4
403 RESPONSABILIDAD DE LOS SERVICIOS PRIVADOS DE RECOLECCION DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS..... IV-4

PAGINA

404 RECOLECCION Y ALMACENAMIENTO DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS..... IV-5
405 METODO DE ALMACENAMIENTO DE DESPERDICIO NO PELIGROSO..... IV-7
A. Receptáculos individuales no Desechables..... IV-7
B. Receptáculos Desechables..... IV-7
C. Receptáculos Comerciales o de gran Tamaño..... IV-8
D. Almacenamiento Temporero a Campo Abierto..... IV-8
E. Desperdicio Voluminoso..... IV-9

PARTE V REQUISITOS ESPECIALES PARA EL MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES PARA LOS GENERADORES DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS, TRANSPORTADORES Y DUEÑOS U OPERADORES DE FACILIDADES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

REGLA 501 PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... V-1
502 MANTENIMIENTO DE REGISTROS DE LA FACILIDAD O DE LAS ACTIVIDADES OPERACIONALES..... V-1
A. Requisitos para el Generador..... V-1
B. Requisitos para los Transportadores. V-3
C. Requisitos para los Dueños u Operadores de las Facilidades para Desperdicios Sólidos Peligrosos..... V-4
503 INFORME DE LA FACILIDAD U OPERACIONES DE LA ACTIVIDAD..... V-7
A. Informes Anuales..... V-7
B. Mantenimiento de Registros e Informes Relativos a Muestreo de Agua Subterránea..... V-12
C. Otros Informes..... V-15
504 MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES SOBRE EL MANIFIESTO..... V-15
A. Requisitos Exigidos al Generador en cuanto al Mantenimiento del Registro del Manifiesto..... V-15
B. Requisitos Exigidos al Generador en cuanto al Informe del Manifiesto.... V-16
C. Requisitos Exigidos al Transportador el Mantenimiento del Registro del Manifiesto..... V-16

PAGINA

D. Requisitos para Informes de Manifiesto a los Dueños u Operadores de Facilidades para Desperdicios Sólidos Peligrosos..... V-17

505 DISPOSICIONES GENERALES CON RELACION AL MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES... V-22

A. Retención de Registros..... V-22

B. Disponibilidad de Registros..... V-23

C. Extención Automática de la Retención de Registros..... V-23

D. Requisitos Especiales para la Retención de Registros de Disposición de Desperdicio..... V-23

PARTE VI CLASIFICACION COMO DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

REGLA 601 PROPOSITOS, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... VI-1

602 REQUISITOS DE EVALUACION DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VI-1

603 CRITERIOS PARA LA CLASIFICACION DE LAS CARACTERISTICAS DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VI-2

A. Criterios para las Características de Desperdicio Sólido Peligroso.... VI-2

B. Criterio para Anotar un Desperdicio Sólido Peligroso..... VI-3

604 CARACTERISTICAS DE LOS DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS..... VI-6

A. Inflamable..... VI-6

B. Corrosivo..... VI-8

C. Reactividad..... VI-10

D. Toxicidad por el Procedimiento de Extracción ((EP) Toxicity)..... VI-11

E. Reservada..... VI-14

F. Reservada..... VI-14

G. Reservada..... VI-14

H. Reservada..... VI-14

I. Desperdicio Sólido Peligroso de Otra Manera no Clasificado..... VI-14

605 DESPERDICIOS EXTREMADAMENTE PELIGROSO... VI-15

606 REQUISITOS ESPECIALES PARA CIERTOS DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS..... VI-15

PAGINA

A. Generadores de Pequeñas Cantidades... VI-15
B. Desperdicio Sólido Peligroso que es Usado, Re-Usado, Recirculado o Reclamado..... VI-18
C. Residuos de Desperdicio Sólido Peligroso en Receptáculos Vacíos..... VI-19

607 MATERIALES DESCARTADOS COMO DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VI-20
A. Materiales Descartados como Desperdicio Sólido Peligroso..... VI-20
B. Materiales Descartados como Desperdicio Sólido Severamente Peligroso... VI-22
C. Materiales Descartados como Desperdicio Tóxico..... VI-23

608 LISTADO DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO... VI-23

PARTE VII DISPOSICIONES ESPECIFICAS RELATIVAS A GENERADORES Y TRANSPORTADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

REGLA 701 PROPOSITO, ALCANCE y APLICABILIDAD..... VII-1
702 NORMAS PARA LOS GENERADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VII-2
A. Requisitos Generales Aplicables a los Generadores de Desperdicio Sólido Peligroso..... VII-2
B. Determinación del Desperdicio Sólido Peligroso..... VII-3
C. Número de Identificación..... VII-4

703 EL USO DEL SISTEMA DE MANIFIESTOS PARA GENERADORES Y TRANSPORTADORES DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS..... VII-5
A. Preparación del Manifiesto..... VII-5
B. Designación de Facilidad de Desperdicio Sólido Peligroso..... VII-5
C. Incapacidad de Efectuar la Entrega... VII-6
D. Contenido del Manifiesto..... VII-6
E. Uso del Manifiesto..... VII-8
F. Embarques no Entregados..... VII-10

704 REQUISITOS DE PRE-TRANSPORTACION PARA GENERADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VII-11
A. Empaque..... VII-11
B. Rotulación y Marcado..... VII-11
C. Marbetes..... VII-12

PAGINA

D. Tiempo de Almacenamiento Temporero Permitido..... VII-13
705 REQUISITOS ESPECIALES PARA CIERTOS GENERADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VII-15
A. Embarques Internacionales..... VII-15
B. Embarque Interestatal..... VII-18
C. Modo de disponer de los Plaguicidas por los Agricultores..... VII-20
706 DISPOSICIONES ESPECIFICAS APLICABLES A TRANSPORTADORES DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS..... VII-20
A. Requisitos Aplicables a Transportadores de Desperdicio Sólido Peligroso..... VII-20
B. Requisitos para la Identificación de Vehículos y Símbolos de Desperdicio Sólido Peligroso..... VII-22
C. Requisitos para la Transportación de Desperdicio Sólido Peligroso y Aceptación del Desperdicio Sólido Peligroso de los Transportadores..... VII-23
D. Cumplimiento con el Manifiesto..... VII-25
E. Requisitos Especiales para Embarques por Barco..... VII-25
F. Requisitos Especiales para Embarques Internacionales..... VII-27
707 EMERGENCIAS DURANTE LA TRANSPORTACION.... VII-27
A. Definición de Emergencia Durante la Transportación..... VII-27
B. Requisitos de Aviso y Respuesta al Transportador..... VII-27
C. Remoción de una Emergencia..... VII-30
D. Responsabilidad del Transportador por Barco de Notificar..... VII-30
E. Responsabilidad del Transportador de Limpiar..... VII-31

PARTE VIII DISPOSICIONES ESPECIALES PARA FACILIDADES DE TRATAMIENTO, ALMACENAMIENTO, Y DISPOSICION DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

REGLA 801 PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... VIII-1
802 DISPOSICIONES GENERALES PARA FACILIDAD DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VIII-2

PAGINA

A. Riesgo Inminente..... VIII-2
B. (Reservada)..... VIII-3
803 NORMAS APLICABLES A FACILIDADES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VIII-3
A. Número de Identificación..... VIII-3
B. Avisos Requeridos..... VIII-3
C. Requisitos para la Selección de la Ubicación..... VIII-4
D. Seguridad..... VIII-5
E. Procedimientos de Emergencia en el Plan de Operación..... VIII-7
F. Inspecciones..... VIII-12
804 MONITORIA DE AGUA SUBTERRANEA..... VIII-14
A. Programa de Monitoría del Agua Subterránea..... VIII-14
B. Sistema de Monitoría del Agua Subterránea..... VIII-18
C. Plan de Muestreo y Análisis del Agua Subterránea..... VIII-20
D. Programa de Evaluación de la Calidad del Agua Subterránea..... VIII-23
805 CIERRE Y CIERRE-POSTERIOR..... VIII-28
A. Cierre..... VIII-28
B. Cierre-Posterior..... VIII-34
C. Aviso en el Registro de la Propiedad VIII-38
D. Notificación a la Junta de Planificación y a la Junta de Calidad Ambiental..... VIII-39
E. Aplicación a Sitios Previos de Disposición..... VIII-41
806 REQUISITOS DE FINANCIAMIENTO..... VIII-41
A. Arreglo Financiero para el Cierre y Cierre-Posterior..... VIII-41
B. Continuación del Arreglo Financiero después del Cierre..... VIII-41
C. Someter el Arreglo Financiero y Determinación de la Responsabilidad Potencial..... VIII-42
D. (Reservada)..... VIII-43
E. Excepciones al Arreglo Financiero... VIII-43
F. Determinación del Costo de Cierre... VIII-43
G. (Reservada)..... VIII-44
H. Determinación del Costo de Cierre-Posterior..... VIII-44
I. (Reservada)..... VIII-45

PAGINA

J. (Reservada)..... VIII-45
K. Re-someter el Arreglo Financiero.... VIII-45
807 REQUISITOS DE SALUD PUBLICA Y DEL AMBIENTE..... VIII-45
A. Pozos de Inyección..... VIII-45
B. Contaminación de Agua Superficiales. VIII-46
C. Contaminación de Agua Subterránea... VIII-46
D. Contaminación del Aire..... VIII-46
E. Contaminación por Sonido..... VIII-47
F. Areas de Manejo para Desperdicio.... VIII-48
G. Remoción de Desperdicio Sólido Peligroso Dispuesto..... VIII-48
H. Facilidad para el Manejo de Desperdicio Sólido Peligroso y No Peligroso..... VIII-49
I. Análisis Químico y Físico..... VIII-49
808 EQUIPO, PERSONAL, REQUISITOS DE ADIESTRAMIENTO..... VIII-52
A. Equipo..... VIII-52
B. Personal..... VIII-53
C. Adiestramiento del Personal..... VIII-54
809 DESPERDICIO INFLAMABLE, REACTIVO O INCOMPATIBLE..... VIII-57
A. Precaución para Desperdicio Inflamable o Reactivo..... VIII-57
B. Manejo de Desperdicio Inflamable, Reactivo o Incompatible..... VIII-58
810 ESTADO DE PREPARACION Y PREVENCION..... VIII-59
A. Aplicabilidad..... VIII-59
B. Mantenimiento y Operación de la Facilidad..... VIII-59
C. Equipo Requerido..... VIII-59
D. Equipo de Prueba y Mantenimiento de Equipo..... VIII-61
E. Acceso a los Sistemas de Comunicaciones o Alarmas..... VIII-61
F. Espacio Libre Requerido..... VIII-62
G. Convenios con las Autoridades Locales..... VIII-62
811 MANUAL DE OPERACIONES..... VIII-64
A. Preparación del Manual de Operaciones..... VIII-64
B. Contenido Mínimo del Manual de Operaciones..... VIII-64

PAGINA

812 REQUISITOS PARA EL ALMACENAMIENTO DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS EN RECEPTACULOS..... VIII-68
A. Aplicabilidad..... VIII-68
B. Requisitos para la Facilidad..... VIII-69
C. Requisitos para los Receptáculos.... VIII-70
D. Manejo de los Receptáculos..... VIII-71
E. Inspección..... VIII-73
813 TANQUES PARA ALMACENAMIENTO Y TRATAMIENTO VIII-74
A. Aplicabilidad..... VIII-74
B. Requisitos de Operación..... VIII-74
C. Análisis de Desperdicio y Pruebas de Ensayo..... VIII-75
D. Inspecciones..... VIII-76
E. Cierre..... VIII-77
F. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo..... VIII-78
G. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible..... VIII-79
H. (Reservada)..... VIII-79
I. (Reservada)..... VIII-80
814 INCINERADORES..... VIII-80
A. Aplicabilidad..... VIII-80
B. Análisis del Desperdicio..... VIII-81
C. Inspección del Desperdicio..... VIII-82
D. Condición Operacional..... VIII-83
E. (Reservada)..... VIII-84
F. Cierre..... VIII-84
815 TRATAMIENTO TERMAL..... VIII-84
A. Aplicabilidad..... VIII-84
B. (Reservada)..... VIII-85
C. (Reservada)..... VIII-85
D. Requisitos Generales de Operación... VIII-85
E. Análisis del Desperdicio..... VIII-85
F. Inspección y Monitoría..... VIII-86
G. (Reservada)..... VIII-88
H. (Reservada)..... VIII-88
I. (Reservada)..... VIII-88
J. Cierre..... VIII-88
816 RELLENO PARA DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO VIII-89
A. Aplicabilidad..... VIII-89
B. Requisitos Generales..... VIII-89
C. Cierre y Cierre-Posterior..... VIII-100

PAGINA

D. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo..... VIII-103
E. Requisito Especial para Desperdicio Incompatible..... VIII-104
F. Requisitos Especiales para Desperdicio Líquido..... VIII-104
G. Requisitos Especiales para la Disposición de Receptáculo..... VIII-105
H. (Reservada)..... VIII-105
817 EMBALSES SUPERFICIALES..... VIII-106
A. Aplicabilidad..... VIII-106
B. Requisitos Generales..... VIII-106
C. Análisis del Desperdicio y Pruebas de Ensayo..... VIII-113
D. Inspecciones..... VIII-114
E. (Reservada)..... VIII-114
F. Cierre y Cierre-Posterior..... VIII-115
G. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable, o Reactivo..... VIII-116
H. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible..... VIII-116
I. (Reservada)..... VIII-117
818 MONTICULO PARA DESPERDICIO..... VIII-117
A. Aplicabilidad..... VIII-117
B. Protección Contra el Viento..... VIII-117
C. Análisis del Desperdicio..... VIII-117
D. Contención..... VIII-119
E. (Reservada)..... VIII-120
F. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable, o Reactivo..... VIII-120
G. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible..... VIII-120
819 FACILIDADES DE TRATAMIENTO EN EL TERRENO. VIII-121
A. Aplicabilidad..... VIII-121
B. Requisitos Generales de Operación... VIII-121
C. Análisis del Desperdicio..... VIII-125
D. (Reservada)..... VIII-126
E. Cosechas de la Cadena Alimenticia... VIII-126
F. (Reservada)..... VIII-128
G. Zona No Saturada (Zona de Aeración), Monitoría..... VIII-128
H. Mantenimiento de Registros..... VIII-131
I. Cierre y Cierre-Posterior..... VIII-131

PAGINA

J. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo..... VIII-135
K. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible..... VIII-135
820 FACILIDADES DE TRATAMIENTO QUIMICO, FISICO Y BIOLOGICO DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO..... VIII-135
A. Aplicabilidad..... VIII-135
B. Requisitos Generales..... VIII-136
C. Cierre..... VIII-139
D. Inspección..... VIII-139
E. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo..... VIII-140
F. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible..... VIII-141
821 (RESERVADA)..... VIII-141
822 INYECCION SUBTERRANEA..... VIII-141

PARTE IX PERMISOS PARA CONSTRUIR Y OPERAR FACILIDADES, SERVICIOS Y ACTIVIDADES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS; PLANES DE CUMPLIMIENTO; DISPENSAS

REGLA 901 PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD..... IX-1
902 PERMISO PARA CONSTRUIR FACILIDADES NUEVAS O MODIFICADAS PARA DESPERDICIOS SOLIDOS.. IX-1
A. Requisitos de Permiso..... IX-1
B. Solicitudes de Permiso..... IX-1
C. Requisitos de Información..... IX-3
D. Requisitos de Información Adicional Relativos a Facilidades de Desperdicio Sólido Peligroso..... IX-8
E. Normas para Conceder Permisos de Construcción..... IX-10
F. Condiciones en los Permisos..... IX-11
G. Condiciones Adicionales sobre los Permisos..... IX-13
H. Revisión de un Permiso..... IX-13
I. Extracción de un Permiso..... IX-13
J. Permiso por Regla (Permit by Rule).. IX-13
K. Exclusiones Específicas..... IX-15
903 PERMISO PARA OPERAR FACILIDADES PARA DESPERDICIO SOLIDO..... IX-16
A. Permiso Requerido..... IX-16
B. Solicitudes..... IX-16
C. Requisitos de Información..... IX-17

PAGINA

D. Requisitos de Información Adicional Relativos a Facilidades de Desperdicio Sólido Peligroso..... IX-18
E. Normas para Conceder Permisos de Operación..... IX-18
F. Condiciones sobre los Permisos para Operar..... IX-19
G. Condiciones Adicionales sobre el Permiso..... IX-21
H. Pruebas de Funcionamiento..... IX-22
I. Período de Validez..... IX-22
J. Renovación de un Permiso para Operar. IX-22
K. Permiso por Regla..... IX-23
L. Exclusiones Específicas..... IX-23

904 PERMISO PARA OPERAR SERVICIOS DE TRANSPORTACION DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO. IX-23
A. Aplicabilidad..... IX-23
B. Requisito de Permiso..... IX-24
C. Solicitudes..... IX-25
D. Normas para la Conseción de Permisos Para Operar..... IX-26

905 PERMISO PARA OPERAR SERVICIO DE RECOLECCION DE DESPERDICIO SOLIDO NO-PELIGROSO... IX-26
A. Aplicabilidad..... IX-26
B. Requisito de Permiso..... IX-26
C. Solicitudes..... IX-27
D. Normas para Conceder Permisos para Operar..... IX-29

906 PERMISO PARA OPERAR UNA ACTIVIDAD GENERADORA DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO-PELIGROSOS IX-29
A. Aplicabilidad..... IX-29
B. Requisito de Permiso..... IX-29
C. Solicitudes..... IX-30
D. Normas para Conceder los Permisos para Operar..... IX-31

907 RESPONSABILIDAD CONTINUA DE CUMPLIMIENTO.. IX-31

908 PLANES INICIALES DE CUMPLIMIENTO PARA FACILIDADES Y SERVICIOS DE RECOLECCION Y TRANSPORTACION EXISTENTES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS Y PLANES DE CUMPLIMIENTO DE EJECUCION POR VIOLACIONES DE CUALQUIER REQUISITO DE ESTE REGLAMENTO..... IX-32
A. Aplicabilidad..... IX-32
B. Planes de Cumplimiento Inicial..... IX-34

PAGINA

C. Planes de Cumplimiento Inicial y de Ejecución Propuestos..... IX-35
D. Contenido del Plan de Cumplimiento Propuesto..... IX-36
E. Conferencia de Pre-Solicitud..... IX-37
F. Normas para Conceder Planes de Cumplimiento..... IX-38
909 DISPENSAS..... IX-38
A. Autorización de una Dispensa..... IX-38
B. Conferencia de Pre-Solicitud..... IX-38
C. Solicitudes..... IX-39
D. Normas para Conceder Dispensas..... IX-40
E. Procedimientos para las Solicitudes de Dispensa..... IX-41
F. Período de Validez..... IX-41
910 DISPENSAS TEMPORERAS A CAUSA DE EMERGENCIAS..... IX-41
911 PERMISOS DE EMERGENCIAS..... IX-42
A. Autorización de Permisos de Emergencia..... IX-42
B. Procedimientos para Permisos de Emergencia..... IX-42
912 PROCEDIMIENTOS Y TOMA DE DECISION EN LOS PERMISOS..... IX-43
A. Aplicabilidad..... IX-43
B. La Solicitud es de un Permiso..... IX-44
C. Acción sobre la Solicitudes..... IX-45
D. Modificación, Renovación, Re-Expedición o Terminación de un Permiso..... IX-45
E. Borradores de Permisos..... IX-48
F. Declaración de Fundamentos..... IX-49
G. Hoja de Datos..... IX-50
H. Aviso Público sobre Acciones para Permisos y Período de Comentarios del Público..... IX-52
I. Comentarios del Público y Solicitudes de Vistas Públicas..... IX-55
J. Vistas Públicas..... IX-55
K. Respuestas a los Comentarios..... IX-57
L. Transferencia de un Permiso..... IX-57
M. Permiso de Operación Temporero..... IX-58

PARTE I

DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

PAGINA

PARTE X CARGOS POR PERMISOS

REGLA 1001 CARGOS POR PERMISOS..... X-1
A. Aplicabilidad..... X-1
B. Cargos por Radiación..... X-2
C. Cargos por Permisos..... X-2
D. Cargos por Renovación..... X-3
E. Listado para Cargos por Permisos y Cargos por Renovación..... X-4
F. Excepciones a los Cargos de Permisos X-6
G. Exclusiones Específicas..... X-7
H. Cargos por Transferencias de Propiedad o Cambio de Ubicación..... X-7
I. Duplicados de Permisos..... X-8
J. Cargos por Revisiones..... X-8
1002 CARGOS POR PRUEBAS
A. Autoridad para Prueba..... X-8
B. Procedimiento para las Pruebas..... X-9
C. Gastos por Pruebas..... X-9
D. Procedimientos para el Pozo de los Gastos por Pruebas..... X-9
E. Copia de los Resultados de las Pruebas..... X-10

Núm. 2863
5 de mayo de 1983 10:30 A.M.
Aprobado: Carlos S. Quirós
Secretario de Estado

Por: [signature]
Secretaria Auxiliar de Estado

REGLAMENTO PARA EL CONTROL DE LOS DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS Y NO PELIGROSOS

PARTE I - DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

REGLA 101 - PROPOSITOS, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte provee definiciones de palabras y frases y abreviaturas aplicables a este reglamento. Algunas de las definiciones fueron adoptadas de otros reglamentos de la Junta de Calidad Ambiental y de estatutos y reglamentos federales. Excepto según se establece más adelante, y a menos que un significado diferente de una palabra o término esté claro en su contexto, esas palabras o términos tendrán el mismo significado según usadas en estos reglamentos como lo han de tener cuando son usadas en los estatutos o reglamentos de los cuales fueron adoptados.

REGLA 102 - DEFINICIONES

Las siguientes definiciones aplican a través de este reglamento. Donde una palabra o frase en cualquier definición esté intimamente relacionada a una palabra o frase que ya está definida en esta regla, dicha palabra o frase estará encerrada entre comillas.

Actividad Generadora de Desperdicio Sólido No-Peligroso

Cualquier acto, evento o actividad que ocasione, de lugar a, o genere una cantidad sustancial de desperdicio sólido no-peligroso, o que ocasione problemas relativos a la disposición de desperdicio , incluyendo, pero no limitado a lo siguiente:

1. Demoliciones de edificios;
2. Construcción de desarrollos industriales o comerciales;
3. Utilización de parques de recreo, áreas de acampar y áreas similares; y
4. Conducir una actividad de recuperación (Salvaging) de materiales reusables.

Acuífero

Aquella formación geológica, grupo de formaciones geológicas, o parte de una formación capaz de producir una cantidad significativa de "agua subterránea" a pozos o manantiales.

Acuífero Confinado

Aquel "acuífero" sellado por capas impermeables por arriba y por debajo, o por capas de permeabilidad distintamente más baja que el "acuífero" por sí mismo.

Aeración de un Recipiente

El método específico de "recipientes" vacios que han contenido material volátil y que consiste en abrir el recipiente y colocarlo en posición invertida por lo menos por cinco (5) días.

Aeropuerto Público

Cualquier aeropuerto abierto al público sin permiso previo y sin más restricciones que aquellas otras que resulten de las limitaciones de las facilidades disponibles en el aeropuerto.

Agua Subterránea

Agua bajo la superficie del terreno en la "zona de saturación".

Alimento para Animales

Cualquier cosecha cultivada para consumo directo por animales, tales como cosechas de pasto, forraje y granos.

Almacenamiento de Desperdicio Sólido No Peligroso

La acumulación de "desperdicio sólido" no peligroso luego de generado.

Almacenamiento de Desperdicio Sólido Peligroso

La acumulación de "desperdicio sólido peligroso" por un período temporero al final del cual el desperdicio es "tratado", "dispuesto de", o "almacenado" en otra parte.

APA

La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos de América.

Aplicación Periódica de Material de Relleno

La aplicación y compactación de material de relleno, o de otro material adecuado sobre los "desperdicios sólidos" "dispuestos" al finalizar cada día de operación, o con tal frecuencia y en tal forma que elimine el riesgo de fuegos, e impida que los "vectores" ganen acceso a los desperdicios.

Area de Inundación, Area de Inundación de 100 Años

Las tierras bajas que son o que pueden ser inundadas por la "inundación de referencia" incluyendo áreas relativamente llanas cercanas a aguas costaneras y áreas de islotes costa afuera.

Area de No-Logro

Cualquier área en la cual la calidad del aire del ambiente es demostrado por "monitoría" o modelaje de la calidad del aire (o por cualquier acuerdo con cualquier otro método aprobado por la "Junta") que excede cualquier Norma Nacional de Calidad de Aire para cualquier contaminante establecida bajo la Ley de Aire Limpio.

Areas Sensitivas

Cualquier área que es susceptible a daño ambiental, incluyendo manglares, áreas inundables, áreas húmedas, áreas críticas donde habitan especies en peligro de extinción y zona de recarga de todos los "acuíferos" que son o pueden ser una fuente de agua potable.

Atenuación

Cualquier disminución en la concentración máxima o cantidad total de un componente químico o biológico, ya sea sobre el tiempo, sobre la distancia recorrida y que resulta de la reacción o transformación física, química o biológica ocurriendo en la "zona de aeración" o en la "zona de saturación".

Capacidad de Intercambio de Cationes

La suma del intercambio de cationes que el suelo pueda absorber expresado en mili-equivalentes por 100 gramos de suelos, según determinado al muestrear el suelo a la profundidad de cultivo de "desperdicio sólido ", lo que sea mayor, y analizando por el método de adición para suelos distintamente ácidos o el método de sodio acetado ("Sodium Acetate Method") para suelos neutrales, calcareos o salinos ("Methods of Soil Analysis, Agronomy Monograph #9" C.A. Black ed, American Society of Agronomy, Madison Wisconsin PP 891-901, 1965).

Chatarra (Junk Vehicle)

Todo vehículo de motor según definido en la Ley Núm. 141 de julio 20 de 1960, según enmendada, o un remolque, o un transporte aéreo o marítimo, entero o en partes que no funciona y que ha sido abandonado.

Cieno

Cualquier sólido, semi-sólido o desperdicio líquido generado en cualquier planta de tratamiento de desperdicios domésticos, de

desperdicios industriales, de plantas de filtración de agua potable, de sistemas de control de emisiones atmosféricas o cualquier otro desperdicio que tenga características y efectos similares, pero no el efluente tratado descargado de las plantas de tratamiento de aguas usadas.

Cierre

El acto de asegurar una "facilidad de desperdicios sólidos" después de que esta o parte de esta ha cesado de recibir "desperdicio sólido " para "almacenamiento","tratamiento" o "disposición" a fin de satisfacer las condiciones de registro y otros requisitos establecidos en este reglamento.

Cierre Parcial

El "cierre" de una parte discreta de una facilidad de acuerdo con los requisitos de este reglamento.

Comienzo de la Construcción

Cuando el "dueño" u "operador" de una "facilidad de desperdicio sólido " haya obtenido todas las aprobaciones o permisos necesarios previos a la construcción, según requeridos por las leyes y reglamentos federales aplicables y con los reglamentos y leyes sobre el control de los "desperdicios sólidos" del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, y que además haya:

1. Comenzado, o haya causado el comienzo de un programa contínuo de construcción física de la facilidad en "su-localización", o

2. Entrado en acuerdos comprometedores u obligaciones de contrato, los cuales no pueden ser cancelados o modificados sin una pérdida sustancial al "dueño" u "operador" para realizar un programa de construcción de dicha facilidad a ser completada dentro de un tiempo razonable.

Compactador

Toda máquina que reduce el volumen de los "desperdicios sólidos" forzándolos usualmente dentro de un recipiente para su "almacenamiento" "transportación" o "disposición".

Componente del Desperdicio Peligroso

Aquel componente que es designado por la "Junta" como peligroso o que causa que el Administrador de la Agencia de Protección Ambiental ("APA") anote el "desperdicio sólido peligroso" en el 40 CFR Parte 261, Subparte D, Listas de Desperdicios Peligrosos, o que es anotado en la Tabla I, 40 CFR 261.24; pero en ambos casos sólo, después que las listas, o cualquier cambio a ellas ha sido aprobado por la "Junta".

Contaminación

La degradación significativa de la calidad natural del terreno, las aguas y el aire, ya sea directa o indirectamente como resultado de las actividades del hombre en violación a las reglas y reglamentos aplicables.

Contaminación por Desperdicio Sólido

La presencia en o sobre algún terreno o agua de cualquier "desperdicio sólido", en tal cantidad, o de tal naturaleza y duración o bajo tales condiciones que afecte o pueda afectar la salud y el bienestar humano, la vida animal o vegetal, o la propiedad, incluyendo agua superficial o "agua subterránea"; o que interfiera con el disfrute de la vida o propiedad; cree contaminantes del aire; o cause violaciones de los estandares aplicables de calidad de aire, o aguas superficiales; o cause o contribuya a la contaminación significativa de cualquier fuente de agua subterránea pública o privada de abastos de agua.

Cosechas de la Cadena Alimenticia

Cosechas cultivadas para el consumo humano incluyendo tabaco, o cosechas cultivadas como alimento para animales cuyos productos son consumidos por humanos.

Cosechas para Consumo Directo de Humanos

Cosechas que son consumidas por humanos sin procesar para disminuir los agentes patógenos antes de su distribución al consumidor.

Derrame ("Spill") de Desperdicio Sólido

Cualquier "descarga" o escape accidental o intencional no autorizado de "desperdicio sólido " sobre el terreno o el agua.

Derrumbe (Washout)

El arrastre de "desperdicio sólido " por las aguas de la "inundación de referencia".

Descarga

Cualquier "derrame", filtración, bombeo, vertido, emisión, vaciado o disposición accidental o intencional de "desperdicio sólido" en o sobre el terreno o al agua.

Desperdicio Agrícola

Cualquier "desperdicio sólido" producido como resultado de actividades agrícolas, a excepción de las podas de piña y la cáscara de arroz y tallos.

Desperdicio de Comida (Food Waste)

Desperdicio orgánico o "putrescible" que resulta de la manipulación, procesamiento, almacenamiento, venta, preparación, cocido, servido o consumo de alimentos.

Desperdicio Incompatible

Aquel "desperdicio sólido peligroso" que es inaceptable para:

1. Colocarse en un aparato o facilidad particular porque puede causar corrosión o deterioro de los materiales de contención (ej., revestimiento de los "receptáculos" o de las paredes de los "tanques") o

2. Mezclarse con otro desperdicio o material bajo condiciones no controladas, ya que la mezcla puede producir calor o presión, fuego o explosión, reacciones violentas; polvos, niebla, vapores tóxicos; o gases y vapores inflamables o gases.

Desperdicio Sólido Peligroso

A. Cualquier "desperdicio sólido" que es designado como peligroso por la "Junta" o que no está excluído por la Subparte B de esta definición y que está anotado como un "desperdicio sólido peligroso" a tenor con las Reglas 607 y 608 (incluyendo mezclas de "desperdicio sólido" y de los "desperdicios sólidos peligrosos" así anotados) o que exhiben cualquiera de las características de "desperdicios sólidos peligrosos" identificados en la Regla 604.

Todo "desperdicio sólido" que es un "desperdicio sólido peligroso" y que no ha sido determinado como no-peligroso a tenor con la Regla 208(G) permanece siendo un "desperdicio sólido peligroso" aún cuando, como resultado de "almacenamiento" o disposición, o como resultado de la dilución, deja de exhibir las características establecidas en la Regla 604.

Todos los materiales producidos de "desperdicio sólido peligroso", pero que han dejado de ser un desperdicio sólido" (según definido en esta Regla) dejan de ser también un

"desperdicio sólido peligroso"

B. El siguiente "desperdicio sólido" no es "desperdicio sólido peligroso" a menos que así sea designado por la "Junta":

1. "Desperdicio residencial" incluyendo, pero sin limitarse" a "desperdicio residencial" que ha sido "recolectado", "transportado", "almacenado", "tratado", "dispuesto", recuperado, o re-usado.
2. "Desperdicio sólido" generado por el cultivo y recolección de cosechas agrícolas y por la crianza de animales, incluyendo el estiercol que es retornado al terreno como fertilizante.
3. "Desperdicio estéril de la minería retornado al sitio de la mina".
4. Desperdicio de ceniza generado por la combustión de carbón natural u otros combustibles fósiles, incluyendo los desperdicios del control de emisiones de gases de chimenea.
5. Líquidos de perforación, aguas producidas y otro desperdicio asociado con la exploración, desarrollo o producción de aceite crudo, gas natural o energía goetérmica.

Desperdicio Residencial

Cualquier material de desperdicio generado en residencias, incluyendo, pero sin limitarse a desperdicio de comida, basura y desperdicio sanitario de pozos sépticos.

Desperdicio Sólido

Cualquier desperdicio de comida, basura, cieno o cualquier "otro material desechado", incluyendo todo el "desperdicio sólido peligroso", excepto lo siguiente:

1. Desperdicio líquido doméstico (o cualquier mezcla de desperdicio líquido doméstico y otro desperdicio que pasa a través de un sistema de alcantarillado hacia una "planta de tratamiento propiedad del gobierno" para su tratamiento;
2. Descargas de desperdicios líquidos industriales que son "descargas" de "fuentes precisadas" sujetas a reglamentación bajo la Ley de Agua Limpia, según enmendada;
3. Desperdicio líquido usado en la irrigación; y
4. Fuente nuclear especial, o material subproducto según definido por la Ley de Energía Atómica de 1954, según enmendada.

Depósito de Reserva

Cualquier estructura descubierta hecha por el hombre, usada para retener desperdicio sólido como parte de un proceso de tratamiento, usualmente de una capacidad menos de 100,000 galones.

Ejemplos de depósitos de reserva, son los tanques abiertos para mezcla, clarificadores y tanques abiertos de decantación.

Destrucción o Modificación Adversa

La alteración directa o indirecta del hábitat crítico que disminuye apreciablemente la probabilidad de recuperación y supervivencia de especies amenazadas o en peligro de extinción que usan ese hábitat.

Dique

Aquel terraplén o lomo, ya sea natural o hecho de materiales artificiales usado para evitar el movimiento de líquidos, "cienos", sólidos u otros materiales.

Disposición

La "descarga, depósito, inyección, tirado, "derrame, filtrado o depósito de cualquier "desperdicio sólido" dentro o sobre el terreno o agua de tal forma que el mismo o cualesquiera de sus componentes pueda entrar al ambiente o ser emitido al aire, o descargado a cualquier cuerpo de agua, incluyendo "agua subterránea".

Dueño

Aquella "persona" que es dueño de una "facilidad de desperdicio sólido" o de una parte de esa facilidad.

Embalse Superficial ("Surface Impoundment")

Cualquier "facilidad de desperdicio sólido" o parte de una "facilidad para desperdicio sólido" que consiste de una depresión natural topográfica, excavación hecha por el hombre, o "dique" formado fundamentalmente de materiales del terreno que está diseñado para retener una acumulación de desperdicio líquido o desperdicio conteniendo "líquido libre", y que no es un "pozo de inyección" (ej., pozos, estanques y lagunas de retención, almacenamiento, o decantación o aeración).

Embarcación (Vessel)

Incluye toda descripción de barco o cualquier otra nave flotante usada o capaz de ser usada como medio de transportación o para almacenamiento en el agua.

Embarque al Granel por Agua (Water, Bulk Shipment)

La "transportación" al granel de "desperdicio sólido peligroso" que es cargado o llevado a bordo de una "embarcación" sin estar en "receptáculos" o rotulados.

Embarque Internacional

La transportación de "desperdicio sólido peligroso" a o fuera de la jurisdicción de los Estados Unidos, del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, y las Islas Vírgenes de Estados Unidos; pero no la transportación de desperdicio sólido peligroso entre estas jurisdicciones.

Emisiones Fugitivas

Son emisiones atmosféricas que emanan de otras fuentes que nos son chimeneas, conductos o ventiladores (ej., "fuente no-precisada").

En su Localización (On-Site)

En la misma o contiguo a la propiedad geográfica, que puede estar dividida por un derecho de vía, público o privado con tal que si no se controla el acceso del público al derecho de vía, la entrada y salida entre las propiedades deberá estar en una intersección a fin de que el acceso se hará cruzando en vez de ir a lo largo del derecho de vía. Propiedades no contiguas de una misma "persona", pero que están conectadas por un derecho de vía que él controla y al cual el público no tiene acceso, se considera también propiedad en "su-localización".

Escorrentías A ("Run-On")

Cualquier agua de lluvia, "lixiviación", u otro líquido que drene sobre el terreno hacia cualquier parte de una "facilidad de desperdicio sólido ".

Escorrentías de (Run-Off)

Cualquier agua de lluvia, "lixiviación" u otro líquido que drene sobre el terreno desde cualquier parte de una "facilidad de desperdicio sólido ".

Espacio Libre

La distancia vertical entre la parte de arriba de un "tanque" o del "dique" del "embalse superficial" y la superficie del desperdicio contenido en él.

Estación de Trasbordo

Facilidad intermedia para el "almacenamiento", "procesamiento" o manejo de "desperdicio sólido" que sirve para trasladar cargas de éstos a otra unidad de transportación, típicamente una que tiene una capacidad mayor.

Facilidad para Almacenamiento de Desperdicio Sólido

Cualquier "facilidad para desperdicio sólido" en la cual se almacena "desperdicio sólido".

Facilidad para Desperdicio Sólido

Todo terreno, dependencia o embarcación o cualquier sitio usado para la "recolección", "tratamiento" o "disposición" de "desperdicio sólido". Una "facilidad" para "desperdicio sólido" individual podrá tener una o más unidades operacionales para manejar el "desperdicio sólido", pero será considerada una facilidad individual si sus unidades están localizadas en la misma propiedad o en la propiedad contigua. "Plantas para el tratamiento de aguas usadas propiedad del gobierno" que no reciben "desperdicio sólido", según definido anteriormente no son "facilidades de desperdicios sólidos".

Facilidad para la Disposición de Desperdicio Sólido

Cualquier "facilidad de desperdicio sólido" o parte de ella en la cual se dispone intencionalmente "desperdicio sólido" en o sobre el terreno o al agua y en la cual los desperdicios permanecerán después del "cierre" de la facilidad.

Facilidad Designada para el Manejo de Desperdicio Sólido Peligroso

Aquella facilidad para el "tratamiento", "almacenamiento" o "disposición" de "desperdicio sólido peligroso" que:

1. Ha recibido un permiso de la "APA" (o es una facilidad con status interino) de acuerdo con los reglamentos federales o está autorizado para operar en un Estado Autorizado de acuerdo con los reglamentos federales o está operando de acuerdo con este reglamento, y
2. Ha sido designada en el "manifiesto" por un "generador de desperdicio sólido peligroso".

Facilidad Existente para Desperdicio Sólido

Cualquier "facilidad para desperdicio sólido" que estaba en operación, o para la cual el dueño u operador ha "comenzado su construcción", en o con anterioridad a la fecha de vigencia de este reglamento.

Facilidad Nueva o Modificada para Desperdicio Sólido

Cualquier "facilidad para desperdicio sólido" donde la "construcción comenzó" o la "modificación" ocurrió después de la fecha de vigencia de este reglamento.

Facilidad para Desperdicio Sólido No-Peligroso

Cualquier "facilidad para desperdicio sólido" para el "almacenamiento", "tratamiento" o "disposición" de solo desperdicio sólido no peligroso incluyendo, pero sin limitarse a facilidades, tales como:

1. "Estaciones de trasbordo",
2. "Compactadores" (domésticos y plantas centrales),
3. Trituradores (domésticos y plantas centrales),
4. "Incineradores" (domésticos y plantas centrales),
5. Planta de pirólisis (domésticas y plantas centrales),
6. "Rellenos sanitarios",
7. Plantas de recuperación ("salvage yards"),
8. Pulverizadores,
9. "Huminificación parcial" ("compost plants"), y
10. Plantas de re-uso

Facilidad para la Disposición de Desperdicio Sólido Peligroso

Cualquier "facilidad para la disposición de desperdicio sólido" o parte de esta en la cual se dispone intencionalmente "desperdicio sólido peligroso" en o sobre cualquier terreno, donde el desperdicio permanecerá después del cierre de la facilidad.

Facilidad para Desperdicio Sólido Peligroso

Cualquier "facilidad para desperdicio sólido" para el "tratamiento, "almacenamiento" o "disposición" final de desperdicio sólido peligroso, incluyendo, pero no limitada a facilidades tales como:

1. "Rellenos para desperdicio sólido peligroso",
2. Facilidades para procesos de "fijación química",
3. "Facilidades para tratamiento en el terreno",
4. "Incineradores" ("en-su localización" y plantas centrales),
5. "Tratamiento Termal",
6. "Embalse superficial" ("Surface Impoundments"),
7. Facilidades para la recuperación de recursos,
8. Facilidades de tratamiento químico, físico y biológico, y
9. "Tanques"

Facilidad para Tratamiento en el Terreno

Cualquier "facilidad para desperdicio sólido" o parte de ella en la cual el desperdicio sólido es aplicado sobre o "incorporado dentro del suelo". Tales facilidades son "facilidades de disposición de desperdicio sólido" si el desperdicio permanece allí luego de ser cerradas.

Facilidad para Tratamiento Totalmente Cerrada

Aquella facilidad para el tratamiento de "desperdicio sólido peligroso" que está directamente conectada a un proceso de producción industrial y que es construída y operada en una forma que evita la emisión de cualquier "desperdicio sólido peligroso" o cualquier componente al ambiente durante el tratamiento. Un ejemplo es cualquier tubo en el cual se neutraliza desperdicio ácido.

Fijación Química

El proceso de tratamiento que envuelve reacciones químicas entre el "desperdicio sólido" y ciertos componentes químicos, resultando en sólidos que encapsulan, inmobilizan o de otra manera atan los componentes en el desperdicio de tal forma que reducen la lixiviación de los componentes y convierten el desperdicio a más seguro o convenientes para su disposición.

Fuente de Agua Potable Subterránea

Un "acuífero" que suple agua potable para consumo humano o uno en el cual el "agua subterránea" contiene menos de 10,000 Mg/l de sólidos disueltos totales.

Fuente No-Precisada

Cualquier fuente de efluente de agua o emisión al aire que no es una "fuente precisada" (ver también "emisiones fugitivas").

Fuente Precisada

Cualquier fuente discernible, confinada, y discreta de efluentes, incluyendo, pero no limitada a lo siguiente:

1. Para fuentes precisadas de efluentes líquidos, cualquier tubo, drenaje, canal, tunel, conducto, pozo, fisura discreta, recipiente tren rodante, operación de alimentación concentrada, barco u otra embarcación flotante desde la cual los contaminantes son o podrán ser descargados; y
2. Para fuentes precisadas de emisiones al aire, cualquier chimenea, conducto, ventilador a través de los cuales los contaminantes son o podrán ser descargados.

Generador de Desperdicio Sólido Peligroso

Cualquier "persona" por sitio, cuyas acciones o procesos producen "desperdicio sólido peligroso" identificado o anotado en este reglamento.

Generación de Desperdicio Sólido Peligroso

La acción o proceso de producir "desperdicio sólido peligroso".

Humificación Parcial ("Composting")

La descomposición microbiana controlada de desperdicio orgánico produciendo un producto estable de valor potencial como acondicionador de terrenos.

Incineración (Ver "Quema o Incineración")

Incinerador

Cualquier artefacto encerrado utilizando la flama de combustión controlada para degradar termalmente "desperdicio sólido".

Incorporación al Terreno

La inyección de desperdicio sólido debajo de la superficie del terreno o el mezclado de este con el suelo de la superficie.

Incrementos de Progreso

Los pasos que deben ser realizados por el "dueño" u "operador" de una "facilidad para desperdicio sólido " para hacer que ésta cumpla con las reglas y reglamentos aplicables y a tenor con todas las condiciones allí impuestas por la "Junta", según especificado en un plan de cumplimiento aprobado o por cualquier documento legal o documento de obligación expedido por la "Junta".

Inundación de Referencia (Base Flood)

Aquella inundación que tiene sólo la probabilidad del uno porciento (1%) de ocurrir o ser excedida en cualquier año (ej. aquella inundación de una magnitud igualada o excedida según el promedio, sólo una vez en cien (100) años).

Inyección Subterránea

El depósito bajo la superficie de fluídos a través de pozos taladrados, o empujados, o a través de un pozo profundo, donde la profundidad del pozo profundo es mayor que la dimensión mayo de la superficie (ver también "pozo de inyección").

Invasión ("Taking")

Al acosamiento, daño, perseguir, casar, herir, matar, entrampar, capturar, o colectar ciertas plantas, peces o especies salvajes, o intentar envolverse en tal conducta.

JCA (Ver "Junta")

Junta

La Junta de Calidad Ambiental del Estado Libre Asociado de Puerto Rico.

Límite Inferior Explosivo

El porciento más bajo, por volúmen, de una mezcla de gases explosivos que propagará una flama en el aire a veinti cinco (25) grados Centígrado y a la presión atmosférica.

Límite del Desperdicio Sólido ("Solid Waste Boundary")

El perímetro más exterior del área en el cual el "desperdicio sólido" se ha estado "disponiendo" hasta el "cierre" de cualquier "facilidad para desperdicio sólido".

Líquido Libre

Líquido que rápidamente se separa de la parte sólida de un desperdicio bajo la temperatura y presión del ambiente.

Lixiviación ("Leachate")

El líquido que ha percolado a través de, o drenado de desperdicio sólido y que contiene materiales miscibles solubles, parcialmente solubles, suspendidos o componentes removidos de tal desperdicio.

Manejo de Desperdicio Sólido No Peligroso

La administración y control sistemático del "almacenamiento", separación en la fuente, recolección, "transportación", trasbordo, procesamiento, "tratamiento" y "disposición" de "desperdicio sólido no peligroso".

Manejo de Desperdicio Sólido Peligroso

El control sistemático del "almacenamiento", recolección, separación en la fuente, "transportación", procesamiento, "tratamiento", recuperación y "disposición" de "desperdicio sólido peligroso".

Manifiesto

El documento provisto por la "Junta" para identificar la cantidad y composición, y el origen, ruta y destino del

desperdicio sólido peligroso, que está siendo transportado para el "tratamiento", "almacenamiento", o "disposición".

Materia Particulada

Cualquier material, excepto agua, en forma sólida o líquida suficientemente subdividida en partículas pequeñas que está suspendida o es arrastrada por corrientes de aire u otros gases.

Material Descartado

Cualquier material que es considerado descartado si este es abandonado por medio de:

1. "Disposición"; o
2. "Quemado", o "incinerado", exepto cuando el material está siendo quemado como un combustible con el propósito de recuperar energía utilizable; o
3. Está siendo "tratado" física, química, o biológicamente (en vez de "quemado" o "incinerado") en lugar o previo a ser "dispuesto de".

Material Estéril de la Mina Devuelto al Sitio de la Mina

Cualquier material sobre un depósito de mineral económico que es removido para ganar acceso a ese depósito y que luego es usado para la reclamación de la superficie de la mina.

Material o Substancia Peligrosa

Toda substancia o material que:

1. Ha sido así designada por la "Junta", o
2. Ha sido determinada por el Secretario de Transportación de los Estados Unidos capaz de representar un riesgo razonable a la salud, seguridad y propiedad y que ha sido designado bajo el Código de Reglamentos Federales 49 CFR 171.8 y 173, según enmendado, pero sólo despúes de la designación, o cualquier cambio a la previa designación, que ha sido aprobada por la "Junta".

Material Putrescible

Cualquier material capaz de ser descompuesto por micro-organismos anaeróbicos con tal rapidez que ocasione un estorbo, tales como olores y gases.

Método de Análisis Equivalente

Cualquier método de prueba o de análisis que la "Junta" determine sea funcionalmente equivalente, o superior al método especificado.

Modificación

Cualquier cambio físico a una "facilidad de desperdicio sólido" o cambio en el método de operación de esa facilidad que

resulta en un aumento del tipo de "desperdicio sólido" que es "generado", "transportado", "almacenado", "tratado", o "dispuesto", o de otra manera manejado.

"Modificación" no incluye mantenimiento de rutina, reparación y reposición de equipo, ni cambio en el método de operación (excepto previamente limitada por condiciones de permiso) o cambio de propietario de la facilidad.

Modificación Adversa (Ver "Destrucción")

Monitoría

Todas las acciones tomadas para inspeccionar y recolectar información relacionada con el cumplimiento con estos reglamentos y con los permisos concedidos a tenor con los mismos.

Montículo ("Pile")

Cualquier acumulación no envasada de desperdicio sólido no fluyente que es usado para "tratamiento" o "almacenamiento".

Muestra Representativa

Cualquier muestra del universo o del todo que se espera exhiba las propiedades promedio de ese universo o del todo.

Municipalidad

Cualquier subdivisión gubernamental creada a tenor con el Artículo 6, Sección I, de la Constitución del Estado Libre

Asociado de Puerto Rico y según lo dispuesto en las Secciones 640 del Título 21 de las Leyes de Puerto Rico Anotadas (LPRA).

Número de Desperdicio Peligroso Según la APA

El número asignado por la "APA" a cada "desperdicio sólido peligroso" anotado en 40 CFR 261, Subparte D y a cada característica identificada en estos reglamentos y 40 CFR Parte 261, Subparte C.

Número de Identificación de la APA

El número asignado por la "APA" a cada "generador", "transportador y a facilidades de "tratamiento, "almacenamiento" y "disposición".

Número del Documento de Manifiesto

El número de secuencia asignado al "manifiesto" por el "generador" para propósitos de registros e informes.

Objeto Voluminoso

"Desperdicio Sólido" que debido a su gran tamaño no puede ser manipulado por el "servicio de recolección de desperdicio sólido no-peligroso", incluyendo, pero no limitado a, utensilios eléctricos, muebles, partes grandes de automóviles, troncos y ramas grandes de árboles, tocones y material flotante.

Operador

Cualquier "persona" responsable de la operación total de una "facilidad de desperdicio sólido".

Otro Material de Desperdicio

Cualquier desperdicio sólido, líquido, semi-sólido o material gaseoso envasado que resulta de operaciones industriales, comerciales, minería, o agrícola o de actividades de la comunidad que:

1. Es "material descartado" o es material que está siendo acumulado, almacenado, o física, química, o biológicamente tratado con anterioridad a ser descartado; o
2. Ha servido su uso original y que algunas veces es descartado; o
3. Es un "sub-producto de la manufactura o minería" y que algunas veces es descartado; o
4. Cualquier otro desperdicio incluyendo, pero no limitado a "desperdicio voluminoso", "desperdicio agrícola", "chatarras" y "desperdicios de comida".

pH

El logaritmo del recíproco de la concentración del ión de hidrógeno.

pH Base del Terreno (Background pH)

El "pH" del suelo previo a la adición de substancias que alteran la concentración de su iôn de hidrógeno.

pH del Suelo

El valor del "pH" obtenido al analizar el suelo hasta la profundidad de incorporación o disposición de desperdicio sólido, lo que sea mayor, y analizándolo por el método electrométrico ("Methods of Soil Analysis, Agronomy Monograph No. 9" C.A. Block, ed, American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin PP-914-926, 1965).

Parte Activa

Aquella parte de una "facilidad de desperdicio sólido" donde se está o se ha estado llevando a cabo operaciones de "almacenamiento", "tratamiento", o "disposición" después de la fecha de vigencia de este reglamento y que no es una "Parte Cerrada" (ver también "parte inactiva").

Parte Cerrada

Aquella parte de una "facilidad de desperdicio sólido" la cual el "dueño" u "operador" ha cerrado de acuerdo con un plan aprobado para cerrar la facilidad y con todos los requisitos de cierre aplicables (ver también "parte activa" y "parte inactiva").

Parte Inactiva

Aquella parte de una facilidad que no está en operación después de la fecha de vigencia de este reglamento (ver también "parte cerrada" y "parte activa").

Persona

Toda persona natural o entidad jurídica o grupo de entidades, privadas o públicas, que tienen la capacidad para asumir cualquier actividad controlada por este reglamento, incluyendo agencias federales y estatales, municipios, y corporaciones públicas y privadas, asociaciones, cooperativas, fideicomisos y sociedades.

Plan de Contingencia (o "Plan de Emergencia")

Aquel documento que establece un curso de acción organizado, planificado, y coordinado a ser seguido en caso de fuego, explosión, o escape de "desperdicio sólido" el cual pueda amenazar la salud pública o el ambiente.

Plan de Emergencia (ver "Plan de Contingencia")

Planta de Tratamiento Propiedad del Gobierno

Cualquier aparato o sistema usado para el tratamiento (incluyendo reuso y reclamación) de desperdicio sanitario municipal o industrial de naturaleza líquida que es propiedad

del "Estado" o "Municipio" (según definido por la Sección 502(4) de la Ley de Agua Limpia). Esta definición incluye alcantarillados, tuberías, u otros conductos sólo si conducen desperdicios líquidos hasta la planta de tratamiento del gobierno que provee el tratamiento.

Pozo de Inyección

Un pozo a través del cual se inyectan fluídos (ver también "inyección subterránea").

Quema Agrícola

La "quema" de caña de azúcar, poda de piña, o cáscara de arroz y tallos, en los campos de cultivo, en unión a la siembra de cosechas para propósitos comerciales.

Quema a Campo Abierto

La "quema de desperdicio sólido, desperdicio agrícola o "vida vegetal" sin:

1. El control de la combustión para mantener la temperatura adecuada para una combustión eficiente,
2. Contener la reacción de combustión en un artefacto cerrado que provea un tiempo de residencia suficiente y de mezcla para que ocurra combustión completa, y

3. El control de las emisiones de los productos gasesoso de combustión.

Quema (o "Incineración")

La combustión completa o incompleta de cualquier material.

Receptáculo

Cualquier artefacto portátil en el cual el desperdicio sólido puede ser "almacenado", "transportado", tratado, o "dispuesto de", o de otra manera manejado.

Relleno Sanitario

El método para la disposición de "desperdicio sólido" no peligroso sobre el terreno, esparciéndolo en capas, cada una compactáda al volúmen práctico más pequeño y cada una separada por la "aplicación de material de relleno periódicamente" de tal forma que se reduzcan al mínimo los riesgos a la salud y al ambiente y el desagrado a los sentido.

Relleno para Desperdicio Sólido Peligroso

Aquella "facilidad de disposición de desperdicio sólido peligroso" operada de acuerdo con los requisitos de este reglamento, y que no es una "facilidad para tratamiento en el terreno", "embalse superficial" o "pozo de inyección".

Representante Autorizado

La "persona" responsable de toda la operación de una facilidad o de parte de una facilidad (ej., el administrador de la planta, el superintendente o persona de responsabilidad equivalente).

Revestimiento

Cualquier capa contínua de materiales naturales o artificiales puestos en el fondo o en los lados de un "embalse superficial", "relleno sanitario", o celda de un relleno sanitario, que restringe la migración hacia abajo o hacia los lados del "desperdicio sólido" o sus "componentes" o de la "lixiviación" desde el embalse o relleno.

Riesgo Debido a Aves ("Bird Hazard")

La probabilidad razonable de colisiones entre aves y aviones en vuelo que pueda causar daños al avión o lesiones a sus ocupantes.

Servicio de Desperdicio Sólido

Cualquier gestión pública o privada que envuelve el manejo de "desperdicio sólido" incluyendo la recolección, "transportación", "almacenamiento", "tratamiento", o "disposición " de desperdicio sólido.

Sitio de Generación Individual

Aquel sitio contiguo a, o en el cual uno o más "desperdicios sólidos peligrosos" son "generados". Se considera un sitio de generación individual aquella planta de manufactura grande que pueda tener una o más fuentes de "desperdicio sólido peligroso" si el sitio o propiedad está contiguo.

Sub-Productos de la Manufactura o Minería

Aquel material que no es uno de los productos primarios de una operación particular de manufactura o minería, es un producto secundario e incidental de la operación particular o no será manufacturado o minado única o separadamente por una operación particular de manufactura o minería. El término no incluye aquel producto intermedio de la manufactura o minería que resulta de uno de los pasos en un proceso de manufactura o minería y es típicamente procesado a través del próximo paso de proceso dentro de un corto período de tiempo.

Tanque

Cualquier artefacto fijo diseñado para contener la acumulación de desperdicio sólido que es construído principalmente de materiales que no son de tierra tales como madera, concreto, acero, o plásticos que le proveen el apoyo estructural.

Transportación

La transferencia de "desperdicio sólido" desde el lugar donde se genera hasta cualquier punto intermedio para su "almacenamiento" o "tratamiento" o al sitio de disposición final.

Transportador

Cualquier persona dedicada a la transportación de desperdicio sólido peligroso fuera de su-localización por aire, tren, carretera, o agua.

Tratamiento de Desperdicio Sólido

Cualquier método, técnica o proceso, diseñado para cambiar el carácter o composición física, química o biológica de cualquier "desperdicio sólido" a fin de neutralizar tal desperdicio; o de convertir tal desperdicio a no peligroso o menos peligroso, más seguro para ser "transportado", "almacenado", o "dispuesto de", o aceptable para su recuperación; o "almacenado" o reducido en volumen.

Tratamiento Termal

El "tratamiento" de "desperdicio sólido" en un artefacto que utiliza altas temperaturas como el medio principal para cambiar el carácter o composición química, física, o biológica del desperdicio, incluyendo, pero no limitado a procesos tales como:

a). "Incineración"

b). Destrucción con sales derretidas ("molten salt")

c). "Pirólisis"

d). Calcinación

e). Oxidación en aire húmedo ("wet air oxidation")

f). Descargas de micro onda.

Tubérculo ("root crop")

Aquellas plantas con partes útiles y mercadeables que son cosechadas debajo de la superficie del terreno.

Unidad Elemental de Neutralización

Cualquier artefacto que:

1. Es usado para neutralizar desperdicio que es "desperdicio sólido peligroso" solo porque este exhibe las características de corrosividad definidas en la Sección 604(B) de este reglamento o está anotado a tenor con la Regla 608 de este reglamento solo por esa razón, y
2. Cumple con la definición de "tanque", "receptáculo", o "embarcación" en esta regla.

Unidad de Tratamiento de Desperdicio Líquido

Cualquier artefacto que:

1. Es parte de una facilidad de tratamiento de desperdicio líquido que está sujeto a reglamentación bajo la Sección 402 o Sección 307(b) de la Ley de Agua Limpia, y
2. Recibe y "trata" o "almacena" un influente de desperdicio líquido que es un "desperdicio sólido peligroso" según definido en esta regla; o "trata" o "almacena" un "cieno" tratado de desperdicio líquido que es un "desperdicio sólido peligroso" según definido en esta regla, y
3. Cumple con la definición de "tanque" en esta regla.

Vector

Cualquier insecto viviente o artrópodo o animal (no humano) que puede transmitir enfermedades infeccionsas a humanos, o a animales.

Vehículo de Transporte

Cualquier vehículo de motor o vagón de tren usado para la transportación de carga por cualquier medio. Cada unidad de carga (arrastre, vagón de carga de ferrocaril, etc.) es un vehículo de transporte separado.

Vida Vegetal

Vegetación tales como: árboles, ramas de árboles, hojas, recortes de jardines, arbustos, grama, yerba o cosechas excepto las hojas de caña cuando forman parte de la planta.

Zona de Aeración

La zona entre la superficie del terreno y el nivel freático del agua.

Zona de Saturación

Aquella parte de la corteza terrestre en la cual todos los espacios están llenos de agua.

REGLA 103 - ABREVIATURAS

Las siguientes abreviaturas son usadas en el texto de este Reglamento:

ASTM	-Sociedad Americana para Pruebas y Materiales
CFR	-Código de Reglamentos Federales
DOT	-Departamento de Transportación de Estados Unidos.
JCA	-Junta de Calidad Ambiental
APA	-Agencia de Protección Ambiental

SIC	-Norma de Clasificación Industrial
OSHA	-Adminsitración de Salud y Seguridad Ocupacional de los Estados Unidos
POTW	-Planta de Tratamiento Propiedad del Gobierno.
NRC	-Centro Nacional de Reacción
NRT	-Equipo de Reacción Nacional
OSC	-Coordinador en la Escena
USGS	-"United States Geological Survey"

PARTE II

DISPOSICIONES GENERALES

PARTE II - DISPOSICIONES GENERALES

REGLA 201 - TITULO

Este conjunto de reglas se conocerá como "El Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No Peligrosos.

REGLA 202 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece los requisitos generales para la administración y monitoría de las actividades relacionadas con las facilidades de desperdicios sólidos. Provee reglas generales para revisiones al reglamento y para la participación pública. Provee reglas generales además para la interpretación del reglamento y para su debido cumplimiento. Las reglas en esta parte aplican a todas las facilidades de desperdicios sólidos, incluyendo aquellas que manejan desperdicios sólidos peligrosos. Otras partes del reglamento contienen requisitos adicionales relativos a las facilidades de manejo de los desperdicios sólidos peligrosos.

REGLA 203 - FECHA DE VIGENCIA DE LOS REQUISITOS

A. Regla General

La fecha de vigencia de este reglamento es el 13 de noviembre de 1980. Todos los límites de tiempo

establecidos en este reglamento, y en cualquiera revisión al mismo, por referencia a la fecha de vigencia de este reglamento será determinada por referencia a esa fecha. Todos los requisitos en este reglamento que también fueron requisitos establecidos en el Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos anterior han estado en efecto contínuo desde el 4 de noviembre de 1973, fecha de vigencia de ese reglamento. Todos los requisitos nuevos establecidos en este reglamento en su fecha de vigencia del 13 de noviembre de 1980, se convierten en vigentes en esa fecha. Excepto, según se provee en la Sección 208(E), todos los requisitos adicionales establecidos por revisiones a este reglamento no se convertirán en vigentes hasta la fecha de vigencia de la revisión.

B. Excepciones

Aquellos requisitos que, por sus términos, no son efectivos hasta una fecha específica no aplican hasta esa fecha. Los requisitos para los cuales la Regla 909 Dispensas o Regla 910 Dispensa de Emergencia ha sido otorgada serán efectivos de acuerdo con los términos de la dispensa. Los requisitos dentro del ámbito de la Regla 908, planes iniciales de cumplimiento, sólo

se convertirán en vigentes diez y ocho (18) meses despúes de la fecha de vigencia de este reglamento (ej., 13 de mayo de 1982). De allí en adelante, son efectivos inmediatamente a menos que estén especificamente cubiertos en un plan de cumplimiento inicial, en tal caso se convierten en vigentes de acuerdo con los términos del plan.

C. Efecto

Según se dispone en la Regla 302, se prohibe la operación en violación a cualquier requisito después de su fecha de vigencia.

REGLA 204 - MONITORIA, MANTENIMIENTO DE REGISTROS, MUESTREOS Y METODOS ANALITICOS

A. Monitoría, Mantenimiento de Registros e Informes

A excepción de los provisto más adelante, la Junta requerirá al dueño u operador de toda facilidad de desperdicio sólido que provea para la monitoría de sus actividades. Tal monitoría requerirá que el dueño u operador instale, use y dé mantenimiento al equipo de pesar y de muestreo y análisis para:

1. La monitoría del flujo de desperdicio sólido que entra y sale de la facilidad, y
2. Cuando se trata de una facilidad de disposición de desperdicio sólido, la monitoría, ya sea de la lixiviación y de la calidad del agua superficial y subterránea o, de tener la aprobación previa de la Junta, la implementación de un sistema de monitoría equivalente que sea aceptable a la Junta. La Junta requerirá además al dueño u operador de cualquier facilidad de desperdicio sólido que establezca y mantenga registros adecuados de sus actividades, y que sometan informes periódicos de ellas a la Junta. Como mínimo, la Junta requerirá lo siguiente:
   1. Para incineradores de desperdicios sólidos no peligrosos de una capacidad mayor de 6,000 libras por hora, requerirá que se mantenga un registro del peso total del material incinerado, de la cantidad de residuo resultante. También se requerirá registros de las horas de operación. La Junta no requerirá a los dueños u operadores de incineradores y compactadores de desperdicio sólido no peligroso de capacidad

menor de 6,000 libras por hora la monitoría del flujo del desperdicio sólido según entra o sale de la facilidad o la monitoría de la lixiviación o la calidad del agua superficial o subterránea. Podrá, sin embargo, requerir otro tipo de monitoría, mantenimiento de registros y rendición de informes.

2. Para rellenos sanitarios que se preparen y conserven informes diarios de la operación que indiquen por lo menos lo siguiente:
   a. El total de desperdicio recibido durante cada turno, incluyendo el tipo, peso y volumen del desperdicio sólido;
   b. El equipo usado para la disposición final, del desperdicio;
   c. La porción del relleno sanitario utilizado (a base de un corte longitudinal y de su ubicación horizontal);
   d. La cantidad de material de relleno utilizado; y
   e. El costo de la operación.

   Se preparará y enviará a la Junta un informe trimestral que incluya y resuma esta información.

B. Métodos de Prueba

Todas las pruebas deberán hacerse y los resultados deberán calcularse de acuerdo con los métodos y procedimientos de prueba especificados por la Agencia Federal de Protección Ambiental (APA) en el Código de Reglamentos Federales Número 40 CFR Parte 141 ó 257, o de no existir especificaciones, según se establezcan en las especificaciones ASTM.

Todas las pruebas y cálculos serán certificados correctos por un ingeniero licenciado para practicar la profesión en Puerto Rico. Todos los análisis químicos serán certificados correctos por un ingeniero químico o químico licenciado para practicar la profesión en Puerto Rico.

C. Certificación de Registros e Informes

Todos los registros e informes requeridos por este reglamento se someterán conjuntamente con una declaración jurada del dueño u operador o de un oficial de más alto rango en representación de la entidad o persona que posee u opera la facilidad. Tal declaración jurada dará fé de la veracidad, corrección y cabalidad de tales registros e informes. Si el dueño u operador de la facilidad es una corporación, el funcionario de alto rango lo será el presidente de la corporación, o el vice-presidente responsable al presidente, el

funcionario de más alto rango en la corporación que tenga oficinas en Puerto Rico, o un representante debidamente autorizado que presente documentos de delegación. En el caso de entidades que no sean corporaciones, podrá dar fé sobre los registros e informes un funcionario de rango equivalente a los que se han descrito.

D. Presentación de Resultados de Pruebas

Los resultados de las pruebas y las cantidades mencionadas en los registros e informes deberán expresarse en las unidades convencionales del sistema métrico. Deberán presentarse también de forma tal que se demuestre la relación entre los valores medidos, los límites requeridos por este reglamento, o por los permisos otorgados por virtud del mismo.

E. Equipo de Muestreo

Cuando funcionarios de la Junta deseen obtener muestras para análisis de cualquier facilidad de desperdicio sólido o de cualquier servicio de recolección de desperdicio sólido no peligroso o actividad que genere desperdicio sólido, el dueño u operador de dicha facilidad deberá proveer cualquier equipo que pueda ser necesario para obtener las muestras adecuadas.

F. Ordenes de Muestreos y Pruebas

En lugar de enviar un funcionario a hacer las pruebas, la Junta podrá requerir al dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido, o de una actividad generante de desperdicio sólido, que realice, de su propio pecunio, pruebas o muestreos a tenor con este reglamento. Siempre que la Junta haga este requerimiento, el dueño u operador notificará a la Junta por escrito, por lo menos con diez (10) días de anterioridad a la ejecución de tal prueba o muestreo, sobre la fecha, hora y lugar donde se efectuará tal prueba o muestreo.

G. Descontinuación

Si se interrumpe significativamente la operación normal de una facilidad de desperdicio sólido o de un servicio de recolección de desperdicio sólido no peligroso o de una actividad generante de desperdicio sólido (por ejemplo, a consecuencia de rotura del equipo, accidente o interrupción del servicio), y si la interrupción impide cumplir debidamente con el reglamento o con cualesquiera permisos otorgados a tenor con el reglamento, el dueño u operador de la facilidad informará inmediatamente tal interrupción a la Junta, y proveerá todos los detalles disponibles, incluyendo el tiempo que se estime durará el mal funcionamiento y todas las medidas que se están tomando para corregirlo. Se notificará sobre el mal funcionamiento además a todas las

agencias que se hayan designado responsables de prestar ayuda de emergencia.

Esta notificación inmediata será confirmada a la Junta por un informe escrito no más tarde de dos (2) semanas después de haber surgido el incidente. El informe de confirmación incluirá información específica sobre la interrupción, incluyendo la fecha y hora en que ocurrió, las causas de la interrupción, y una descripción de las medidas que se están tomando, o que se tomarán para corregirlas.

El hecho de que ocurra una falla en la operación normal de una facilidad de desperdicio sólido o servicio de recolección de desperdicio no peligroso o en una actividad generante de desperdicio sólido no relevará al dueño u operador de la responsabilidad de cumplir con cualquier disposición substantiva de este reglamento o de los permisos otorgados por virtud del reglamento.

No más tarde de dos (2) semanas después de la eliminación o la corrección de cualquier mal funcionamiento significativo que impedía cumplir con el reglamento, el dueño u operador someterá un informe escrito a la Junta que deberá incluir:

1. Una certificación confirmado que el mal funcionamiento ha sido corregido y especificando la fecha de corrección y el método de lograrla, y dando prueba de cumplimiento;
2. Una descripción de las medidas correctivas que se están tomando para evitar un mal funcionamiento en el futuro; y
3. Fotografías del equipo o sistema de control que falló, si están disponibles.

REGLA 205 - DERECHO DE ENTRAR A INSPECCIONAR Y EXAMINAR

Los funcionarios de la Junta, una vez presentadas sus credenciales, y sujeto a las disposiciones aplicables a la Ley de Política Pública Ambiental (Ley Núm. 9 del 18 de junio de 1970, según enmendada), podrán:

1. Tener derecho a entrar sin previo aviso a inspeccionar y examinar a, sobre, o a través de cualquier predio en que esté localizada una facilidad de desperdicio sólido, o servicio de recolección o actividad generante de desperdicio sólido no peligroso, o en el cual estén localizados cualesquiera registros requeridos bajo este reglamento;

2. Tener acceso, siempre que se escoja un momento razonable, a inspeccionar y copiar cualquier informe requerido por la Junta o por este reglamento, y a inspeccionar y revisar el equipo de muestreo, o los métodos de prueba usados para almacenaje, recolección y disposición de los desperdicios sólidos;
3. Tener acceso a inspeccionar y obtener muestras de cualquier desperdicio sólido, incluyendo muestras de cualquiera vehículos usados para transportar tales desperdicios; y
4. Tener derecho a obtener muestras de agua subterránea y de los sistemas de muestreo de lixiviación.

REGLA 206 - INFORMACION DISPONIBLE AL PUBLICO

Toda información recibida, obtenida por, o a ser sometida a la Junta, según las disposiciones de este reglamento, o cualquier permiso otorgado en conformidad con el mismo, estará disponible al público para ser inspeccionada y copiada, excepto cuando la Junta haya determinado que la información es confidencial. La Junta considerará confidencial sólo aquella información si substancialmente esta afecta adversamente la posición competitiva de la persona que provee la información.

Cualquier persona que someta información a la Junta podrá reclamar confidencialidad para toda o parte de la información sometida, mediante una declaración por escrito donde se expongan todas las razones específicas que ameriten la confidencialidad. Si cuando se someta la información a la Junta no se acompaña de una reclamación de confidencialidad, la información se podrá hacer disponible al público sin aviso a la persona que someta la información.

La confidencialidad de información no justificará el que ésta se le niegue a la Junta, incluyendo sus funcionarios y sus empleados. La confidencialidad de información no deberá interpretarse como una limitación a la responsabilidad que tiene la Junta, incluyendo sus funcionarios y sus empleados de hacer cualquier uso confidencial de dicha información que sea necesario para la implementación de este reglamento, incluyendo el uso en procedimientos de enjuiciamiento e incluyendo el compartir dicha información con la APA sin restricción cuando así sea solicitada.

REGLA 207 - PLAN DE OPERACION

Toda facilidad de desperdicio sólido será operada de acuerdo con un plan de operación escrito sometido a, y aprobado por la Junta. Cada plan de operación será preparado en conformidad con este reglamento y de acuerdo con cualesquiera otras guías que la Junta pueda adoptar posteriormente.

Cada plan de operación proporcionará procedimientos de emergencia diseñados para evitar que ocurran accidentes o interrupciones, así como para reaccionar a ellos o para evitar daños a la salud humana o al ambiente. Como mínimo, los procedimientos de emergencia estarán conformes con las disposiciones establecidas por la APA relativas a los "Planes de Prevención, Control y Contramedidas de los Derrámes", Sección 311 de la Ley de Agua Limpia. Incluirá además, los nombres, direcciones y teléfonos de todas las personas designadas para actuar como coordinadores de emergencias; un listado con la descripción física de las condiciones y capacidad del equipo de emergencia; un plan de evacuación; y un bosquejo del programa de adiestramiento para emergencias que se ofrecerá a los empleados.

Copia de los procedimientos de emergencia en el plan de operación deberá ser radicada en la Junta; la Oficina Regional del Departamento de Salud; la Policía Local; la Defensa Civil; el Servicio de Bomberos; y el hospital local o regional.

REGLA 208 - REVISION DE LAS REGLAS Y REGLAMENTOS APLICABLES

A. Efectividad de las Enmiendas.

Este Reglamento podrá ser enmendado por la Junta, y sus enmiendas entrarán en vigor 30 días después de la fecha de su radicación en el Departamento de Estado, de conformidad con la Ley de Reglas y

Reglamentos de 1958 (Ley Núm. 112 del 30 de junio de 1957, según enmendada).

B. Peticiones de Revisión.

Cualquier persona podrá solicitar a la Junta que se modifique, enmiende, o se deje sin efecto cualquier parte de este reglamento. Cada solicitud deberá ser sometida a la Junta por correo certificado y deberá incluir lo siguiente:

1. El nombre y dirección del solicitante;
2. Una declaración del interés del solicitante y su capacidad jurídica sobre la acción propuesto;
3. Descripción completa de la enmienda propuesta, incluyendo el propuesto lenguaje regulador; y
4. Una declaración detallada de la necesidad de la propuesta revisión, y de su justificación, incluyendo cualesquiera muestreos de apoyo, estudios, y cualquier otra información.

C. Revisiones a Causa de Cambios en la Reglamentación Federal.

Revisiones de los reglamentos federales que se encuentran en este reglamento (tales como los "Niveles Máximos de Contaminantes federales contenidos en el

Reglamento Interino Nacional de Agua Potable", 40 CFR, Parte 141, y tales como los métodos federales de análisis de desperdicios sólidos peligrosos incluyendo las revisiones a "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste: Physical/Chemical Methods", SW-846), entrarán en vigor como parte de este reglamento sólo cuando sean adoptados por la Junta.

D. Aviso Público y Vista Pública sobre Revisiones a este Reglamento.

La Junta no adoptará revisión alguna a este reglamento sin antes publicar un aviso público y celebrar vista pública al efecto, excepto cuando la Junta necesite modificar el texto de una enmienda o revisión a este reglamento, que ya haya sido considerada en vista pública cuya modificación no altere signigicativamente ni cambie el concepto o la intención de la enmienda o revisión que fué considerada en la vista pública.

E. Efecto de las Revisiones Pendientes.

No obstante lo dispuesto en cualquier otra sección de este reglamento, mientras esté pendiente cualquier enmienda o revisión propuesta a este reglamento, la Junta podrá no conceder permiso alguno o aprobar plan

de cumplimiento alguno que no pudiere ser concedido si la propuesta revisión estuviese en vigor. Sin embargo, la Junta podrá conceder un permiso de operación temporero bajo la Regla 912(M).

Para los efectos de esta sección, una enmienda a este reglamento se considerará pendiente:

1. Desde la fecha de la primera publicación del aviso de celebración de la vista pública sobre la enmienda o revisión, y
2. Hasta 120 días después de terminadas las vistas, o hasta la fecha de efectividad de la enmienda, o hasta la fecha de la acción final de la Junta rechazando o retirando la enmienda, lo que ocurra primero.

F. Efecto de las Revisiones sobre los Permisos Válidos, los Planes de Cumplimiento y las Dispensas.

Las revisiones a este reglamento no afectarán la validez de cualquier permiso, plan de cumplimiento, o dispensa legalmente concedidos o aprobados antes de la fecha de efectividad de las mismas, excepto que la Junta podrá, revocar o imponer condiciones adicionales a cualesquiera de tales permisos, planes de cumplimiento, o dispensas concedidos anteriormente, cuando considere que dicha acción es necesaria para lograr un cumplimiento puntual con cualquier reglamento

nuevo o revisado. En tales casos la facilidad de desperdicio sólido o actividad generante de desperdicio sólido afectada tendrá la oportunidad de una vista administrativa ante la Junta. Basándose en revisiones a este reglamento, la Junta no tomará acción de revocar o imponer condiciones adicionales a ningún permiso, plan de cumplimiento, o dispensa, hasta tanto no hayan pasado 180 días después de entrar en vigor la referida revisión.

G. Peticiones para Excluir un Desperdicio Sólido Peligroso Producido en una Facilidad Particular

Toda persona que trata de obtener la exclusión de un desperdicio sólido peligroso de una facilidad generante particular de la lista adoptada por la Junta a tenor con la Regla 603,604,607 y 608 podrá solicitar una enmienda al reglamento bajo la Sección B de esta regla y bajo esta sección.

Para lograrlo, el solicitante deberá demostrar a satisfacción de la Junta que el desperdicio no cumple con ninguno de los criterios en la Sección 603(B) bajo la cual, el desperdicio fué anotado como un desperdicio sólido peligroso.

1. En el caso de un desperdicio sólido peligroso anotado sólo bajo el párrafo 603(B)(1), el peticionario deberá demostrar que el desperdicio

no satisface el criterio en su párrafo.

2. En el caso de un desperdicio sólido severamente peligroso anotado bajo el Párrafo 603(B)(2), el peticionario deberá demostrar que el desperdicio no satisface el criterio de ese párrafo y que también no satisface el criterio del Párrafo 603 (B)(1) y del Párrafo 603(B)(3) al considerar los factores anotados en ese párrafo.
3. En el caso de desperdicio sólido peligroso tóxico anotado bajo el Párrafo 603(B)(3), el peticionario deberá demostrar que el desperdicio no satisface el criterio de este párrafo y que también no satisface el criterio del Párrafo 603(B)(1).
4. En el caso de un desperdicio sólido peligroso que nunca ha sido anotado bajo la Regla 607 ó 608 (a tenor con la Sección 603(B)), pero que a la vez exhibió una de las características en la Regla 604, el peticionario deberá demostrar que el desperdicio ya no exhibe cualquiera de las características en esa regla.

Los procedimientos para cada petición incluirán la información requerida en la Sección B de esta regla y cualquiera información adicional que la Junta considere necesaria para evaluar la petición. También tendrá una certificación de que la información sometida

es veráz, precisa y completa.

Toda exclusión otorgada aplicará solamente al desperdicio generado en la facilidad individual cubierta por la demostración y no aplicará a desperdicio de cualquiera otra facilidad.

La Junta podrá excluir solo parte del desperdicio para el cual se ha sometido la demostración.

REGLA 209 - VISTAS PUBLICAS MANDATORIAS SOBRE EL REGLAMENTO

Periódicamente la Junta celebrará vistas públicas para considerar posibles revisiones a este reglamento. La primera de estas vistas públicas deberá celebrarse no más tarde del 15 de febrero de 1983, y cada vista subsiguiente deberá celebrarse no más tarde de tres (3) años después de terminada la anterior. La Junta podrá, a su discresión, proponer enmiendas a este reglamento para ser consideradas durante tales vistas. Los avisos sobre estas vistas se harán conforme a la Sección 210 (B).

REGLA 210 - VISTAS PUBLICAS Y AVISOS PUBLICOS

A. Vistas Públicas.

La Junta celebrará vista pública antes de hacer cualquier revisión a este reglamento o antes de conceder una dispensa. La Junta podrá celebrar una vista

pública además sobre cualquier solicitud de permiso cuando así lo solicite cualquier persona interesada en el permiso, o cuando la Junta determine que la celebración de una vista pública ayudará a evaluar la solicitud del permiso.

La Junta no celebrará vistas públicas sin antes publicar avisos públicos adecuados. Si la Junta decide celebrar una vista pública sobre un asunto el cual ha publicado un aviso, pero no ha celebrado una vista, publicará otro aviso anunciando la vista.

B. Avisos Públicos.

Todo aviso público relativo a un asunto pendiente ante la Junta deberá especificar la fecha, la hora y el lugar donde los documentos de fondo relativos al asunto pendiente estarán disponibles para inspección pública, incluyendo cualquier determinación preliminar de la Junta. Todo aviso público indicará el período durante el cual las personas interesadas podrán someter comentarios escritos o solicitar vistas públicas, el aviso deberá especificar además la fecha, el lugar y hora de cada vista pública.

Todo aviso público deberá ser publicado por lo menos cuarenta y cinco (45) días antes de cualquier determinación final por parte de la Junta respecto al

asunto en cuestión del aviso, a menos que la Junta determine que el interés público requiere que ella haga una determinación final en un período de tiempo más corto.

Los avisos públicos se publicarán en por lo menos dos (2) de los periódicos de mayor circulación en Puerto Rico, y cuando el aviso sea relativo a una solicitud de permiso, deberá ser enviada por correo al solicitante. La Junta podrá publicar avisos adicionales en cualquier forma que ella considere apropiado.

Cuando el aviso sea relativo a una solicitud ante la Junta, el solicitante pagará a la Junta el costo del aviso previo a su publicación.

C. Informes sobre los Asuntos Tratados en las Vistas Públicas.

Luego de la celebración de una vista pública, la Junta preparará una resolución detallando su decisión final, si alguna, en torno a la acción propuesta. Esta resolución será enviada por correo a los participantes dentro del término de cuarenta y cinco (45) días a partir de la decisión final de la Junta y se hará disponible al público.

REGLA 211 - NOTIFICACION DE VIOLACION Y ORDENES DE CUMPLIMIENTO

Cuando la Junta encuentre que una o más disposiciones de este reglamento, o de un permiso otorgado por virtud de este reglamento, han sido violados, la Junta expedirá por escrito una notificación de violación al alegado violador.

Toda notificación de violación especificará en qué consistió la violación, los puntos que están fuera de cumplimiento y el límite de tiempo que se concede para cumplir. La notificación especificará los requerimientos que la Junta estime necesarios para lograr el cumplimiento.

Si la violación persiste más alla del tiempo concedido para cumplir la Junta podrá expedir una Orden de Cumplimiento, o tomar cualquier otra acción a tenor con la Ley de Política Pública Ambiental de Puerto Rico (Ley Núm. 9 del 18 de junio de 1970, según enmendada).

REGLA 212 - CIERRE DE UNA FACILIDAD DE DESPERDICIO SOLIDO O DE UNA ACTIVIDAD GENERANTE

La Junta podrá ordenar la clausura o compeler el cierre de cualquier facilidad de desperdicio sólido o de cualquier actividad generante de desperdicio sólido no peligroso o servicio de recolección que haya sido encontrada en violación a este reglamento, o en violación de cualquier permiso expedido por

virtud de este reglamento, siempre que la violación persista después del límite de tiempo otorgado bajo cualquier acción de cumplimiento efectuada por la Junta. A menos que se requiera un cierre inmediato para protección de la salud pública, el dueño u operador de la facilidad afectada tendrá la oportunidad de una vista administrativa ante la Junta. La orden de cierre quedará en efecto hasta tanto la facilidad de desperdicio sólido afectada o actividad generante de desperdicio sólido no peligroso o servicio de recolección se encuentre en cumplimiento con este reglamento y con los permisos expedidos a tenor con el mismo.

REGLA 213 - PENALIDADES Y REVOCACION DE PERMISOS

Toda violación a este reglamento o a los permisos expedidos bajo este reglamento constituirá un delito menos grave, y estará sujeta a las penalidades establecidas por la Ley de Política Pública Ambiental.

La Junta también podrá, en cualquier caso de violación a este reglamento o a los permisos expedidos bajo este reglamento, suspender, enmendar o revocar cualquier permiso o dispensa concedidos por ella bajo este reglamento.

REGLA 214 - ESTORBO PUBLICO

Nada en este reglamento deberá entenderse como que autoriza o legaliza la creación o mantenimiento de un estorbo público, según definido en el Artículo 329 del Código Penal de Puerto Rico, ni la prohibición de estorbo público se interpretará como que limita o restringe otras prohibiciones establecidas en este reglamento.

REGLA 215 - ACCIONES LEGALES DEL CIUDADANO

Nada en este reglamento deberá entenderse como que limita en forma alguna las acciones legales que puede tomar el ciudadano, según establecidas por ley.

REGLA 216 - DISPOSICIONES CONFLICTIVAS O CONTRADICTORIAS

Si los requisitos establecidos por cualquier disposición de este reglamento son más restrictivas o menos restrictivas que los requisitos establecidos por cualquier otra disposición de este reglamento, o por cualquier otra ley, reglamento, norma o límite establecido por cualquier autoridad gubernamental debidamente constituída que tenga jurisdicción, prevalecerá el requisito que sea más restrictivo.

REGLA 217 - DEROGACION

Este reglamento enmienda cualquier disposición, resolución, acuerdo o reglamentación anterior de la Junta que pueda ser inconsistente con el mismo.

REGLA 218 - CLAUSULA DE SEPARABILIDAD

Si cualquier disposición de este reglamento fuese declarada ilegal o inconstitucional por un Tribunal, tal declaración no afectará las demás disposiciones de este reglamento, considerándose cada una de ellas por separado.

PARTE III

PROHIBICIONES GENERICAS

PARTE III - PROHIBICIONES GENERICAS

REGLA 301 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece prohibiciones genéricas sobre el manejo de desperdicio sólido. Otras partes contienen prohibiciones adicionales y más específicas sobre el manejo de tipos específicos de desperdicios sólidos, especialmente aquellos que son peligrosos.

Las reglas de esta parte relativas a desperdicio sólido aplica igualmente a desperdicio sólido que es peligroso.

REGLA 302 - PROHIBICIONES GENERICAS

A. Prohibiciones Genéricas Contra Contaminación por Desperdicios Sólidos.

Ninguna persona podrá causar o permitir la contaminación por desperdicios sólidos (según definido en la Regla 102).

B. Requisitos Generales para Cumplimiento con el Reglamento y Permisos.

Ninguna persona podrá causar o permitir la generación, almacenamiento, recolección, procesamiento, transportación o disposición de desperdicio sólido en violación

de los requisitos establecidos en este reglamento o establecidos en permisos expedidos por virtud de este reglamento, o en otras leyes o reglamentos del Estado Libre Asociado de Puerto Rico.

C. Prohibiciones Genéricas Sobre la Transportación de Desperdicio Sólido.

Ninguna persona transportará desperdicio sólido en forma tal que pueda derramarse o descargarse en una vía pública. Todos los vehículos que se usen para transportar desperdicio sólido estarán diseñados de forma que el desperdicio quede completamente encerrado y confiablemente tapado.

D. Prohibiciones Genéricas Sobre Manejo de Desperdicio Sólido.

Ninguna persona podrá causar o permitir el almacenamiento, recolección, tratamiento, transportación o disposición de desperdicio sólido sin antes tomar todas las medidas factibles para controlar fuegos, explosiones, derrames, y la descarga de material nocivo o maloliente, y evitar la atracción de vectores. Se tomarán medidas para almacenar, recolectar, transportar, procesar y disponer del desperdicio sólido en forma tal que no representen riesgo a la

salud o seguridad, que no se conviertan en fuente de olores ofensivos, y que no sean desagradables a la vista.

E. Sitios para el Manejo de los Desperdicio Sólidos.

Ninguna persona podrá causar o permitir el derrame de desperdicio sólido, o la descarga sin autorización de desperdicio sólido. Ni persona alguna podrá causar o permitir que se deposite ninguna acumulación de desperdicio sólido procedente de ningún edificio, o solar o acera o vía de acceso pública o privada en cunetas, calles o sitios no autorizados. A excepción de lo que se provee más adelante en la Sección F, ninguna persona podrá causar o permitir la recolección, tratamiento, almacenamiento, o disposición de desperdicio sólido en sitio alguno, excepto en los siguientes:

1. En una facilidad de disposición de desperdicio sólido autorizada por la Junta para manejar ese tipo de desperdicio mediante un permiso expedido a tenor con este reglamento;
2. Hasta tanto se haya expedido ese permiso, en una facilidad existente de desperdicio sólido peligroso que haya sometido a la Junta una solicitud de permiso completa y a tiempo; o

3. En un receptáculo diseñado para almacenar ese tipo de desperdicio sólido para ser recogido durante el horario regular del servicio de recolección y rotulado a tenor con este reglamento.

F. Sitios Adicionales para el Manejo de Desperdicio Sólido No Peligroso.

En adición a los lugares descritos en la Sección E, la recolección, tratamiento, almacenamiento y disposición de desperdicio sólido no peligroso podrá efectuarse en los siguientes lugares:

1. En un receptáculo público o en cualquier artefacto de recolección de desperdicio sólido no peligroso destinado para tal propósito a tenor con el plan de operación para desperdicio sólido aprobado por la Junta;
2. Dentro del edificio donde se origine tal desperdicio; o
3. Podrá almacenarse en la parte de afuera de un receptáculo cuando esté permitido por este reglamento.

G. Prohibiciones Especiales Relativas a Chatarras y Condiciones de los Sitios.

1. Ninguna persona podrá dejar abandonada, o

permitir que se deje abandonada, una chatarra de vehículo de motor.

2. Ningún propietario de bienes raíces, contratista principal o contratista a cargo de una construcción podrá mantener tal propiedad o sitio de construcción en forma tal que se permita a los vehículos recoger lodo, polvo, substancias pegajosas, basura, o material viscoso o extraño en las ruedas u otras partes del vehículo, que puedan depositarla en las calles, callejones u otro sitio público.

REGLA 303 - QUEMADO A CAMPO ABIERTO

A. Prohibición Genérica.

A excepción de lo que se dispone más adelante en la Sección B, ninguna persona podrá causar o permitir la quema a campo abierto de desperdicio sólido peligroso o no peligroso inclusive de vida vegetal, a menos que obtenga autorización previa de la Junta. La Junta podrá conceder tal autorización solamente en casos de emergencia que representen un peligro real para la salud o seguridad pública, y solamente en casos en que el quemado a campo abierto pueda efectuarse en conformidad con las disposiciones del

Reglamento para el Control de la Contaminación Atmosférica, según enmendado.

B. Excepciones.

Esta regla no aplicará a la quema a campo abierto de:

1. Residuos de limpieza de emergencia,
2. Municiones, incluyendo la detonación de desechos de explosivos, con tal que los dueños u operadores que seleccionan el quemar o detonar a campo abierto municiones deberán hacerlo de acuerdo con la siguiente tabla y de forma tal que no ponga en peligro la salud pública o el ambiente;

Libras de desperdicios de Explosivos o propulsores	distancia máxima desde la quema o detonación a campo abierto hasta la propiedad de otros.
0-100	204 metros (670 pies)
101-1,000	380 metros (1250 pies)
1001-10,000	530 metros (1730 pies)
10,001-30,000	690 metros (2260 pies)

COMENTARIO: Los desperdicios de explosivos incluyen desperdicio que tienen el potencial de detonar y propulsores militares al granel que no pueden ser dispuestos en forma segura a través de otros medios de tratamiento. Detonación es una explosión en la cual la transformación química pasa a través de la materia más rápido que la velocidad del sonido (0.33Km/ sec. al nivel del mar).

3. Antorchas o post-quemadores usados solamente como medida de seguridad o como equipo de control de contaminación de aire, sin embargo, a condición de que tal uso deberá cumplir con el Reglamento para el Control de la Contaminación Atmosférica, inclusive con las Reglas 203, 204, y 403, según enmendado, y con todas las otras reglas y reglamentos aplicables.

REGLA 304 - PROHIBICIONES GENERICAS PARA FACILIDADES DE DESPERDICIO SOLIDO

Las prohibiciones que se establecen en esta regla aplican a todas las facilidades de desperdicio sólido, excepto, aquellas prohibiciones en la Sección H de esta regla (que aplican sólo a facilidades para desperdicio sólido peligroso) y excepto aquellas facilidades anotadas en la Sección I (que están excluídas de esta regla).

A. <u>Prohibición Contra Ubicación en Area Inundable.</u>

A excepción de las facilidades existentes de desperdicio sólido que proveen protección adecuada, ninguna persona podrá causar o permitir la recolección, almacenamiento, tratamiento, o disposición de desperdicio sólido en áreas inundables que limite el flujo de la inundación de referencia, reduzca la capacidad de almacenaje temporero del agua del área inundable; u

ocasione el derrumbe de desperdicio sólido, de forma que constituya un riesgo a la vida humana, la vida silvestre, al terreno o los recursos de agua.

B. Especies en Peligro de Extinción.

Ninguna persona podrá causar o permitir la recolección, almacenamiento, tratamiento, o disposición de desperdicio sólido en forma tal que cause o contribuya a que se coja o destruya cualquier especie de planta, pájaro, pez o vida silvestre en peligro o amenazada de extinción, o en forma que cause o contribuya a la destrucción o modificación adversa de su habitáculo.

C. Prohibición Contra la Contaminación de Aguas Superficiales o Aguas Marinas.

Ninguna persona podrá causar o permitir que contaminantes procedentes de una facilidad de desperdicio sólido se derramen o descarguen en aguas superficiales o en aguas marinas del Estado Libre Asociado de Puerto Rico.

D. Prohibiciones Sobre Contaminación Especial.

Ninguna persona podrá causar o permitir el tratamiento de desperdicio sólido en el terreno que contenga bifenoles policlorinados, o que contenga cadmio, en cantidades que exceda la concentración máxima permisible establecida por la APA.

E. Prohibición Sobre Vectores de Enfermedades.

Ninguna persona podrá causar o permitir la operación de una facilidad de desperdicio sólido a menos que, la población de vectores de enfermedades en el sitio sea controlada a través de la aplicación periódica de material de relleno, o a través de otras técnicas, según sea lo apropiado, de tal forma que se proteja la salud pública.

F. Prohibición Relativa a Cienos de Aguas Usadas y Bombeados de Pozos Sépticos.

Ninguna persona podrá causar o permitir la disposición, aplicación, o incorporación al terreno de cienos de aguas usadas o de desperdicios bombeados de pozos sépticos, a menos que:

1. Sean tratados por un Proceso que Reduzca Significativamente los Agentes Patógenos, según definidos en el siguiente párrafo, previo a ser aplicados o incorporados;

   COMENTARIO: Los Procesos para Reducir Significativamente Agentes Patógenos incluyen:

   a. Digestión Aeróbica: El proceso es conducido agitando el cieno con aire u oxígeno para mantener las condiciones aeróbicas con tiempos de residencia que varían desde sesenta (60) días a quince (15) grados Centígrado hasta cuarenta (40) días a veinte (20) grados Centígrado, con una reducción de sólidos volátiles de por lo menos treinta y ocho porciento (38%).

   b. Secado por Aire: El cieno líquido se deja que drene y seque sobre lechos de arena con drenaje subterráneo, o en diques pavimentados o no pavimentados en el cual el cieno se mantiene a una profundidad de nueve (9") pulgadas. Se necesita un mínimo de tres (3) meses, dos (2) meses de los cuales las temperaturas diarias alcanzan un promedio de sobre cero (0) grado Centígrado.

   c. Digestión Anaeróbica: El proceso es conducido en la ausencia de aire con tiempos de residencia que varían desde sesenta (60) días a veinte (20) grados Centígrado, hasta quince (15) días a treinta y cinco (35) grados Centígrados, con una reducción de sólidos volátiles de por lo menos treinta y ocho (38%) porciento.

   d. Humificación Parcial (Composting): Utilizando los métodos de humificación parcial de cámara cerrada ("within vessel"), el montículo de aeración estática ("static aerated pile"), o el de humificación de hilera ("windrow composting"), el desperdicio sólido es mantenido a condiciones mínimas de operación de cuarenta (40) grados Centígrado por cinco (5) días, en que durante cuatro (4) horas de este tiempo la temperatura excede cincuenta y cinco (55) grados Centígrados.

e. Estabilización con Cal: Se aplica suficiente Cal para producir un pH de 12 después de dos (2) horas de contacto.

f. Otros Métodos: Otros métodos o condiciones de operación podrán ser aceptados si los agentes patógenos y la atracción de vectores del desperdicio (sólido volátiles) son reducidos hasta el grado equivalente a la reducción alcanzada por cualquiera de los otros métodos.

2. El acceso del público a la facilidad sea controlado por lo menos durante doce (12) meses;

3. Se impida por los menos por un (1) mes al pastoreo de animales cuyos productos vayan a ser consumidos por seres humanos; y

4. Sean tratados por un Proceso de Reducción Ulterior de Patógenos, según se define en el siguiente párrafo, si se han de cultivar cosechas para consumo directo de los seres humanos dentro de diez y ocho (18) meses de aplicación o incorporación.

COMENTARIO: Los procesos de Reducción Ulterior de Patógenos incluye:

a. Humificación Parcial ("Composting"): Utilizando el método de humificación parcial de cámara cerrada ("within vessel"), se mantiene por tres (3) días el desperdicio sólido a condiciones de operación de cincuenta y cinco (55) grados Centígrados o mayor. Utilizando el método de humificación de montículo aerado estático ("static aerated pile") se mantiene por tres (3) días el desperdicio sólido a condiciones de operación de cincuenta y cinco (55) grados Centígrados o mayor. Utilizando el método de humificación de hilera el desperdicio sólido durante el período de humificación de por lo menos quince (15) días alcanza una

temperatura de cincuenta y cinco (55) grados Centígrado o mayor, durante la cual, se hará el volteo de la hilera en cinco (5) veces.

b. Secado por Calor: El residuo del cieno que se le ha extraído el agua es secado por contacto directo o indirecto con gases calientes, y el contenido de humedad es reducido a diez porciento (10%) o menos. Las partículas del cieno alcanzan temperaturas en exceso a los ochenta (80) grados Centígrado, o la temperatura de la burbuja mojada del flujo de gas en contacto con el cieno en el punto donde escapa del secador es en exceso de ochenta (80) grados Centígrados.

c. Tratamiento por Calor: El cieno líquido es calentado a temperatura de 180 grados Centígrados por treinta (30) minutos.

d. Digestión Aeróbica Termofílica: El cieno líquido es agitado con aire u oxígeno para mantener condiciones aeróbicas a tiempos de retención de diez (10) días a temperaturas de cincuenta y cinco (55) a sesenta (60) grados Centígrados, con una reducción de los sólidos volátiles de por lo menos, treinta y ocho porciento (38%).

e. Otros Métodos: Otros métodos o condiciones de operación podrán ser aceptados si los agentes patógenos y la atracción de vectores del desperdicio (sólidos volátiles) son reducidos hasta el grado equivalente a la reducción alcanzada por cualesquiera de los otros métodos.

Cualquiera de los siguientes procesos, si es añadido a uno de los Procesos para Reducir los Patógenos, es un Proceso de Reducción Ulterior de Patógenos; sin embargo, porque esos procesos, por sí mismos, no reducen la atracción de vectores de enfermedades, son por naturaleza sólo aditivos.

a. Irradiación con Rayos Beta: El cieno es irradiado con rayos beta desde un acelerador con dosis de por lo menos 1.0 megarad a temperatura de salón (ca. veinte (20) grados Centígrados).

b. Irradiación con Rayos Gama: El cieno es irradiado con rayos gama de ciertos isótopos, tal como Cobalto 60 y Cesio 137, con dosis de por lo menos 1.0 megarad a temperaturas de salón (ca. veinte (20) grados Centígrados).

c. Pasteurización: El cieno es mantenido por lo menos por treinta (30) minutos a un temperatura mínima de setenta (70) grados Centígrados.

d. Otros métodos: Otros métodos o condiciones de operación podrán ser aceptados si se reducen los patógenos hasta un grado equivalente a la reducción alcanzada por cualesquiera de los métodos aditivos procedentes.

G. Prohibiciones Relativas a la Seguridad Pública.

Ninguna persona podrá causar o permitir la operación de una facilidad de desperdicio sólido en violación de las siguientes medidas de seguridad:

1. La concentración de gases explosivos no excederá:
   a. El veinticinco porciento (25%) de los límites mínimos para gases explosivos en las estructuras de estas facilidades; y
   b. El límite explosivo más bajo para gases dentro de los límites de la propiedad.
2. La facilidad de desperdicio sólido no constituirá un riesgo a la seguridad de las personas o propiedades por causa de fuegos.
3. Toda facilidad de desperdicio sólido que dispone desperdicio putrescible no constituirá un riesgo a la navegación aérea por las aves.

4. El acceso público a las facilidades para desperdicio sólido será controlado en todo momento para evitar la exposición del público a riesgos potenciales a la salud y seguridad.

H. Prohibiciones Genéricas sobre los Desperdicios Sólidos Peligrosos.

Ninguna persona podrá causar o permitir que una facilidad de desperdicio sólido peligroso sea operada en forma tal que pueda resultar en:

1. La descarga de desperdicio sólido peligroso fuera de las áreas designadas para desperdicio sólido peligroso en el plan de operaciones de la facilidad;
2. La contaminación o exposición indebida de personas al desperdicio sólido peligroso; o
3. Cualquier otro peligro a la salud o seguridad pública o al ambiente.

I. Excepciones a las Prohibiciones.

Las prohibiciones establecidas en esta regla aplicarán a todo el desperdicio sólido y a las facilidades de desperdicio sólido, excepto a las siguiente:

1. Desperdicio agrícola, inclusive el estiércol y los residuos de cosechas que se devuelven al terreno en calidad de abono o de acondicionadores del terreno;

2. Desperdicios estériles resultantes de operaciones de minería, destinados a las escombreras de lixiviación y escombreras de rocas estériles; o relleno del sitio de la mina.
3. La aplicación sobre el terreno de desperdicio líquido, doméstico o desperdicio líquido doméstico tratado (aplicarán sin embargo, al cieno procedente del tratamiento de desperdicio líquido doméstico);
4. A la localización y operación de los pozos sépticos (aplicarán sin embargo, a la disposición de los desperdicios bombeados de pozos sépticos);
5. A material sólido o disuelto en el flujo de regreso de los canales de irrigación; y
6. A descargas que constituyen fuentes precisadas de contaminación de agua, sujetas a permisos bajo la Sección 402 de la Ley Federal de Agua Limpia, según enmendada.

REGLA 305 - PROHIBICION GENERICA CONTRA LA CONTAMINACION DE LAS AGUAS SUBTERRANEAS

Ninguna persona podrá causar o permitir la contaminación de una fuente existente o potencial de agua potable subterránea.

PARTE IV

DISPOSICIONES ESPECIALES PARA LOS GENERADORES, RECOLECTORES, TRANSPORTADORES Y DUEÑOS U OPERADORES DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS

PARTE IV - DISPOSICIONES ESPECIALES PARA LOS GENERADORES, RECOLECTORES, TRANSPORTADORES Y DUEÑOS U OPERADORES DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS

REGLA 401 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece requisitos suplementarios para los planes de operación de facilidades para desperdicios sólidos no peligrosos. Estos requisitos son en adición a aquellos establecidos en la Regla 207.

Esta parte también establece requisitos especiales para servicios privados de recolección de desperdicios sólidos no peligrosos y para el almacenamiento de desperdicios sólidos no peligrosos.

La aplicabilidad principal de esta parte recae sobre las municipalidades y a sus concesionarios y sobre las actividades de recolección y almacenamiento de desperdicios de los residentes.

El establecimiento de requisitos especiales para el manejo de desperdicio sólido no peligroso no implica qué requisitos similares o más estrictos no apliquen al manejo de desperdicio sólido peligroso.

REGLA 402 - PLANES DE OPERACION PARA DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS

A. Fecha Límite para Someter los Planes.

No más de diez y ocho (18) meses después de la fecha de efectividad de este reglamento (ej., para el 13 de mayo de 1982), cada dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido no peligroso, de un servicio de recolección o de una actividad generante de desperdicio sólido no peligroso, deberá someter un Plan de Operación de Desperdicio Sólido No Peligroso a la Junta de Calidad Ambiental para su aprobación.

B. Requisitos Especiales para los Planes de Operación para Desperdicios Sólidos No Peligrosos.

Cada Plan de Operación para Desperdicio Sólido No Peligroso deberá describir en detalle la propuesta operación de la facilidad para desperdicio sólido no peligroso, servicio de recolección o actividad generante, incluyendo planes para lo siguiente:

1. Limpieza de todas las calles públicas, plazas, paseos, ríos y playas dentro del área de servicio cubierta por el plan;
2. Recolección y transportación de todo el desperdicio sólido no peligroso dentro del área de servicio cubierta por el plan; y
3. Disposición final de todo el desperdicio sólido recolectado.

C. Requisitos Adicionales para los Planes de Operación de Actividad Generante y Servicio de Recolección de Desperdicio Sólido No Peligroso.

En adición a los requisitos establecidos en la Regla 207, el Plan de Operaciones de Desperdicio Sólido No Peligroso para actividad generante o un servicio de recolección deberá proveer para los siguientes elementos cuando los mismos sean aplicables:

1. Receptáculos para depositar papeles y otros desperdicios secos por los usuarios de las calles públicas, plazas, parques, paseos y playas;
2. Receptáculos para ser usados en residencias y facilidades industriales o comerciales para acumular el desperdicio doméstico o desperdicio sólido no peligroso para su recolección;
3. Receptáculos y vehículos para la recolección y transportación del desperdicio sólido no peligroso;
4. Itinerarios de recolección para las áreas residenciales, comerciales e industriales;
5. Sitios o facilidades a ser utilizados para transferir el desperdicio sólido no peligroso;
6. Sitios o facilidades a ser utilizados para la disposición final del desperdicio sólido no peligroso;

7. Personal a ser utilizado para llevar a cabo el plan; y
8. Registros y manifiestos y equipo de monitoría para asegurar cumplimiento con el plan.

D. Procedimientos para Emergencias.

El Plan de Operación para Desperdicio Sólido No Peligroso deberá incluir los procedimientos de reacción a emergencias requeridas por la Regla 207.

E. Coordinación con las Actividades de Desperdicios Sólidos Peligrosos.

Si la facilidad, servicio de recolección o actividad generante, maneja también desperdicio sólido peligroso, el Plan de Operación de Desperdicio Sólido No Peligroso explicará la manera en la cual las operaciones del desperdicio sólido peligroso es llevada a cabo o coordinada con las operaciones del desperdicio sólido no peligroso.

REGLA 403 - RESPONSABILIDADES DE LOS SERVICIOS PRIVADOS DE RECOLECCION DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS

Este reglamento no limita el derecho de persona alguna de lograr cumplimiento con sus requisitos o de proveer los servicios requeridos contratando con otros. Tales contratos, sin embargo, no

relevarán a ninguna persona de la obligación de cumplir con este reglamento.

Los servicios privados de recolección de desperdicio sólido no peligroso serán responsables tanto por los requisitos establecidos por este reglamento como por los requisitos establecidos por los contratos de sus servicios. El cumplimiento con este reglamento no releva al servicio privado de recolección de cumplir con los requisitos más estrictos estipulados en el contrato de servicio.

Esta regla no prohibe que cualquier servicio privado de recolección también posea y opere facilidades para la disposición de desperdicios sólidos.

REGLA 404 - RECOLECCION Y ALMACENAMIENTO DE DESPERDICIO SOLIDO NO PELIGROSO

Cualquier persona que posea, ocupe u opere cualquier facilidad industrial, comercial o residencia:

1. Será responsable por el almacenamiento sanitario de todo el desperdicio sólido no peligroso acumulado en la residencia o en la facilidad industrial, o comercial.
2. Proveerá un número suficiente de receptáculos para almacenar todos los materiales de desecho que están siendo acumulados para su disposición;

3. Colocará el desperdicio en los receptáculos de tal forma que evite que dicho desperdicio se derrame o se deposite en cualquier calle, acera u otro sitio público o en propiedad privada;
4. Será responsable de escurrir y envolver el desperdicio húmedo antes de colocarlo en el receptáculo, a menos que procedimientos especiales de recolección permitan el manejo de desperdicio húmedo y sin envolver;
5. No almacenará substancias líquidas de clase alguna en receptáculos para almacenar desperdicio a menos que:
   a. Los receptáculos sean específicamente diseñados para retener líquidos; y
   b. Se hayan designado procedimientos de almacenaje y recolección para manejar líquidos;
6. No almacenará ningún otro desperdicio que pueda ser difícil de manejar por los recogedores de desperdicios;
7. Colocará los receptáculos para desperdicio en el punto designado para la recolección antes del tiempo designado para la recolección.

REGLA 405 - ALMACENAMIENTO DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO PELIGROSOS

A. Receptáculos Individuales No Desechables.

Los receptáculos individuales utilizados para el almacenamiento de desperdicio sólido no peligroso serán diseñados y construídos de tal forma que sean:

1. Fácilmente manejables durante la recolección;
2. Razonablemente resistentes al moho y la corrosión;
3. Equipados con tapas de buen ajuste;
4. Razonablemente, a prueba de meteorización, a prueba de insectos y a prueba de roedores; y
5. Fáciles de lavar.

Cuando usados, serán localizados, ya sea sobre superficie lisa o impermeable o sobre burriquetes de almacenamiento o en un sitio de almacenamiento con sostenes.

B. Receptáculos Desechables.

Los receptáculos desechables tales como bolsas de papel o polietileno serán aceptables para almacenamiento de desperdicio sólido no peligroso siempre y cuando que:

1. Estén especialmente diseñados para tal almacenamiento y recolección;

2. Tengan suficiente fuerza de tensión para resistir al maltrato normal hasta tanto sean recogidas; y
3. Tengan una capacidad máxima de cuarenta (40) galones.

Cuando sean usados, deberán estar protegidas contra el daños causado por los animales y la sobrecarga y estarán cerradas o amarradas en forma segura antes de sacarlas fuera para la recolección. Si están hechas de papel, no deberán ser usadas para almacenamiento a campo abierto a menos que estén sostenidas por marcos o sostenes y a menos que estén protegidas de la lluvia.

C. Receptáculos Comerciales o de Gran Tamaño.

Los receptáculos comerciales o de gran tamaño deberán tener suficiente capacidad para el desperdicio que habrá de acumularse en ellos. Deberán ser compatibles con el equipo de recolección y deberán estar construídos con material durable y resistente a la corrosión, estar equipados con tapas o puertas de buen ajuste y ser a aprueba de agua y a prueba de meteorización.

D. Almacenamiento Temporero a Campo Abierto.

Los paquetes de periódicos y revistas, papel de desecho, cajas de empacar y materiales, poda de

árboles, matorrales grama del patio y desperdicios similares se atarán en forma segura en paquetes que no sean demasiado grandes para que sean fácilmente manejados por el sistema de recolección de desperdicio.

E. Desperdicio Voluminoso.

El desperdicio voluminoso será almacenado en tal forma que se evite que recoja agua o que se conviertan en albergue de ratas e insectos. Deberá ser colocado en el sitio de recolección con veinti cuatro (24) horas o menos de antelación al itinerario de recolección y en el caso de neveras o congeladores, las puertas deberán ser removidas antes de colocarlos en el punto de recolección.

PARTE V

REQUISITOS ESPECIALES PARA EL MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES PARA LOS GENERADORES, TRANSPORTADORES Y DUEÑOS U OPERADORES DE FACILIDADES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

PARTE V - REQUISITOS ESPECIALES PARA EL MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES PARA LOS GENERADORES, TRANSPORTADORES Y DUEÑOS U OPERADORES DE FACILIDADES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

REGLA 501 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta sección establece los requisitos especiales para el mantenimiento de registros e informes para aquellas personas que manejan desperdicio sólido peligroso. Estos requisitos suplementan las disposiciones generales de la Parte II, y los mismos son en adición a los requisitos específicos para el mantenimiento de registros e informes que podrán ser incoporados en los permisos para facilidades o servicios específicos. Estos son también en adición a los informes especiales requeridos en otras partes de este reglamento, tales como, informes relacionados con emergencias durante la transportación y contaminación del agua subterránea.

REGLA 502 - MANTENIMIENTO DE REGISTROS DE LAS OPERACIONES DE LA FACILIDAD O DE LA ACTIVIDAD

A. Requisitos para el Generador.

Los generadores de desperdicio sólido peligroso deberán mantener registros de lo siguiente:

1. Todas las pruebas que han sido realizadas para analizar o cuantificar los desperdicios, incluyendo las pruebas hechas para determinar si un desperdicio sólido es o no peligroso;
2. La cantidad y tipo de todo el desperdicio sólido peligroso siempre que este se genere;
3. La cantidad y tipo de todo el desperdicio sólido peligroso que es tratado, almacenado o dispuesto en su localización;
4. La cantidad y tipo de todo el desperdicio sólido peligroso que es removido hacia una facilidad de tratamiento, almacenamiento y disposición fuera de su localización;

   COMENTARIO: El registro de la remoción de desperdicio sólido peligroso para ser manejado fuera de su localización podrá ser mantenido reteniéndo copias de los manifiestos preparados para la transportación del desperdicio sólido peligroso.

5. La cantidad y tipo de todo aquel desperdicio sólido peligroso que es recibido para su manejo por una facilidad fuera de su localización;

   COMENTARIO: El registro del recibo del desperdicio sólido peligroso transportado puede ser mantenido, reteniendo copias del manifiesto ya completo, firmado y recibido de las facilidades designadas para la disposición de los desperdicios sólidos peligrosos.

6. La cantidad y tipo de todo el desperdicio sólido peligroso que fue generado, pero que no ha sido anotado, ya sea porque no fué registrado como transportado desde la facilidad, o porque este fué transportado desde la facilidad, pero la facilidad designada para la disposición del desperdicio sólido peligroso no había acusado recibo.

B. Requisitos para los Transportadores.

Los transportadores del desperdicio sólido peligroso, deberán mantener archivos de lo siguiente:

1. La cantidad y tipo de todo el desperdicio sólido peligroso que acarrean.
2. La fuente y punto de entrega de todo el desperdicio sólido peligroso que acarrean; y
3. Todo el desperdicio sólido peligroso recibido, pero para el cual no hay registro de entrega.

COMENTARIO: Estos registros serán mantenidos, reteniendo copias de todos los manifiestos recibidos con los embarques del desperdicio sólido peligroso, ya hayan sido o no firmados por el siguiente transportador designado o por el dueño u operador de la facilidad designada.

C. Requisitos para los Dueños y Operadores de las Facilidades para Desperdicios Sólidos Peligrosos.

1. Los dueños u operadores de facilidades para desperdicio sólido peligroso (incluyendo los generadores que tratan o almacenan o disponen de desperdicio sólido peligroso en su localización) tienen que mantener un registro diario operacional (abierto para inspección al personal de la Junta) para anotar la cantidad y tipo de todo el desperdicio sólido peligroso que es tratado, almacenado o dispuesto en la facilidad. La información contenida en ese registro, deberá incluir, pero sin estar limitada a lo siguiente:

   a. Una descripción de la cantidad y tipo de cada desperdicio sólido peligroso recibido y el método(s) y fecha(s) de su tratamiento, almacenamiento o disposición en la facilidad. Este archivo deberá incluir, con respecto a cada desperdicio sólido peligroso recibido lo siguiente:

      (1) Una descripción del tipo de desperdicio con su nombre común y el número de desperdicio peligroso, según indica la Parte VI aplicable a este desperdicio.

COMENTARIO: Cada desperdicio sólido peligroso anotado en la Parte VI y cada característica sobre desperdicio sólido peligroso definida en la Parte V, tiene asignado un número de desperdicio sólido peligroso de cuatro (4) dígitos.

Este número tiene que ser usado para propósitos de mantenimiento de registros e informes. Cuando un desperdicio sólido peligroso es una mezcla de varios desperdicios peligrosos anotados en la Parte VI, o cuando más de una característica de desperdicio sólido peligroso aplica al desperdicio, la descripción del desperdicio tiene que incluir todos los números de desperdicios sólidos peligrosos aplicables.

La descripción del desperdicio deberá incluir también la forma física del desperdicio, ej., líquido, cieno, sólido o gas envasado. Si el desperdicio no está anotado en la Parte VI, la descripción deberá incluir el proceso que lo produjo (por ejemplo, cieno seco filtrado procedente de _____ _____, Número de Desperdicio Peligroso _____),

(2) El peso estimado o informado en el manifiesto o el volumen y la densidad, donde apliquen, en unidades apropiadas de medida.

(3) El método(s) y fecha(s) de tratamiento, almacenamiento o disposición.

b. La ubicación de cada desperdicio sólido peligroso dentro de la facilidad y la cantidad en cada ubicación. Para facilidades de disposición, la ubicación y cantidad de cada desperdicio peligroso tiene que estar indicada en un mapa o diagrama de cada compartimiento o área de disposición. Para todas las facilidades de esta información tiene que incluir referencias de corroboración de los números de los documentos del manifiesto específico, si el desperdicio estaba compañado de un manifiesto.

c. Registros y resultados de los análisis realizados, según requerido en la Parte VIII referente al muestreo de todo desperdicio sólido peligroso que es tratado, almacenado, o dispuesto.

2. En adición al registro de operación diario, los dueños u operadores de facilidades de desperdicio sólido peligroso (incluyendo a los generadores que tratan, almacenan, o disponen desperdicio sólido peligroso en su localización) tienen que mantener los siguientes registros adicionales:

a. Resumen de los informes y detalles de todos los incidentes que requieren implementación

de procedimientos de emergencia, según especificado en la Parte II, y en la Parte VIII;

b. Registros y resultados de todas las inspecciones, según requerido en la Parte VIII;

c. Notificación a los generadores confirmando que la facilidad puede legalmente recibir el desperdicio sólido peligroso, en caso de facilidades fuera de su localización;

d. Registros de las condiciones de operación (temperatura, presión, residuo, tiempo, razón de alimentación, etc.); y

e. Registros de adiestramientos.

REGLA 503 - INFORME DE LA FACILIDAD U OPERACIONES DE LA ACTIVIDAD

A. Informe Anual.

1. Los generadores tienen que preparar y someter a la Junta un informe anual no más tarde del 1ro. de marzo de cada año. El informe anual debe incluir todo el desperdicio sólido peligroso generado durante el año calendario anterior. El informe anual debe incluir la siguiente información:

a. Nombre del generador, número de identificación y la dirección de ubicación;

b. Nombre y número de teléfono de la persona a quien pueda referirse con relación a la información sometida;

c. Nombre, número de identificación y dirección de cada facilidad para desperdicio sólido peligroso a la cual se envió el desperdicio sólido peligroso, si alguno, incluyendo la siguiente información:

   (1) Una descripción del desperdicio de acuerdo al número de identificación de desperdicio peligroso;

   (2) Un estimado de la cantidad de cada desperdicio sólido peligroso que fue enviado a la facilidad designada; y

   (3) El nombre y número de identificación de cada transportador cuyos servicios fueron utilizados para transportar tal desperdicio a la facilidad designada;

d. Con respecto al desperdicio sólido peligroso dispuesto en su-localización:

   (1) Una descripción de cada desperdicio sólido peligroso tratado, almacenado o dispuesto durante el año;

(2) La cantidad de cada desperdicio sólido peligroso; y

(3) Una descripción del método de tratamiento, almacenamiento o disposición usado para cada uno de tales desperdicios sólidos peligrosos;

e. Cualquier otra información requerida en los informes anuales de los dueños u operadores de las facilidades para desperdicio sólidos peligrosos; y

f. Una certificación a tenor con los requisitos de la Junta firmada por el dueño u operador o su representante debidamente autorizado.

2. Los transportadores deben preparar y someter a la Junta un informe anual, no más tarde del 1ro. de marzo de cada año. El informe debe incluir todo el desperdicio sólido peligroso transportado durante el año calendario anterior. El informe anual debe incluir la siguiente información:

a. Nombre del transportador, número de identificación y la dirección o localización;

b. El nombre y número de teléfono de la persona a quien pueda referirse con relación a la información sometida;

c. Nombre, número de identificación y dirección de cada generador del cual se ha recibido desperdicio sólido peligroso;

d. Una descripción de cada desperdicio sólido peligroso por su número de identificación y con un estimado de la cantidad enviada a cada facilidad designada;

e. Nombre, número de identificación y dirección de las facilidades para desperdicio sólidos peligrosos a las cuales cada uno de esos desperdicios ha sido entregado; y

f. Una explicación de todas las ocaciones en que el desperdicio sólido peligroso ha sido recibido por el transportador, pero no ha sido entregado a la facilidad designada para desperdicio sólido peligroso o ha sido devuelto al generador; y

g. Certificación de acuerdo a los requisitos de la Junta firmada por el dueño u operador o su representante debidamente autorizado.

3. El dueño u operador de una facilidad que recibe desperdicio sólido peligroso para tratamiento, almacenamiento o disposición debe preparar y someter un informe anual a la Junta el 1ro. de marzo de cada año. El informe anual debe

incluir todo el desperdicio sólido peligroso almacenado, tratado o dispuesto durante el año calendario anterior y debe incluir la siguiente información:

a. Número de identificación, nombre y dirección de la facilidad para desperdicio sólido peligroso;
b. Número de identificación de cada generador de desperdicio sólido peligroso del cual la facilidad recibió el desperdicio sólido peligroso y para desperdicio importado, el nombre y la dirección del generador extranjero;
c. Descripción y cantidad de cada desperdicio sólido peligroso recibido en la facilidad (por el número de identificación de cada generador y del desperdicio sólido peligroso);
d. El método de tratamiento, almacenamiento o disposición de cada desperdicio sólido peligroso;
e. Datos de muestreo, cuando sean requeridos;
f. Los estimados más recientes de los costos de cierre y para las facilidades de disposición, los estimados más recientes de los costos de cierre posterior; y

g. Certificación de acuerdo con los requisitos de la Junta firmada por el dueño u operador o su representante debidamente autorizado.

B. Mantenimiento de Registros e Informes Relativos a Muestreo de Agua Subterránea.

El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso a la cual le es requerido por el Párrafo 804(A)(1) establecer un programa de muestreo de agua subterránea debe:

1. Mantener registros de todos los análisis requeridos en el Párrafo 804(C)(3) y(4), las elevaciones superficiales asociadas al agua subterránea requeridas en el Párrago 804(C)(5), y las evaluaciones requeridas en el Párrafo 804(D)(2). Esos registros se mantendrán a través de la vida activa de la facilidad y, para facilidades de disposición a través del período de cierre posterior.
2. Informar a la Junta la siguiente información sobre el muestreo de agua subterránea:
   a. Durante el primer año, cuando se estén estableciendo las concentraciones iniciales de información básica para la facilidad, las concentraciones o valores de los parámetros

anotados en el Subpárrafo 804(C)(2)(a) para cada pozo de muestreo de agua subterránea, y los mismos serán informados dentro de quince (15) días después de haber completado el análisis trimestral requerido. El dueño u operador identificará por separado para cada pozo de muestreo cualquier parámetro cuyas concentraciones o valores hayan sido encontrados excediendo el nivel de contaminante máximo anotado en el Subpárrafo 804 (C)(2)(a).

b. Después del primer año y de ahí en adelante, anualmente se informará lo siguiente:

(1) Las concentraciones o valores de los parámetros anotados en el Subpárrafo 804(C)(2)(c). Esos valores serán sometidos para cada pozo de muestreo de agua subterránea, y los mismos serán sometidos junto con las evaluaciones de esos parámetros requeridos bajo el párrafo 804(D)(2). El dueño u operador debe por separado identificar cualquier diferencia significativa de la información básica inicial encontrada en los

pozos gradiente arriba, de acuerdo con el Párrafo 804(D)(3). Durante la vida activa de la facilidad, esa información será sometida como parte del informe anual requerido bajo esta regla.

(3) Los resultados de la evaluación de las elevaciones superficiales del agua subterránea requerida bajo el Párrafo 804 (D)(5) y una descripción de la respuesta requerida a esa evaluación donde aplique.

Si se hace muestreo del agua subterránea para satisfacer los requisitos del Subpárrafo 804(D)(4)(d), el dueño u operador debe:

1. Mantener informes de los análisis y evaluaciones especificadas en el plan de evaluación requerido por el Subpárrafo 804(D)(4)(c), a través de la vida activa de la facilidad, y para facilidades de disposición en el terreno, a través del período de cierre posterior; y
2. Someter anualmente a la Junta, hasta el cierre final de la facilidad, un informe que contenga los resultados del programa de evaluación del agua subterránea; incluyendo, pero sin limitarse a la tasa de migración calculada (o medida) de desperdicio sólido peligroso o componentes de desperdicios sólidos peligrosos en el agua subterránea durante el período de informe. Ese informe se someterá como parte del informe anual requerido bajo esta regla.

C. Otros Informes.

Los dueños u operadores de facilidades para desperdicios sólidos peligrosos deben informar lo siguiente:

1. Accidentes, incidentes o cualquier alteración del proceso de operación autorizado;
2. Datos de muestreo; y
3. Cierre de operaciones, con notificación de treinta (30) días de antelación por lo menos.

REGLA 504 - MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES SOBRE EL SISTEMA DE MANIFIESTO

A. Requisitos Exigidos al Generador en Cuanto al Mantenimiento del Registro del Manifiesto.

1. El generador debe mantener una copia de cada manifiesto durante tres (3) años o hasta que él reciba una copia firmada de la facilidad designada que recibió el desperdicio. Esta copia firmada debe ser retenida como una constancia por lo menos durante tres (3) años a partir de la fecha que el desperdicio fué aceptado por el transportador inicial.
2. El generador debe mantener una copia de cada Informe Anual y del Informe de Excepción por un período de por lo menos tres (3) años a partir de la fecha que el informe se ha vencido (1ro. de marzo).

B. Requisitos Exigidos al Generador en Cuanto al Informe del Manifiesto.

1. Según requerido por la Sección 703(E), el generador debe someter una (1) copia de cada manifiesto a la Junta dentro de un término de una (1) semana de entrega del desperdicio al transportador. Dicha copia debe ser enviada a:

   Director
   Area para el Control de la
   Contaminación de Terrenos
   Junta de Calidad Ambiental

2. Según requerido por la Sección 703(F), el generador debe someter un Informe de Excepción a la Junta si no ha recibido una copia del manifiesto con la firma manuscrita del dueño u operador de la facilidad designada dentro de treinta (3) días a partir de la fecha en que el desperdicio fue aceptado por el transportador inicial.

C. Requisitos Exigidos al Transportador para el Mantenimiento del Registro del Manifiesto.

1. El transportador de desperdicio sólid peligroso debe mantener una (1) copia del manifiesto firmado por el generador, por él mismo y por el próximo transportador designado o el dueño u operador de la facilidad designada durante un período

de tres (3) años a partir de la fecha en que el desperdicio sólido peligroso fue aceptado por el transportador inicial.

2. Para envíos entregados a la facilidad designada por barco (embarque a granel), cada transportador por barco (embarque a granel) debe retener una (1) copia de los documentos de embarque por un período de tres (3) años a partir de la fecha en que el desperdicio sólido peligroso fue aceptado por el transportador inicial.
3. El transportador que transporta desperdicio sólido peligroso fuera del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, debe mantener una (1) copia del manifiesto indicando que el desperdicio sólido peligroso salió del Estado Libre Asociado de Puerto Rico. Esa copia debe ser mantenida por un período de tres (3) años a partir de la fecha en que el desperdicio sólido peligros fue aceptado por el transportador inicial.

D. <u>Requisitos para Mantenimiento de Registros e Informes de Manifiesto a los Dueños u Operadores de Facilidades</u>.

1. El dueño u operador de una facilidad para desperdicio sólido peligroso que recibe desperdicio sólido peligroso acompañado de un manifiesto debe:

a. Firmar y anotar la fecha en cada copia del manifiesto para certificar que el desperdicio sólido peligroso cubierto por el manifiesto fué recibido.

b. Anotar en cada copia del manifiesto cualquier discrepancia significativa (según definido en el Párrafo 2 de esta sección).

c. Según se requiere en la Sección 703(E) entregar al transportador, por lo menos, una (1) copia del manifiesto firmado;

d. Dentro de treinta (30) días después de la entrega, enviar la copia original al generador, y al final de cada mes o período mayor de tiempo que pueda ser aprobado por la Junta, enviar una (1) copia del manifiesto firmado y completo a la Junta; y

e. Según lo establecido en la Sección 505(A), retener una (1) copia de cada manifiesto por lo menos por tres (3) años.

El dueño u operador de una facilidad que recibe desperdicio sólido peligroso de un transportador por barco (embarque al granel) que, según se establece en la Sección 706(E), está acompañado por un documento de embarque conteniendo toda la información requerida en el manifiesto debe:

a. Firmar y escribir la fecha en cada copia del documento de embarque para certificar que el desperdicio sólido peligroso cubierto por estos fué recibido;

b. Anotar cualquier discrepancia significativa en cada copia del documento de embarque (según se define en el Párrafo 2 de esta sección).

c. Entregar inmediatamente al transportador por barco (embarque a granel) por lo menos una (1) copia de los documentos de embarque;

d. Dentro de treinta (30) días después de la entrega, enviar una (1) copia de los documentos de embarque al generador y, al final de cada mes o período más largo de tiempo que pueda, ser aprobado por la Junta, enviar una (1) copia a la Junta; o si el manifiesto es recibido dentro de treinta (30) días después de la entrega, firmar y escribir la fecha en el manifiesto y devolver al generador y a la Junta en lugar de los documentos de embarque; y

e. Según se establece en la Sección 505(A), retener en la facilidad una (1) copia de cada documento de embarque por lo menos por tres

(3) años desde la fecha de entrega.

Todas las copias de los manifiestos o documentos de embarque firmados y completos serán enviados a la Junta a:

Director
Area Contaminación de Terrenos
Junta de Calidad Ambiental

2. Las discrepancias en el manifiesto son diferencias entre la cantidad o tipo del desperdicio sólido peligroso designado en el manifiesto o en los documentos de entrega y la cantidad o tipo de desperdicio sólido peligroso que una facilidad realmente recibe. Discrepancias significativas en la cantidad son:

   a. Para desperdicio a granel, variaciones mayores del diez porciento (10%) del peso, y

   b. Para desperdicio en lotes, cualquier variación en el número de piezas, tales como discrepancia de un barril en la carga de un camión. Discrepancias significativas en cuanto al tipo son diferencias obvias que pueden ser descubiertas mediante inspección o análisis del desperdicio, tales como un desperdicio de solvente que ha sido sustituído por un desperdicio ácido o componentes tóxicos que no han sido informados en el manifiesto o documentos de embarque.

Al descubrir la discrepancia, el dueño u operador deberá tratar de reconciliar la discrepancia con el generador del desperdicio o el transportador. Si la discrepancia no es solucionada dentro de los quince (15) días después de haber recibido el desperdicio, el dueño u operador debe someter inmediatamente una carta a la Junta describiendo la discrepancia y los intentos de reconciliar dicha discrepancia y una copia del manifiesto o documentos de embarque envueltos en el asunto.

3. Los dueños u operadores de una facilidad para desperdicio sólido peligroso que recibe desperdicio sólido peligroso sin registrar de cualquier fuente fuera de su-localización (excepto aquel que cualifica para excepción como pequeño generador según la Parte VI, y no tiene, por lo tanto, que preparar el manifiesto) debe preparar y someter un informe a la Junta no más tarde de quince (15) días después de haber recibido el desperdicio. El informe debe incluir la siguiente información:

   a. Número de identificación, nombre y dirección de la facilidad para desperdicio sólido peligroso;

b. Fecha en que la facilidad para desperdicio sólido peligroso recibió o descubrió el desperdicio;

c. Número de identificación, nombre y dirección del generador y del transportador si está disponible;

d. Descripción de cantidad y tipo de cada desperdicio peligroso que no ha sido anotado;

e. Método de tratamiento, almacenamiento o disposición usado para cada desperdicio sólido peligroso;

f. Explicación del porqúe el desperdicio no fue registrado, si es conocido; y

g. Una certificación a tenor con los requerimientos de la Junta, firmada por el dueño u operador o su representante debidamente autorizado.

REGLA 505 - DISPOSICIONES GENERALES CON RELACION AL MANTENIMIENTO DE REGISTROS E INFORMES

A. Retención de Registros.

Todos los registros e informes requeridos por esta parte deberán ser mantenidos por un período de tres (3) años a partir de la fecha en que dichos registros debieron prepararse o los informes ser sometidos.

B. Disponibilidad de los Informes.

Todos los registros requeridos bajo esta parte deberán ser entregados, de ser requeridos, y hacerlos disponibles para inspección en cualquier período de tiempo razonable, a cualquier oficial, empleado o representante de la Junta debidamente identificado.

C. Extención Automática del Período de Retención de Registros.

El período de retención para todos los registros requeridos bajo esta parte será extendido automáticamente durante el curso de cualquier acción de litigio que no haya sido resuelta con relación a la facilidad, o según sea requerido por la Junta.

D. Requisito de Retención Especial para Registros de Desperdicios Sólidos Peligrosos.

Una (1) copia de los registros de las ubicaciones y cantidades requeridas bajo la Sección 502(C) y bajo la Parte VIII, deberá ser retenida para ser sometida a la Junta al cierre de una facilidad para desperdicio sólido peligroso.

PARTE VI

CLASIFICACION COMO DESPERDICIO

SOLIDOS PELIGROSOS

PARTE VI - CLASIFICACION COMO DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

REGLA 601 - PROPOSITOS, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece reglas para determinar cual desperdicio sólido es desperdicio sólido peligroso. La misma lo hace así por identificación de ciertas características de tal desperdicio desarrollada por la APA.

En adición al establecimiento de cual desperdicio sólido es peligroso, esta parte contiene también requisitos especiales para cantidades pequeñas de desperdicio sólido peligroso y para aquel desperdicio sólido peligroso que es legítimamente recirculado,reusado, o reclamado.

REGLA 602 - REQUISITOS DE EVALUACION DE LOS DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

Todos los generadores de desperdicios sólidos peligrosos que sabe o tiene razones para creer que su desperdicio pueda ser peligroso, primero deberá determinar si este es un desperdicio anotado a tenor con las Reglas 607 y 608, si este no lo está, deberá entonces evaluarlo conforme con las características en la Regla 604, ya sea declarando tal desperdicio como peligroso basado en sus conocimientos o por análisis a tenor con los métodos establecidos en la Regla 604.

REGLA 603 - CRITERIO PARA CLASIFICACION DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

A. Criterios para Establecer las Características de los Desperdicios Sólidos Peligrosos.

Para los propósitos de establecer las características de desperdicio sólido peligroso, la Junta utilizará el siguiente criterio:

1. Para establecer las características de desperdicio sólido peligroso la Junta primero determinará que el desperdicio sólido con esa característica puede:
   a. Causar o contribuir significativamente a un aumento en la mortalidad, o un aumento de enfermedades incapacitantes irreversible o enfermedades incapacitantes reversibles; o
   b. Representa un riesgo substancial o potencial a la salud humana o al ambiente cuando es almacenado, transportado, tratado, dispuesto de, o de otra manera manejado; y
2. Las características pueden ser:
   a. Medidas por un método de prueba normalizado disponible que sea razonable de acuerdo con las capacidades del generador de desperdicio sólido o laboratorios privados que están disponibles para servir a los generadores de desperdicio sólido; o

b. Razonablemente perceptible por los generadores de desperdicio sólido en base a sus conocimientos de sus desperdicio.

B. Criterios para Anotar un Desperdicio Sólido Peligroso.

La Junta anotará el desperdicio sólido como un desperdicio sólido peligroso sólo si determina que el desperdicio satisface uno de los siguientes criterios:

1. El desperdicio exhibe cualquiera de las características identificadas en la Regla 604.
2. Un desperdicio será considerado un Desperdicio Severamente Peligroso ("Acute Hazardous Waste") y ser anotado como un desperdicio sólido peligroso si se encuentra que es fatal a los humanos en dosis pequeñas, o en la ausencia de información sobre la toxicidad en humanos, si se determina que:
   a. Tiene una toxicidad oral LD_{50} en ratas menor de 50 mg/kg; o
   b. Tiene una toxicidad de inhalación LD_{50} en ratas menor de 2 mg/litro; o
   c. Tiene una toxicidad dermal LD_{50} en conejos menor de 200 mg/kg; o
   d. De otra manera es capaz de causar o contribuir a un aumento significativo de enfermedades incapacitantes irreversibles o enfermedades incapacitantes reversible.

3. Un desperdicio será considerado un Desperdicio Tóxico y ser anotado como un desperdicio sólido peligroso, si este contiene cualquiera de los componentes tóxicos anotados en el Apéndice VIII, del Reglamento a la APA Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261, a menos que, luego de considerar cualquiera de los siguientes factores, la Junta concluye que el desperdicio no es capaz de representar un riesgo substancial inminente o potencial a la salud humana o al ambiente cuando se tratan, almacenan, transportan, disponen de, o otra manera manejados:

   a. La naturaleza de la toxicidad presentada por el componente;

   b. La concentración del componente en el desperdicio;

   c. El potencial del componente o cualquier producto tóxico degradado del componente a emigrar del desperdicio al ambiente bajo condiciones de manejo inadecuado;

   d. La persistencia del componente o cualquier producto tóxico degradado del componente;

e. El potencial para el componente o cualquier producto tóxico degradado del componente a degradarse en componentes no peligrosos y la razón de degradación;

f. El grado al cual el componente o el producto degradado del componente se bioacumula en los ecosistemas;

g. Los tipos razonables de manejo inadecuado a los cuales pueda estar sujeto el desperdicio;

h. Las cantidades del desperdicio generado en sitios individuales de generación o en base regional o al nivel de isla;

i. La naturaleza y severidad del daño a la salud humana y al ambiente como resultado del manejo inadecuado del desperdicio que contiene el componente;

j. Las acciones tomadas por otras agencias o programa reguladores basado en los riesgos representados por el desperdicio o sus componentes a la salud y al ambiente; y

k. Aquellos otros factores que puedan ser apropiados.

La Junta podrá anotar las clases o tipos de desperdicios sólidos como desperdicio sólido peligroso si tiene razones para creer que desperdicios individuales dentro de la clase o tipo de desperdicio

típicamente o frecuentemente son peligrosos en virtud a la definición de desperdicio sólido peligroso que se encuentra en la Regla 102.

REGLA 604 - CARACTERISTICAS DE LOS DESPERDICIO SOLIDOS PELIGROSOS

Un desperdicio sólido, según definido en la Regla 102, es un desperdicio sólido peligroso si no está excluído por la definición de ese término en la Regla 102 y si el desperdicio posee cualquiera de las siguientes características:

A. Inflamable.

Un desperdicio sólido es un desperdicio sólido peligroso si una muestra representativa del desperdicio exhibe cualquiera de las siguientes características:

1. Es un líquido, que no es una solución acuosa conteniendo menos del veinti cuatro porciento (24%) del alcohol por volumen, y tiene un punto de inflamación menor de sesenta (60) grados Centígrados (140 grados Farenheit), según determinado por el "Pensky-Martens Close Cup Tester", usando el método de prueba especificado en las Normas ASTM D-93-79, o

el "Setaflash Close Cup Tester", usando el método especificado en la Norma ASTM D-3278-78, o según determinado por un método de prueba equivalente aprobado por la Junta a tenor con la Regla 208.

2. No es un líquido y es propenso, bajo la temperatura y presión normal, a causar fuegos a través de fricción, absorción de humedad o cambios químicos espontáneos y cuando encendido, arde tan vigorosamente y persistentemente que crea un riesgo.

3. Es un gas comprimido que es inflamable hasta el extremo que:

   a. Ya sea una mezcla de trece porciento (13%) o menor (por volumen) con aire forma una mezcla inflamable, o un alcance inflamable con aire que es más amplio que doce porciento (12%) indiferentemente de los límites más bajos; o

   b. Usando el "Bureau of Explosives Flame Projection Apparatus", la flama se proyecta más de diez y ocho (18) pulgadas más alla de la fuente de ignición con la válvula totalmente abierta o la flama se reduce y arde en la válvula a cualquier grado de apertura de válvula; o

c. Usando el "Bureau of Explosive Open Drum A-paratus", ocurre una propagación significativa de la flama lejos de la fuente de ignición; o

d. Usando el "Bureau of Explosive Closed Drum Apparatus", ocurre cualquier explosión de la mezcla de vapor-aire en el cilindro ("drum").

4. Es un oxidante tal como un clorato, permanganato, peróxido inorgánico, o un nitrato, que genera oxígeno lo suficientemente rápido para estimular la combustión de materia orgánica.

Un desperdicio sólido que exhibe las características de inflamabilidad, pero no está anotado como un desperdicio sólido peligroso en la Subparte D, del Reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40 Parte 261, tendrá el número de desperdicio sólido peligroso D001.

B. Corrosivo.

Un desperdicio sólido es un desperdicio sólido peligroso si una muestra representativa del desperdicio sólido exhibe una u otra de las siguientes características:

1. Es un desperdicio sólido acuoso que tiene un pH menor que o igual a dos (2) o mayor que o igual a 12.5, según determinado con un medidor de pH, ya sea usando los métodos de prueba especificados en "Los Métodos de Prueba para la Evaluación de los Desperdicios Sólidos, Método Fisicos/Químicos" (también descritos en el "Manual de Métodos para Análisis Químico del Aguas y Desperdicios" APA 600/4-79-020, 19 de marzo de 1979), o un método de prueba equivalente aprobado por la Junta a tenor con la Regla 208.
2. Es un líquido con un coeficiente de corrosión mayor que 6.35 milímetros (0.250 pulgadas) por un año en acero (SAE 1020) a una temperatura de prueba de cincuenta y cinco (55) grados Centígrados (130 grados Farenheit) según determinado por las Normas NACE ("National Association of Corrosion Engineers") TM-01-69, o un método de prueba equivalente aprobado por la Junta a tenor con la Regla 208.

Un desperdicio sólido que exhibe las características de corrosión, pero no está anotado como un desperdicio sólido peligroso en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261, Subparte D,

tendrá el número de desperdicio sólido peligroso D002.

C. Reactividad.

Un desperdicio sólido es un desperdicio sólido peligroso si una muestra representativa tiene cualquiera de las siguientes propiedades:

1. Es normalmente inestable y sufre cambios violentos sin detonar.
2. Reacciona violentamente con agua.
3. Cuando se mezcla con agua, genera vapores, humos o gases tóxicos en una cantidad suficiente para presentar un peligro a la salud humana o al ambiente.
4. Es un desperdicio que contiene cianuro o sulfuro que, cuando se expone a condiciones de pH entre dos (2) y 12.5, puede generar vapores, humos o gases tóxicos en una cantidad suficiente para presentar un peligro a la salud humana o al ambiente.
5. Forma mezclas potencialmente explosivas con agua.
6. Es capaz de detonar o reaccionar explosivamente si se le expone a una fuente iniciadora fuerte o si es calentado bajo confinamiento.

7. Es capaz de detonar rápidamente, o sufrir descomposición o reacción explosiva a temperatura y presión normal.
8. Es un explosivo prohibido según definido en el reglamento del Departamento de Transportación de Estados Unidos, Código de Reglamentos Federales 49, Parte 173.51, o un explosivo Clase A según definido en 49 Parte 173.53 o un explosivo Clase B según definido en 49 Parte 173.88.

Un desperdicio sólido que exhibe las características de reactividad, pero que no está anotado como un desperdicio sólido peligroso en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261, Subparte D, tiene el número de desperdicio sólido peligroso D003.

D. Toxicidad por el Procedimiento de Extracción (EP Toxity).

Un desperdicio sólido que satisface cualquiera de las siguientes características es un desperdicio sólido peligroso si el extracto de una muestra representativa del desperdicio usando los métodos de prueba descritos en el Apéndice II, del reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales

40, Parte 261, o un método de prueba equivalente aprobado por la Junta contiene cualquiera de los contaminantes anotados en la Tabla A más adelante a una concentración igual o mayor que la respectiva concentración máxima dada en la tabla. Para los propósitos de esta sección, donde el desperdicio contenga menos de 0.5 porciento de sólidos filtrables, el desperdicio por sí mismo, luego de filtrado, es considerado como el extracto.

TABLA A

CONCENTRACION MAXIMA DE CONTAMINANTES PARA LAS CARACTERISTICAS DE TOXIDAD EP

Núm. del Desperdicio Sólido Peligroso de la APA	Contaminante	Concentración Máxima (Milígramo por Litro)
D004	Arsénico	5.0
D005	Bario	100.0
D006	Cadmio	1.0
D007	Cromio	5.0
D008	Plomo	5.0
D009	Mercurio	0.2
D010	Selenio	1.0
D011	Plata	5.0

TABLA A

CONCENTRACION MAXIMA DE CONTAMINANTES PARA LAS CARACTERISTICAS DE TOXIDAD EP

Núm. del Desperdicio Sólido Peligroso de la APA	Contaminante	Concentración Máxima (Milígramo por Litro)
D012	Endrin(1,2,3,4, 10,10-hexacloro 1,7,epoxy-1,4, 4a,5,6,7,8,8a,- octahidro 1,4, endo-5,8-dime- tano naftaleno)	0.02
D013	Lindano(1,2,3,4, 5,6,-hexacloro ciclohexano,gama isomero)	0.04
D014	Metoxicloro(1,1, 1-tricloro-2,2,- bis(p.metoxifenil etano)	10.0
D015	Toxafeno($C_{10}H_{10}$ C_{18},technical chlorinated camp heno 67-69 por- ciento cloro)	0.5
D016	2,4,-D(2,4,-ácido dicloro fenoxia- cético)	10.0
D017	2,4,5,TP Silvex (2,4,5,-ácido tri- clorofenoxi pro- pionico)	1.0

Cualquier desperdicio sólido que exhibe las características de toxidad EP, pero que no aparece anotado como un desperdicio sólido peligroso en el Reglamento

de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261, Subparte D, tiene el Número de Desperdicio Sólido Peligroso especificado en la Tabla A correspondiente al contaminante tóxico que causa que este sea peligroso.

E. (Reservada)

F. (Reservada)

G. (Reservada)

H. (Reservada)

I. Desperdicio Peligroso No Clasificado de Otra Manera (DPNCOM).

Un desperdicio sólido es un desperdicio sólido peligroso aún si este no satisface cualquiera de las características establecidas en esta regla si es determinado por la Junta que causa o contribuye a un aumento en la mortalidad o en aumento en enfermedades serias irreversibles o enfermedades incapacitantes reversibles o representa un riesgo substancial a la salud humana o al ambiente.

REGLA 605 - DESPERDICIO SOLIDO EXTREMADAMENTE PELIGROSO

La Junta podrá designar cierto desperdicio sólido como Desperdicio Sólido Extremadamente Peligroso cuando determine que por su cantidad y concentración y por sus características altamente tóxicas, reactivas, inflamables, corrosivas, infectivas, o de naturaleza radiactiva, que constituyen una grave amenaza a la salud humana o al ambiente si no se almacenan, tratan o disponen adecuadamente, o de otra manera manejados.

La Junta podrá prohibir el tratamiento, almacenamiento o disposición de cualquier Desperdicio Sólido Extremadamente Peligroso en el Estado Libre Asociado de Puerto Rico, si no existe la facilidad de desperdicio sólido peligroso capaz de tratar, almacenar o disponer de tal Desperdicio Sólido Extremadamente Peligroso sin crear un peligro a la salud pública o al ambiente.

REGLA 606 - REQUISITOS ESPECIALES PARA CIERTO DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. <u>Generadores de Pequeñas Cantidades.</u>

1. Excepto según se dispone en el Párrafo 4, cualquier persona que genere, en un mes calendario, un total de 1000 kilogramos o menos de desperdicio sólido peligroso para tratamiento, almacenamiento, o disposición en el Estado Libre Asociado de

Puerto Rico estará exento de los requisitos de permisos y preparación del manifiesto bajo las Partes V a la X de este reglamento.

2. Cualquier persona cuyo desperdicio sólido peligroso está exento bajo el Párrafo 1, de esta regla, pero que acumula desperdicio sólido peligroso en cantidades mayores que 1000 kilogramos, (en cuanto a tal desperdicio acumulado) está sujeto a todos los requisitos de este reglamento.

3. Cualquier persona que genera, en un mes calendario, o que acumula en cualquier momento, en el Estado Libre Asociado de Puerto Rico cualquiera de los siguentes desperdicios sólidos peligrosos en cantidades mayores a las establecidas más adelante está sujeta también a todos los requisitos de este reglamento:

   a. Un (1) kilogramo de cualquier producto comercial o químico intermedio de la manufactura cuyo nombre genérico aparece anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33 (e);

   b. Un (1) kilogramo de cualquier producto químico intermedio fuera de especificación o químico intermedio de la manufactura que, si satisface las especificaciones, podrá

aparecer su nombre genérico anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales, Parte 261.33(e);

c. Cualquier receptáculo identificado en el Párrafo 607(A)(3) cuya capacidad es mayor de 20 litros;

d. Diez (10) kilogramos de revestimientos interiores de los recipientes identificados bajo el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33 (c);

e. Cién (100) kilogramos de cualquier residuo o suelo contaminado, agua contaminada, u otros desechos que resultan de la limpieza de un derrame en o sobre el terreno o el agua de cualquier producto químico comercial o químico intermedio de la manufactura que aparece su nombre genérico anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33(e).

4. Para que el desperdicio sólido peligroso sea excluído de la reglamentación bajo esta regla, el generador deberá cumplir con la Regla 702 (B) de este reglamento y también tratará o dispondrá

del desperdicio en una facilidad en su localización, o asegurará su envío a una facilidad fuera de su localización que esté autorizada para disponer de tal desperdicio sólido peligroso por un permiso concedido por la Junta bajo la Parte IX de este reglamento.

5. Desperdicio sólido peligroso sujeto a los requisitos reducidos de esta regla podrán ser mezclados con desperdicio sólido no peligroso, pero permanecerá sujeto a estos requisitos reducidos aun cuando la mezcla resultante exceda las limitaciones de cantidad identificadas en esta regla, a menos que la mezcla resultante cumpla con cualquiera de las características identificadas en la Regla 604 de este reglamento o esté identificado en la lista en la Regla 608.

B. <u>Desperdicio Sólido Peligroso que es Usado, Re-Usados, Recirculado o Reclamado</u>.

1. Excepto según establecido en el Párrafo 2 de esta Sección, un desperdicio sólido peligroso que satisface, ya sea cualquiera de los siguientes criterios no está sujeto a los requisitos bajo la Parte V a la IX de este reglamento hasta tanto la Junta promulgue reglamentos sobre lo contrario:

a. Es o será usado beneficiosamente; o

b. Está siendo re-usado o legitimamente recirculado o reclamado.

2. Un desperdicio sólido peligroso que es un cieno, o que está anotado a tenor con las Reglas 607 ó 608, o que contiene uno o más desperdicios sólidos peligrosos anotados a tenor con las Reglas 607 ó 608; y que es transportado o almacenado previo a ser usado, re-usado, recirculado, o reclamado está sujeto a los requisitos de la Parte V a la IX de este reglamento con respecto a tal transportación o almacenamiento.

C. Residuos de Desperdicio Sólido Peligroso en Receptáculos Vacios.

1. Cualquier desperdicio sólido peligroso que permanece en un receptáculo vació o un revestimiento interno removido de un receptáculo vacío, según se define en el Párrafo 2 de esta sección, no está sujeto a las Partes V a la X de este reglamento.

2. Un receptáculo, o un revestimiento interno removido de un receptáculo que ha contenido cualquier desperdicio sólido peligroso, excepto un desperdicio que es un gas comprimido o que ha sido identificado en el Párrafo 607(A)(3) de esta Parte, podrá ser considerado vacío si:

a. Todo el desperdicio ha sido removido hasta el grado mayor posible, usando las prácticas comunes para vaciar ese receptáculo, y

b. No más de 2.5 centímetros (una (1) pulgada) del residuo permanece en el receptáculo o en el revestimiento interno.

3. Un receptáculo que ha contenido un gas comprimido clasificado como un desperdicio sólido peligroso se considerará vacío cuando la presión dentro del receptáculo es igual a la presión atmosférica.

4. Un receptáculo o un revestimiento interno removido de un receptáculo que es del tipo identificado en el Párrafo 607(A)(3) no podrá ser considerado vacío a menos que una de las tres (3) condiciones establecidas en esa regla sean satisfechas.

REGLA 607 - DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO DESCARTADOS

A. <u>Materiales Descartados como Desperdicio Sólido Peligroso</u>. Los siguientes materiales o items son desperdicios sólidos peligrosos si se están descartando o se intenta descartarlos:

1. Cualquier producto químico comercial o producto químico intermedio de la manufactura que tiene el nombre genérico anotado en el reglamento de la APA,

Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33(e) o (f);

2. Cualquier producto químico sin especificación o producto químico intermedio de la manufactura el cual, si cumple con las especificaciones, podrá tener el nombre genérico anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales, Parte 261.33(e) o (f);
3. Cualquier receptáculo o el revestimiento interno ("innerliner") removido de un receptáculo que ha sido usado para contener cualquier producto químico comercial o producto químico intermedio de la manufactura que tiene el nombre genérico anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33(e), a menos que:
   a. El receptáculo o su revestimiento interno haya sido enjuagado tres (3) veces usando un solvente capaz de remover el producto químico comercial o químico intermedio de la manufactura;
   b. El receptáculo o su revestimiento interno ha sido limpiado por otro método determinado por la Junta para alcanzar la remoción equivalente; o

c. En el caso de un receptáculo, el revestimiento interno que evitó el contacto del producto químico comercial o el producto químico intermedio de la manufactura con el receptáculo ha sido removido.

4. Cualquier residuo o suelo, o agua contaminada, o desechos que resultan de la limpieza de un derrame en o sobre el terreno o al agua de cualquier producto químico comercial o químico intermedio de la manufactura que tiene el nombre genérico anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales, Parte 261.33(e) o (f).

B. Materiales Descartados como Desperdicio Severamente Peligroso.

El producto químico comercial o el producto químico intermedio de la manufactura referidos en la Sección A de esta regla que están anotados en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33(e) están identificados como Desperdicio Sólido Severamente Peligroso y están sujetos a la exclusión de pequeña cantidad establecida en la Sección 606(A), incluyendo la exclusión de tal exclusión en la Regla 606(A)(3).

C. Materiales Descartados como Desperdicios Tóxicos.

Los productos químicos comerciales o los productos químicos intermedios de la manufactura referidos en la Sección A, de esta regla que están anotados en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.33(f) están identificados como Desperdicio Tóxico a menos que sean designados de otra forma y están sujetos a la exclusión de pequeña cantidad establecida en la Sección 606(A).

REGLA 608 - LISTADO DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

Un desperdicio sólido es un desperdicio sólido peligroso si el mismo está:

1. Anotado en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 261.31 o 261. 32 y tal designación es adoptada por la Junta,o
2. Así designado por la Junta.

PARTE VII

DISPOSICIONES ESPECIFICAS RELATIVAS A GENERADORES Y TRANSPORTADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

PARTE VII - DISPOSICIONES ESPECIFICAS RELATIVAS A GENERADORES Y TRANSPORTADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

REGLA 701 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece ciertos requisitos aplicables a los generadores y transportadores de desperdicio sólido peligroso. Complementa los requisitos generales establecidos en la Parte II, así como los requisitos especiales para mantenimiento de registros e informes relativos a generadores y transportadores establecidos en la Parte V.

Esta parte incluye los requisitos para generadores de desperdicio sólido peligroso de caracterizar el flujo de sus desperdicios, obtener número de identificación, usar el sistema de manifiesto para asegurar la entrega del desperdicio sólido peligroso a facilidades designadas para manejar desperdicios sólidos peligrosos, y preparar adecuadamente el desperdicio sólido peligroso para la transportación. Incluye además los requisitos para transportadores de usar el sistema de manifiesto, obtener los debidos permisos, identificar sus vehículos y asumir responsabilidad en caso de que surjan emergencias en la transportación.

Esta parte establece también ciertos requisitos especiales relativos al manejo de desperdicio sólido peligroso en su localización y al embargue interestatal e internacional de desperdicio sólido peligroso.

REGLA 702 - NORMAS PARA LOS GENERADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Requisitos Generales Aplicables a los Generadores de Desperdicios Sólidos Peligrosos.

1. Cualquier generador de desperdicio sólido peligroso que sólo almacene, trate o disponga de ese desperdicio en su localización deberá sólo cumplir con las siguientes reglas de esta parte:
   a. Determinar si el desperdicio es o no es peligroso, de acuerdo con la Regla 702(B), y
   b. Obtener un número de identificación de la Junta (de acuerdo con la Regla 702(C)).
2. Todo generador de desperdicio sólido peligroso que trate, almacene o disponga de ese desperdicio en su localización, deberá cumplir con los requisitos de permisos y normas aplicables establecidas en las Partes VIII y IX, así como con cualquier otra Parte aplicable de este reglamento.
3. Cualquier persona que importe desperdicio sólido peligroso hacia el Estado Libre Asociado de Puerto Rico, deberá cumplir con todas las normas aplicables a los generadores de desperdicio sólido peligroso.

B. Determinación para Desperdicio Sólido Peligroso.

1. Cualquier persona que genere desperdicio sólido, según se definen en la Regla 102, deberá determinar si ese desperdicio es peligroso de acuerdo con la Regla 602, usando las listas y características establecidas en la Parte VI y usando el siguiente procedimiento:

   a. Determinar en primer lugar, si el desperdicio queda excluído de la reglamentación bajo la Regla 102;

   b. Determinar luego si el desperdicio aparece anotado bajo las Reglas 607 y 608;

   c. Si no aparece anotado como desperdicio sólido peligroso, determinar si el desperdicio tiene alguna de las características que se identifican en la Regla 604 por:

      (1) Analizando el desperdicio de acuerdo con los métodos establecidos en la Regla 604, o de acuerdo a un método equivalente aprobado por la Junta; o

      (2) Declarando el desperdicio que será peligroso a base del conocimiento que tiene el generador sobre las características peligrosas del desperdicio a la luz de la materia prima o procesos usados.

2. Todo generador de desperdicio sólido que encuentre que sus desperdicios son peligrosos deberá cumplir con los requisitos especiales establecidos por este reglamento.
3. Si una persona que genera desperdicio sólido peligroso de los que aparecen enumerados en la Regla 607 ó 608 no queda convencida de que el desperdicio es peligroso, podrá, por virtud de la Regla 208, demostrar a satisfacción de la Junta que el desperdicio no es peligroso, haciendo los análisis de rigor en una muestra representativa, de acuerdo con los métodos y criterios establecidos en la Sección 208(G).

C. Números de Identificación.

1. Ninguna persona que genere desperdicio sólido peligroso podrá tratarlos, almacenarlos, transportarlos, u ofrecerlos para la transportación, o disponer de ellos sin antes solicitar a la Junta un número de identificación. Este requisito podrá ser obviado si la persona que desea tratar, almacenar, disponer, o transportar u ofrecer para la transportación desperdicio sólido peligroso, ha obtenido ya un número de identificación de la APA para la actividad deseada.

2. Los generadores de desperdicio sólido peligroso no podrán ofrecer tal desperdicio a transportadores, ni a facilidades de tratamiento, almacenamiento o disposición que no tienen un número de identificación.

REGLA 703 - EL USO DEL SISTEMA DE MANIFIESTOS POR GENERADORES Y TRANSPORTADORES DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

A. Preparación del Manifiesto.

Cualquier persona que genere desperdicio sólido peligroso deberá preparar un manifiesto antes de transportar (u ofrecer para la transportación) el desperdicio peligroso hacia una facilidad de almacenamiento, tratamiento o disposición que quede fuera de su localización.

B. Designación de la Facilidad de Desperdicio Sólido Peligroso.

El generador deberá indicar en el manifiesto dos (2) facilidades designadas para desperdicio sólido peligroso (según definida en la Regla 102) para manejar el desperdicio descrito en el manifiesto. Una facilidad será designada como la facilidad primaria para recibir el desperdicio, y la otra deberá ser designada como la facilidad alterna

en caso de que cualquier emergencia impida la entrega del desperdicio a la facilidad primaria designada.

C. Incapacidad de Efectuar la Entrega.

El generador deberá instruir al transportador que cuando se le haga imposible entregar el desperdicio sólido peligroso a la facilidad designada o a la facilidad alterna deberá devolver el desperdicio al predio de origen.

D. Contenido del Manifiesto.

El manifiesto que deberá prepararse en un formulario provisto por la Junta, deberá incluir, como mínimo, la siguiente información:

1. Número del documento del manifiesto;
2. Nombre, dirección, número de teléfono y número de identificación del generador;
3. Fecha de embarque;
4. Nombre y número de identificación del transportador;
5. Nombre, dirección y número de identificación de la facilidad de desperdicio sólido peligroso designada primaria y de la facilidad alterna;

6. Descripción de los desperdicios según requerida por los reglamentos del Departamento de Transportación de los Estados Unidos en el Código de Reglamentos Federales 49 CFR 172. 101, 172.202 y 172.203;
7. La cantidad y volumen de cada desperdicio sólido peligroso en libras, toneladas, galones o yardas cúbicas, y el tipo y número de recipientes, según cargados en el vehículo de transportación;
8. Instrucciones sobre la acción inmediata a tomar en caso de derrames, o el número de teléfono, operado durante 24 horas al días, al cual llamar para obtener información sobre cómo manejar el derrame;
9. Instrucciones especiales de manejo;
10. Una certificación de que los materiales enumerados han sido propiamente clasificados, descritos, envasados, marcados y rotulados, y de que están en condición adecuada para la transportación, conforme a las leyes y reglamentos del Estado Libre Asociado de Puerto Rico y de los reglamentos aplicables de la Agencias Federal de Protección Ambiental (APA) y del Departamento de Transportación Federal.

E. Uso del Manifiesto.

El generador deberá preparar el manifiesto en original y cinco (5) copias, conforme al siguiente procedimiento:

1. El manifiesto deberá ser firmado por el generador que entrega un desperdicio sólido peligroso a un transportador. Deberá ser firmado también por el transportador, como acuse de recibo del desperdicio sólido peligroso que va a transportar. El generador entonces enviará una (1) copia del manifiesto a la Junta (dentro de un término de una (1) semana de la fecha de entrega del desperdicio al transportador) y retendrá una copia (1) para su archivo. El original del manifiesto y las tres (3) copias restantes del manifiesto acompañarán el embarque del desperdicio sólido peligroso. Al llegar a su destino, el manifiesto deberá ser firmado por la persona que acepta el desperdicio sólido peligroso de manos del transportador, y tal firma representará un acuse de recibo del referido desperdicio sólido peligroso.

2. El transportador deberá retener una (1) copia del manifiesto firmado y entregar el original y dos (2) copias al dueño u operador de la facilidad designada para desperdicio sólido peligroso. El dueño u operador de la facilidad designada para desperdicio sólido peligroso retendrá una (1) copia del manifiesto firmado y cumplimentado, y devolverá el original al generador. En adición a esto, el dueño u operador de la facilidad para desperdicio sólido peligroso designada enviará a la Junta al final de cada mes, o período mayor de tiempo que pueda ser aprobado por la Junta, una (1) copia del manifiesto firmado y cumplimentado. Cuando el generador recibe la copia original del manifiesto de parte del dueño u operador de la facilidad de desperdicio sólido peligroso designada deberá retenerla por un período mínimo de tres (3) años.
3. El manifiesto deberá indicar, como punto final de destino, la facilidad de desperdicio sólido peligroso designada para el almacenamiento, tratamiento o disposición final del desperdicio. Cualquier embarque subsiguiente del desperdicio sólido peligroso, o de cualquier proción o producto del mismo, deberá ir acompañada de otro

manifiesto y dicha gestión deberá ser iniciada por la facilidad de desperdicio sólido peligroso designada ("como un" "generador" de desperdicio peligroso").

4. Para embarques de desperdicio sólido peligroso al granel dentro de los límites del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, los generadores y transportadores deberán cumplir con todos los requisitos de esta regla, a excepción de lo que se dispone en la Sección 706(E).

F. Embarques No Entregados.

Todo generador que no reciba copia del manifiesto con la firma de puño y letra del dueño u operador de la facilidad designada dentro de veinte (20) días de la fecha en que el desperdicio fue aceptado por el transportador inicial, deberá ponerse en contacto con el transportador y con el dueño u operador de la facilidad designada para determinar el status del desperdicio sólido peligroso.

Si el generador no recibe la copia original del manifiesto dentro de un término de treinta (30) días de la fecha en que el transportador inicial aceptó los desperdicios, deberá someter un Informe de Excepción a la Junta. El Informe de Excepción deberá incluir:

1. Una copia legible del manifiesto del cual el generador no tiene confirmación de entrega a la facilidad designada para desperdicio sólido peligroso; y
2. Una carta de trámite firmada por el generador o su representante autorizado explicando los esfuerzos realizados para localizar el desperdicio sólido peligroso y el resultado de estos esfuerzos.

REGLA 704 - REQUISITOS DE PRE-TRANSPORTACION PARA GENERADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Empaque.

Todo generador, antes de transportar (o de ofrecer para la transportación) cualquier desperdicio sólido peligroso destinado a una facilidad fuera de su localización, deberá empacar el desperdicio de acuerdo con los reglamentos aplicables del Departamento de Transportación Federal sobre empaques, a tenor con el Código de Reglamentos Federales 49, Parte 173,178 y 179.

B. Rotulación y Marcado.

1. Todo generador deberá rotular adecuadamente cada embarque de desperdicio sólido peligroso que se vaya a transportar fuera de su localización, en

conformidad con la reglamentación del Departamento de Transportación de los Estados Unidos relativa a materiales peligrosos según aparece en el Código de Reglamentos Federales 49 Parte 172.

2. Todo generador deberá marcar cada paquete de desperdicio sólido peligroso de acuerdo con la reglamentación del Departamento de Transportación de los Estados Unidos, según aparece en el Código de Reglamentos Federales 49 Parte 172.

3. Todo generador deberá marcar cada paquete de desperdicio sólido peligroso incluyendo la información y las palabras que aparecen a continuación, de acuerdo con los requisitos del Código de Reglamentos Federales 49, Parte 172.304;

> DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO - Las Leyes Federales y Estatales prohiben su disposición inadecuada. Si usted lo encuentra, notifique a la Oficina más cercana de la policía, de la Defensa Civil, o de la Junta de Calidad Ambiental.
> Nombre y Dirección del Generador _____
> _____
> Número del Documento del Manifiesto _____.

C. Marbetes.

Todo generador de desperdicio sólido peligroso que vaya a transportar (ofrecer para su transportación)

desperdicio sólido peligroso fuera de su localización deberá fijarle un marbete (u ofrecer al transportador inicial los debidos marbetes), conforme a la reglamentación del Departamento de Transportación Federal relativa a materiales peligrosos, según aparece en el Código de Reglamentos Federales 49, Parte 172, Subparte F.

D. Tiempo de Almacenamiento Temporero Permitido.

1. Cualquier generador podrá acumular desperdicio sólido peligroso en su localización sin necesidad de obtener un permiso por un período de noventa (90) días o menos, siempre que:

   a. Todo el desperdicio sea transportado fuera de su localización dentro de un término de noventa (90) días o menos, o dispuesto en una facilidad en su localización que tiene un permiso o está operando bajo un plan de cumplimiento inicial.

   b. El desperdicio sea almacenado en tanques o receptáculos que cumplan con los requisitos establecidos en este reglamento y que son manejados como sigue:

(1) Los receptáculos conteniendo desperdicio sólido peligroso deberán mantenerse siempre cerrados;

(2) Los receptáculos conteniendo desperdicio sólido peligroso no deberán abrirse, manejarse, ni almacenarse en forma que se ocasionen rupturas o filtraciones;

(3) Los receptáculos que contengan desperdicio inflamable o reactivo deberán localizarse por los menos a quince (15) metros (cincuenta (50) pies) del límite de propiedad de la facilidad;

(4) El generador deberá inspeccionar las áreas donde se almacenan los receptáculos por lo menos semanalmente;

(5) Cada receptáculo utilizado deberá estar debidamente rotulado y marcado, conforme a lo estipulado en la Sección B de esta regla, y la fecha en que comenzó cada período de almacenamiento deberá estar claramente marcada en cada receptáculo y visible para inspección.

2. Todo generador que almacene desperdicio sólido peligroso por más de noventa (90) días es un operador de una facilidad de almacenamiento, y está sujeto a los requisitos de almacenamiento de desperdicio sólido peligroso establecidos en este reglamento.

REGLA 705 - REQUISITOS ESPECIALES PARA CIERTOS GENERADORES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Embarques Internacionales.

1. Cualquier persona que envíe desperdicio sólido peligroso hacia un país extranjero, o que importe el mismo desde un país extranjero, deberá cumplir con todos los requisitos de este reglamento, y deberá además:

a. Notificar por escrito a la APA y a la Junta con cuatro (4) semanas antes del embarque inicial del desperdicio sólido peligroso hacia cada país en cada año calendario, en la forma siguiente:

(1) Cada desperdicio deberá estar identificado por su número de identificación de desperdicio sólido peligroso y por la descripción de embarque que requiere

el Departamento de Transportación de los Estados Unidos;

(2) Deberá indicar el nombre y dirección de cada consignatario extranjero; y

(3) La notificación a la APA deberá dirigirse a:

"Hazardous Waste Export,
Division for Oceans & Regulatory Affair (A-107),
U.S. Environmental Protection Agency
Washington, D.C. 20460"

b. Requerir al consignatario del país extranjero que confirme la entrega del desperdicio en su país.

c. Cumplir con la Sección 703(D), excepto que:

(1) Se usará el nombre y dirección del consignatario extranjero, y

(2) El generador identificará el punto de partida desde el Estado Libre Asociado de Puerto Rico a través del cual el desperdicio saldrá antes de entrar al país extranjero.

2. Todo generador que envía un embarque internacional de desperdicio sólido peligroso enviará, dentro de una (1) semana del embarque, una (1) copia del manifiesto a la agencia reguladora apropiada del país extranjero con jurisdicción sobre la facilidad de desperdicio sólido peligroso designada.

3. Todo generador presentará un Informe de Excepción a la Junta, a la APA, y a la Agencia indicada del Gobierno que tiene jurisdicción sobre la facilidad de desperdicio sólido peligroso del extranjero:
   a. Si dentro de cuarenta y cinco (45) días no ha recibido la copia del manifiesto firmado por el transportador internacional declarando la fecha y el sitio de partida del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, desde la fecha que fué aceptado por el transportador inicial; o
   b. Si dentro de noventa (90) días desde la fecha que el desperdicio fue aceptado por el transportador inicial, el generador no ha recibido confirmación escrita del consignatario del extranjero que el desperdicio fué recibido.
4. Toda persona cuando importa desperdicio sólido peligroso, deberá cumplir con todos los requisitos de la Sección 703(D) para manifiestos excepto que:
   a. Se usará el nombre y dirección del generador extranjero, así como el nombre, dirección y número de identificación del importador doméstico, y

b. En lugar de requerirse la firma del generador en la certificación del embarque, el importador o su agente firmarán y fecharán la certificación, y obtendrán la firma del transportador inicial.

5. Cualquier facilidad designada para desperdicio sólido peligroso que reciba un embarque de desperdicio sólido peligroso desde un país extranjero enviará una copia del manifiesto firmado y debidamente cumplimentado a la Junta.

B. Embarques Interestatales.

1. Cualquier persona que envíe desperdicio sólido peligroso desde Puerto Rico a uno de los estados de la Nación Americana o a las Islas Vírgenes de E.U., deberá cumplir con todos los requisitos de esta regla, y deberá además:

a. Enviar una (1) copia del manifiesto a la APA y una (1) copia a la agencia reguladora pertinente del estado que tenga jurisdicción sobre la facilidad designada de desperdicio sólido peligroso;

b. Si el embarque es un embarque a granel por barco, deberá enviar copia de los documentos de embarque a la APA y a la agencia estatal

pertinente que tenga jurisdicción sobre la facilidad designada de desperdicio sólido peligroso;

c. Requerir a la facilidad designada de desperdicio sólido peligroso que envíe copia del manifiesto cumplimentado y firmado a la Junta, a la APA y a la agencia estatal pertinente que tenga jurisdicción sobre la facilidad designada de desperdicio sólido peligroso; y

d. Si pasados cuarenta y cinco (45) días de la entrega del desperdicio al transportador inicial no ha recibido copia del manifiesto totalmente cumplimentado y firmado, deberá registrar un Informe de Excepción ante la Junta, la APA, el Estado en el cual está localizada la facilidad designada y a cualquier otro Estado al cual el embarque pudiera haber sido enviado.

2. Toda facilidad designada para desperdicio sólido peligroso que reciba un embarque de desperdicio sólido peligroso procedente de un generador en uno de los estados de Estados Unidos, o de las Islas Vírgenes enviará copia a la Junta del manifiesto cumplimentado y firmado.

C. Modo de Disponer de los Plaguicidas por los Agricultores.

Todo agricultor que disponga de desperdicios de plaguicidas de su propio uso que sean desperdicios sólidos peligrosos no estará obligado a cumplir con las disposiciones de esta parte, o de la Parte V o con los requisitos de permisos contenidos en la Parte IX siempre y cuando que:

1. Enjuague tres (3) veces cada recipiente vacío, conforme a los requisitos establecidos en el Párrafo 607(A)(3), y
2. Disponga de los residuos del plaguicida en su propia finca, conforme a las instrucciones sobre disposición que aparecen en la etiqueta del plaguicida.

REGLA 706 - DISPOSICIONES ESPECIFICAS APLICABLES A LA TRANSPORTACION DE DEPSERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Requisitos Aplicables a Transportadores de Desperdicio Sólido Peligroso.

1. Estos requisitos aplican a personas que transportan desperdicio sólido peligroso dentro de los límites del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, siempre que la transportación requiera un manifiesto bajo la Regla 703.

2. Estos requisitos no aplican a la transportación de desperdicio sólido peligroso en su localización.
3. Todo transportador de desperdicio sólido peligroso deberá cumplir además con los requisitos aplicables a los generadores de desperdicio sólido peligroso si:
   a. Transporta desperdicio sólido peligroso hacia el Estado Libre Asociado de Puerto Rico, o
   b. Mezcla desperdicio sólido peligroso con diferentes descripciones de embarque, según las descripciones de embarque del Departamento de Transportación de los Estados Unidos (DOT shipping descriptions), y los coloca en un recipiente común.
4. Los transportadores que almacenan desperdicio sólido peligroso deberán cumplir con todos los requisitos de almacenamiento de este reglamento.
5. Cualquier persona que transporte desperdicio sólido peligroso dentro de los límites del Estado Libre Asociado de Puerto Rico deberá primero solicitar un número de identificación a la Junta. Este requisito podrá ser obviado, sin embargo, si esa persona ha obtenido ya un número de identificación de la APA.

6. Cualquier persona que transporte desperdicio sólido peligroso en el Estado Libre Asociado de Puerto Rico deberá además solicitar a la Junta un permiso de acuerdo con las normas que se establecen en la Parte IX de este reglamento.

B. Requisitos para la Identificación de los Vehículos y Símbolos para Desperdicio Peligroso.

1. Al recibir un permiso para transportar desperdicio sólido peligroso, el dueño u operador de cualquier vehículo que se utilice para transportar desperdicio sólido peligroso deberá exhibir el número de identificación que le fue otorgado por la Junta en ambos lados de cada vehículo permitido, acompañado de las siguientes palabras "Transporte Autorizado para Desperdicio Sólido Peligroso, (Número)". Los números y las letras no deberán ser menores de dos (2) pulgadas de alto y no serán susceptibles de ser removidos, excepto por destrucción.
2. Todo vehículo usado para transportar desperdicio sólido peligroso, y todo paquete usado para contener tal desperdicio sólido peligroso deberá

estar rotulado, marcado y con marbetes a tenor con la Regla 704 y con los reglamentos del Departamento de Transportación de los Estados Unidos según aparecen en el Código de Reglamentos Federales 49, Parte 173, 178, y 179.

C. Requisitos para Transportar Desperdicio Sólido Peligroso y Aceptación del Desperdicio Sólido Peligroso de los Transportadores.

1. La transportación de desperdicio sólido peligroso a una facilidad para desperdicio sólido peligroso designada se hará de acuerdo con los siguientes requisitos:

   a. Ninguna persona podrá transportar un desperdicio sólido peligroso hacia una estación de trasbordo, a otro transportador, o a una facilidad designada de desperdicio sólido peligroso a menos que esa persona acompañe el embarque con un manifiesto debidamente cumplimentado, conforme a lo dispuesto en la Regla 703.

   b. Ningún generador podrá ofrecer desperdicio sólido peligroso a un transportador para ser transportado a menos que el transportador:

D. Cumplimiento con el Manifiesto.

1. El transportador deberá entregar la cantidad entera de desperdicio sólido peligroso aceptada de un generador a:
   a. La facilidad primaria designada que aparece en el manifiesto, o
   b. La facilidad designada alterna en caso que el desperdicio peligroso no haya podido ser entregado a la facilidad primaria designada;o
   c. Al próximo transportador designado; o
   d. Al lugar fuera de Puerto Rico designado por el generador.
2. Si el desperdicio sólido peligroso no pudo ser entregado de acuerdo con el manifiesto, el transportador deberá comunicarse con el generador para recibir nuevas instrucciones, y deberá enmendar el manifiesto conforme a las instrucciones del generador.

E. Requisitos Especiales para Embarques a Granel (Por Barco).

Para embarques a granel de desperdicio sólido peligroso por barco, no aplicará el requisito de que el manifiesto acompañe el cargamento y sea entregado a la facilidad

designada para desperdicio sólido peligroso, si se cumple con los siguientes requisitos:

1. El transportador por barco entrega el desperdicio sólido peligroso a una facilidad designada para desperdicio sólido peligroso.
2. El transportador por barco acepta sólo desperdicio sólido peligroso que está acompañado de un manifiesto o de documentos de embarque que contienen toda la información requerida en un manifiesto (excluyendo el número de identificación, la certificación del generador, y las firmas correspondientes);
3. La persona que hace entrega del desperdicio sólido peligroso al transportador por barco obtiene la fecha de entrega y la firma del transportador por barco en el manifiesto y lo remite a la facilidad designada.
4. El generador (o transportador que entrega el desperdicio al transportador por barco) obtiene la fecha de entrega y la firma de puño y letra del dueño u operador de la facilidad designada en el manifiesto o en los documentos de embarque.
5. Cada transportador por barco retiene una copia de los documentos de embarque o del manifiesto.

F. Requisitos Especiales para Embarques Internacionales.

Los transportadores que transporten embarques internacionales fuera del Estado Libre Asociado de Puerto Rico deberán:

1. Indicar la fecha en que el desperdicio sólido peligroso salió de Puerto Rico;
2. Firmar el manifiesto y retener una copia; y
3. Devolver una copia firmada al generador.

REGLA 707 - EMERGENCIAS DURANTE LA TRANSPORTACION

A. Definición de Emergencia en la Transportación.

Para los propósitos de esta regla se entenderá que una emergencia durante la transportación es un accidente o incidente--tal como fuego, explosión, rotura, derrame o filtración--que ocurre durante el curso de la transportación del desperdicio sólido peligroso y que resulta en la descarga de tal desperdicio en forma que constituyan un peligro potencial para la salud humana o al ambiente.

B. Responsabilidades del Transportador.

1. Al descubrir una situación de emergencia al transportador se comunicará inmediatamente por teléfono

con la Oficina Local de la Policía, con la Defensa Civil, con la Junta y con el Centro Nacional de Reacción (utilizando su número telefónico libre de cargo 800-424-8802) y proveerá la siguiente información:

a. Nombre de la persona que informa el derrame;
b. Nombre y dirección del transportador en cuestión;
c. Nombre y dirección del generador;
d. Número de teléfono donde el transportador puede ser localizado;
e. Fecha, hora ubicación y naturaleza del incidente (indicará si ha habido contaminación del terreno, agua, aire o abasto de agua potable, si se tiene conocimiento);
f. Tipo de incidente (je., fuego, derrame);
g. Descripción y cantidad del desperdicio sólido peligroso envuelto, hasta donde sea factible;
h. Tipo de vehículo de transporte y modo de transporte; y
i. Gravedad de las lesiones físicas, si algunas.

2. En caso que ocurra una descarga de desperdicio sólido peligroso durante la transportación de

estos, el transportador tomará acción inmediata para proteger la salud humana y el ambiente (ej., represando la descarga o utilizando equipo de combatir incendios).

3. Cada vez que ocurra una emergencia durante la transportación de desperdicio sólido peligroso en el Estado Libre Asociado de Puerto Rico, el transportador someterá a la Junta un informe escrito detallado sobre dicha emergencia dentro del término de dos (2) semanas después de ocurrida y enviará copia de dicho informe al Departamento de Transportación Federal, dirigida al "Director, Office of Hazardous Materials Regulations, Materials Transportation Bureau, Washington, D.C. 20590". Dicho informe deberá incluir la información requerida en el Párrafo 1 de esta Sección, una exposición de la causa de la situación de emergencia, y un resumen de la reacción a la emergencia, incluyendo el tratamiento o la disposición que se hizo del desperdicio derramado o del material contaminado.

> NOTA: Para rendir este informe será suficiente utilizar copia del formulario "DOT-F5800.1" del Departamento de Transportación de E.U., siempre que esté debidamente cumplimentado y suplementado para incluir toda la información aquí requerida.

4. Al ocurrir una emergencia durante la transportación de un desperdicio sólido peligroso el transportador deberá notificar al generador lo antes posible sobre el status de su embarque de desperdicio sólido peligroso.

C. Remoción de la Emergencia.

Si ocurre una descarga durante la transportación de un desperdicio sólido peligroso, cualquier oficial del gobierno estatal o municipal que, actuando dentro del ámbito de sus responsabilidades oficiales determine que es necesario la remoción inmediata del desperdicio para proteger la salud pública o el ambiente, podrá autorizar la remoción del desperdicio con transportadores que no tengan permisos, ni números de identificación, y sin la necesidad de preparar un manifiesto.

D. Avisos, Responsabilidad del Transportador por Barco.

Todo transportador (embarque a granel) por barco que haya descargado desperdicio sólido peligroso al agua dará el mismo aviso según es requerido por el 33 CFR 153.203 para aceites y substancias peligrosas.

E. Limpieza, Responsabilidades del Transportador.

Todo transportador deberá limpiar cualquier descarga de desperdicio sólido peligroso que ocurra durante la transportación, o tomará aquellas acciones apropiadas que puedan ser requeridas por la Junta, para evitar que la descarga del desperdicio presente un riesgo a la salud humana o al ambiente.

PARTE VIII

DISPOSICIONES ESPECIALES PARA FACILIDADES PARA EL TRATAMIENTO, ALMACENAMIENTO Y DISPOSICION DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

PARTE VIII - DISPOSICIONES ESPECIALES PARA FACILIDADES PARA EL TRATAMIENTO, ALMACENAMIENTO Y DISPOSICION DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

REGLA 801 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece requisitos adicionales aplicables a facilidades para el tratamiento, almacenamiento, y disposición de desperdicios sólidos peligrosos. Estos requisitos suplementan las disposiciones generales de la Parte II y las prohibiciones generales de la Parte III. Las mismas no son aplicables a facilidades que no manejan desperdicios sólidos peligrosos.

Los requisitos de esta Parte no aplicarán a:

A. Toda persona que dispone de los desperdicios sólidos peligrosos por medio de la disposición al mar sujetos a un permiso otorgado para disponer en el mar bajo la Ley "Marine Protection, Research and Sanctuaries Act";

> NOTA: Esta parte si aplica al tratamiento o almacenamiento de desperdicio sólido peligroso antes de ser cargado en un barco para la incineración o disposición en el mar.

B. El dueño u operador de una planta de tratamiento de aguas usadas del gobierno (POTW) que trata, almacena, o dispone de desperdicio sólido peligroso;

NOTA: El dueño u operador de una planta de tratamiento de aguas usadas del gobierno (POTW) estará exento de los requisitos de esta Parte sólo hasta el punto de que el desperdicio sólido peligroso sea recibido vía un sistema de alcantarillado sanitario.

C. Todo agricultor que dispone de desperdicios de plaguicidas de su propio uso en cumplimiento con la Sección 705(C), de este reglamento;

D. Todo generador que acumula desperdicio sólido peligroso en su-localización en cumplimiento con el Párrafo 704(D)(1) de este reglamento;

E. El dueño u operador de una facilidad de tratamiento totalmente encerrada; y

F. El dueño u operador de una unidad elemental de neutralización o una unidad de tratamiento de desperdicios líquidos según se define en la Regla 102 de este reglamento.

REGLA 802 - DISPOSICIONES GENERALES PARA FACILIDADES DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Riesgo Inminente.

A pesar de cualquier otra disposición de este reglamento, la Junta podrá iniciar acciones de

cumplimiento para prohibir cualquier actividad que represente una amenaza substancial e inminente a la salud humana o al ambiente.

B. (Reservada)

REGLA 803 - NORMAS APLICABLES A FACILIDADES PARA DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Número de Identificación.

El dueño u operador de cada facilidad para desperdicio sólido peligroso deberá solicitar a la Junta un número de identificación. Para los propósitos de este reglamento, la Junta adoptará el mismo número de identificación de la APA.

B. Avisos Requeridos.

1. El dueño u operador de una facilidad que ha convenido recibir desperdicio sólido peligroso de una fuente extranjera deberá notificar a la Junta y a la APA, por escrito, por lo menos cuatro (4) semanas con anterioridad a la fecha que se espera que llegue el desperdicio a la facilidad. Los avisos de embarques subsiguientes del mismo desperdicio de la misma fuente extranjera no serán requeridos.

2. Antes de transferir el título de propiedad o la operación de una facilidad durante su período de operaciones, o de una facilidad de disposición durante el período de mantenimiento de cierre-posterior, el dueño u operador deberá notificar por escrito al nuevo dueño u operador sobre los requisitos de esta parte y la parte IX de este reglamento. (La omisión de un dueño u operador de notificar al nuevo dueño u operador sobre los requisitos de esta Parte no releva en forma alguna al nuevo dueño u operador de sus obligaciones para cumplir con todos los requisitos aplicables).

C. Requisitos para la Selección de la Ubicación.

En adición a las prohibiciones a los desperdicios sólidos en la Regla 304 ninguna facilidad nueva para desperdicio sólido peligroso podrá ser localizada:

1. En áreas de inundación de referencia de 100-años (excepto incineradores, facilidades de almacenamiento y facilidades de incorporación al terreno (landfarms) si puede ser demostrado a satisfacción de la Junta que tales facilidades estarán diseñadas, construídas, operadas y

mantenidas de tal forma que no serán inundadas por la inundación de referencia de 100-años);

2. En una zona de recarga del acuífero; o
3. En un área donde la parte activa de la facilidad no siempre pueda estar a tal distancia de los límites de la propiedad, de la facilidad a fin de que esta no pueda ser una molestia o riesgo a la salud humana o al ambiente.

D. Seguridad.

1. El dueño u operador deberá evitar la entrada inadvertida, y reducir la posibilidad para la entrada no autorizada de personas o ganado a la parte activa de su facilidad, a menos que:
   a. El contacto físico con los desperdicios, estructuras, o equipo en la parte activa de la facilidad no pueda lesionar a personas inadvertidas o no autorizadas o al ganado que puedan entrar a la parte activa de la facilidad; y
   b. La alteración de los desperdicios o del equipo por la entrada inadvertida o no autorizada de personas o el ganado a la parte activa de la facilidad no causará una violación de los requisitos de este reglamento.

2. La facilidad deberá tener un sistema de vigilancia las 24 horas del día que verifique y controle continuamente la entrada a la parte activa de la facilidad, o debe tener barreras artificiales (verja con portones y candados) que rodee la parte activa de la facilidad y provea un medio para controlar la entrada en todo momento a través de los portones u otras entradas a la parte activa de la facilidad).
3. Deberá colocarse un letrero en cada entrada de la parte activa de la facilidad con la siguiente leyenda:

P E L I G R O
"DANGER"

PERSONAS NO AUTORIZADAS
"UNAUTHORIZED PERSONNEL"

MANTENGANSE FUERA
"KEEP OUT"

La leyenda deberá esta en inglés y español y los letreros serán de tamaño y número suficiente y estarán localizados en tal forma que estos podrán verse fácilmente desde cualquier acceso a la parte activa de la facilidad.

4. Se construirá y mantendrá también un rótulo en la entrada principal de la facilidad de desperdicio sólido peligroso. Deberá estar claramente legible y visible el cual deberá contener la siguiente información:

a. Nombre de la facilidad,

b. Número de los teléfonos de emergencia;

c. Advertencia de la presencia de desperdicio sólido peligroso, y

d. Las horas de operación.

E. Procedimientos de Emergencias en el Plan de Operaciones.

El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá desarrollar y someter por escrito para la aprobación de la Junta los procedimientos de emergencia como parte del Plan de Operaciones de la Facilidad. Estos procedimientos de emergencias deberán satisfacer los requisitos de la Regla 207, y en adición deberán proveer lo siguiente:

1. Por lo menos una persona adiestrada durante las horas de operación de la facilidad de desperdicio sólido peligroso, con la responsabilidad y autoridad para coordinar todas las medidas de reacción de emergencia.
2. Una descripción de las acciones que el personal de la facilidad deberá tomar en respuesta a una emergencia actual o inminente. Tales acciones deberán estar bajo el control del coordinador de emergencias o su substituto y deberá incluir lo siguiente:

a. La notificación inmediata al personal de la facilidad y a las agencias estatales y locales apropiados que tienen funciones de emergencia designadas;

b. La identificación inmediata del carácter, fuente exacta, cantidad, y el grado de cualquier descarga de desperdicio sólido peligroso.

c. Una evaluación de los riesgos a la salud humana o al ambiente que pueda resultar de la descarga, fuego o explosión;

d. Si ha ocurrido una descarga, fuego, o explosión en la facilidad que pueda amenazar la salud humana o el ambiente, notificar a:

(1) Las autoridades locales sobre la necesidad de evacuación de las áreas afectadas;

(2) Al Centro de Reacción de Emergencias (al teléfono libre de cargos 800-424-8802 en operación 24 horas). Este informe incluirá el nombre y número de teléfono de la persona que informa, nombre y dirección de la facilidad, hora y tipo de incidente, el nombre y cantidad de los

desperdicios envueltos, si se conoce la extensión de los heridos, si alguno, y los posibles riesgos a la salud humana o al ambiente.

e. Las medidas para asegurar que los fuegos, explosiones y descargas no ocurran, recurran o se propaguen.

f. La monitoría de posibles filtraciones, el desarrollo de presión, la generación de gases o roturas en las válvulas, tuberías, o cualquier otro equipo cuando esto sea lo apropiado.

g. El almacenamiento, tratamiento y disposición de los desperdicios recuperados, de los suelos o aguas superficiales contaminadas o de cualquier otro material que resulte de la descarga, fuego o explosión.

h. Se evitará el tratamiento, almacenamiento o disposición de cualquier desperdicio sólido peligroso que pueda ser incompatible con cualquiera de los desperdicios o material de desperdicios descargados hasta que se completen los procedimientos de limpieza de todo el equipo de emergencia.

i. La limpieza de todo el equipo de emergencia anotado en el Plan de Contingencia antes de que las operaciones sean reanudadas.

j. Notificación a la Junta cuando la emergencia haya cesado y cuando la facilidad esté en cumplimiento.

k. Dentro de dos (2) semanas después del incidente, el dueño u operador someterá un informe escrito a la Junta. Este informe deberá incluir:

(1) Nombre, dirección y número de teléfono del dueño u operador de la facilidad;

(2) Nombre, dirección y el número de teléfono de la facilidad;

(3) Fecha, hora y el tipo de incidente;

(4) Tipo y cantidad de los desperdicios envueltos;

(5) La gravedad de los heridos, si alguno;

(6) Una evaluación de los riesgos actuales o potenciales a los seres humanos o al ambiente; y

(7) La cantidad estimada de los materiales recuperados que resultaron del incidente.

(1) Posea un permiso válido otorgado por la Junta conforme a la Parte IX de este reglamento.

(2) Es un servicio de transportación existente que a tiempo haya sometido una solicitud de permisos, a tenor con la Parte IX de este reglamento.

2. Ninguna persona podrá aceptar desperdicio sólido peligroso para almacenamiento, tratamiento o disposición en el Estado Libre Asociado de Puerto Rico a menos que:

a. El transportador:

(1) Posea un permiso válido otorgado por la Junta bajo la Parte IX, o

(2) Es un servicio de transportación existente que a tiempo haya sometido una solicitud de permiso a tenor con la Parte IX, y

b. Presente el recibidor concurrentemente un manifiesto cumplimentado y firmado según lo requiere la Regla 703, en cuyo manifiesto se designe la facilidad del recibidor como el punto de destino del desperdicio sólido peligroso en cuestión.

3. Los convenios acordados con el Departamento de la Policía, Departamento de Bomberos, Defensa Civil, Departamento de Salud y Hospitales Locales para servicios de emergencias.
4. Un Plan de Evacuación.
5. Un bosquejo del programa para familiarizar a los empleados con esos procedimientos de emergencias.
6. Los procedimientos a los fines de contener o para reducir la probabilidad de que las descargas, fuegos o explosiones puedan ser perjudiciales a la salud humana o al ambiente.
7. El mantenimiento y la reparación de las facilidades para reacción a emergencias, del equipo de seguridad, y del equipo de comunicaciones.

Si el dueño u operador ha preparado ya un Plan de Prevención, Control y Contramedidas de Derrames (SPCC) o cualquier otro plan de contingencia o emergencia, sólo necesitará enmendar ese plan para incorporar las disposiciones para el manejo de los desperdicios sólidos peligrosos que sean suficientes para cumplir con los requisitos de este reglamento.

La enmienda del plan de emergencia es requerida cuando:

1. Las reglas y reglamentos aplicables sean revisados;
2. Cuando los procedimientos fallen durante una emergencia;
3. Ocurran cambios en el diseño, construcción, operación, o mantenimiento de la facilidad;
4. Ocurran cambios en la lista de coordinadores de emergencias; o
5. Ocurran cambios en la lista de equipos de emergencias.

F. Inspecciones.

1. El dueño u operador deberá inspeccionar, su facilidad para determinar mal funcionamiento, deterioro y errores de los operadores o descargas que puedan estar causando o conduzcan a:
   a. Emisiones de desperdicios sólidos peligrosos o de sus componentes al ambiente, o
   b. Cualquier otra amenaza a la salud humana o al ambiente.

   El dueño u operador deberá conducir esas inspecciones lo suficientemente a menudo para identificar los problemas a tiempo para corregirlos antes que los mismos causen daño a la salud pública o al ambiente.

2. El dueño u operador deberá incluir en el plan de operaciones de la facilidad un itinerario escrito para inspeccionar el equipo de monitoría, el equipo de seguridad y emergencia, los aparatos de seguridad, y el equipo estructural y de operaciones (tales como diques y bombas de sumidero) que son importantes para prevenir, detectar, o responder a riesgos que afectan al ambiente o a la salud humana. Mantendrá ese itinerario en la facilidad, el cual deberá identificar los tipos de problemas que tendrán que ser buscados durante la inspección (ej., bombas de sumidero inoperantes, filtraciones de juntas, erosión de diques, etc). La frecuencia de inspecciones podrá variar para cada item en el itinerario. Sin embargo, deberá estar basada en el porciento de posible deterioro del equipo y en la probabilidad de un incidente que afecte el ambiente o a la salud humana si el deterioro o mal funcionamiento o error de cualquier operador pasa desapercibido entre las inspecciones. Las áreas de carga y descarga, deberán ser inspeccionadas diariamente mientras están en uso.

3. El dueño u operador deberá corregir cualquier deterioro o mal funcionamiento del equipo o estructuras que se descubran durante la inspección y deberá hacerlo de acuerdo con el itinerario el cual garantice que el problema no conduczca a un riesgo ambiental o a la salud. Se deberá tomar acción reparadora inmediatamente cuando exista un riesgo inminente, o esté ya presente.
4. El dueño u operador mantendrá el registro de inspecciones en una bitácora o registro de inspección. Deberá mantener esos registros por lo menos por tres (3) años desde la fecha de la inspección. Como mínimo, esos registros deben incluir la fecha y hora de inspección, el nombre del inspector, una anotación de las observaciones hechas, y la fecha y naturaleza de cualquier reparación u otras acciones de corrección.

REGLA 804 - MONITORIA DEL AGUA SUBTERRANEA

A. <u>Programa para la Monitoría del Agua Subterránea.</u>

1. Dentro de un (1) año después de la fecha de vigencia de estos reglamentos (ej., antes del 13 de noviembre de 1981), el dueño u operador

de facilidades de tratamiento, almacenamiento, o disposición que utiliza el terreno para manejar desperdicio sólido peligroso (ej., rellenos para desperdicio sólido peligroso, embalses superficiales, y facilidades de tratamiento en el terreno) deberá implementar un programa de monitoría de agua subterránea capaz de determinar el impacto de la facilidad en las aguas del acuífero más elevado que fluye por debajo de la facilidad.

2. Excepto según se dispone en el Párrafo 4 de esta sección, todos los programas de monitoría del agua subterránea incluirán un sistema de monitoría del agua subterránea que será diseñado, construido, y operado para permitir en una base permanente, detectar cualquier degradación significativa en la calidad del agua subterránea.

3. Este programa de monitoría del agua subterránea se llevará a cabo durante la vida activa de la facilidad de desperdicio sólido peligroso, y para las facilidades de disposición, durante el período de mantenimiento del cierre-posterio.

4. Todos o parte de los requisitos de monitoría del agua subterránea de esta regla podrán ser obviados si el operador de la facilidad de desperdicio sólido peligroso demuestra a la satisfacción de la Junta que existe un potencial mínimo de migración del desperdicio sólido peligroso o, de sus componentes desde la facilidad vía el acuífero más elevado hacia pozos de abastos de agua (doméstico, industrial o agrícola), o a las aguas superficiales. La demostración deberá estar certificada por un geólogo cualificado o un ingeniero cualificado en suelos y deberá establecer lo siguiente:

   a. El potencial de migración del desperdicio sólido peligroso o sus componentes desde la facilidad hacia el acuífero más elevado por una evaluación de:

      (1) El balance de la precipitación de lluvia, evaporación, transpiración, escorrentías de, e infiltración; y

      (2) Las características de la zona no saturada; y

b. El potencial del desperdicio sólido peligroso o sus componentes que entren al acuífero más elevado a migrar hacia un pozo de abasto de agua o aguas superficiales, mediante la evaluación de:

(1) Las características de la zona saturada (ej., materiales geológicos, propiedades físicas, o la profundidad del agua subterránea); y

(2) La proximidad de la facilidad a los abastos de agua o al agua superficial.

5. Si el dueño u operador asume (o sabe) que la monitoría de los parámetros indicadores en el agua subterránea, según establecidos en el Subpárrafo (C)(2)(c) de esta regla pueda exhibir aumentos significativos estadísticamente (o reducción en el caso de pH), podrá elegir, instalar, operar y mantener un sistema alterno de monitoría. En ese caso, deberá:

a. Dentro de un (1) año después de la fecha de vigencia de estos reglamentos, someter a la Junta un plan específico, certificado por un geólogo o ingeniero cualificado en suelos que satisface los requisitos del Subpárrafo (D)(4)(c);

b. No más tarde de un (1) año después de la fecha de vigencia de estos reglamentos, iniciará las determinaciones especificadas en el Subpárrafo (D)(4)(d) de esta regla;

c. Dentro de quince (15) días despúes de haber efectuado las determinaciones preparará y someterá a la Junta un informe escrito;

d. Continuará efectuando esas determinaciones en una base trimestral hasta el cierre final de la facilidad; y

e. Cumplirá con los requisitos de mantenimiento de registros e informes.

B. Sistema de Monitoría del Agua Subterránea.

El sistema de monitoría de las aguas subterráneas que deberá ser instalado como una parte del programa de monitoría consistirá de los siguiente:

1. Pozos de monitoría instalados hidraúlicamente gradiente arriba desde el límite del área de manejo del desperdicio. Su número, localización, y profundidad serán lo suficientes para producir las muestras de aguas subterráneas que serán:

   a. Representativas de la información básica ("Background") de la calidad del agua en el acuífero más elevado cerca de la facilidad; y

b. No afectadas por la facilidad.

2. Se instalarán hidráulicamente gradiente abajo no menos de tres (3) pozos de monitoría en el límite del área de disposición. Su número, localización, y profundidad garantizarán que los mismos detectarán inmediatamente cualquier cantidad estadísticamente significativa de desperdicio sólido peligroso o sus componentes que migre desde el área al acuífero más elevado.

3. No se requerirán sistemas separados de monitoría para cada componente de manejo de desperdicio o área de una facilidad, siempre que el muestreo gradiente arriba o gradiente abajo pueda detectar cualquier descarga desde el área de disposición de desperdicios.

   a. Para una facilidad consistente de sólo un embalse superficial, relleno o facilidad de tratamiento en el terreno, el área de disposición estará descrita por el perímetro del límite del embalse, relleno, o área de tratamiento.

   b. Para una facilidad consistente de más de un embalse superficial, relleno, o facilidad de tratamiento en el terreno, el área imaginaria que circunscribe los varios componentes de disposición del desperdicio.

4. Cada pozo de monitoría estará revestido en tal forma que mantenga la integridad de la capa del pozo. La tubería de revestimiento estará perforada y rellenada con gravilla o arena hasta donde sea necesario, que permita la toma de muestras a profundidades donde existen las zonas de flujo apropiado del acuífero. El espacio anular (ej., el espacio entre la capa y la tubería de revestimiento del pozo) sobre la de profundidad de muestreo deberá estar sellado con un material adecuado para evitar contaminación de las muestras y del agua subterránea.

C. Plan de Muestreo y Análisis del Agua Subterránea.

1. El dueño u operador de la facilidad de desperdicio sólido peligroso desarrollará y seguirá un plan de monitoría del agua subterránea. Dicho plan será sometido a la Junta para su aprobación. El mismo deberá incluir:
   a. Los procedimientos y técnicas para la toma de muestras;
   b. Los procedimientos para preservación y embarque de las muestras;
   c. Los procedimientos analíticos; y
   d. La línea de control de custodia.

2. El dueño u operador determinará la concentración o valor de los siguientes parámetros en las muestras de agua subterránea conforme a el párrafo 3 y 4 de esta sección;

a. Parámetros (y niveles máximos) que caracterizan la aceptabilidad del agua subterránea como un abasto de agua potable:

Normas Interinas Primarias para Agua Potable de la APA

Parámetro	Nivel Máximo (mg/l)
(1) Arsénico.....	0.05
(2) Bario.....	1.0
(3) Cadmio.....	0.01
(4) Cromio.....	0.05
(5) Fluor.....	1.4 - 2.4
(6) Plomo.....	0.05
(7) Mercurio.....	0.002
(8) Nitrato(como N).....	10.0
(9) Selenio.....	0.01
(10) Plata.....	0.05
(11) Endrino.....	0.0002
(12) Lindano.....	0.004
(13) Metoxicloro.....	0.1
(14) Toxafeno.....	0.005
(15) 2,4,-D.....	0.1
(16) 2,4,5, TP Silvex.....	0.01
(17) Radio.....	5p-Ci/1
(18) Gros Alfa.....	15p-Ci/1
(19) Gros Beta.....	4 milirem/año
(20) Bacterias califorme....	1/100 ml.

b. Parámetros que establecen la calidad del agua subterrránea:

(1) Cloruros,
(2) Hierro,
(3) Manganeso,
(4) Fenoles,
(5) Sodio, y
(6) Sulfato

COMENTARIO: Estos parámetros se utilizarán como una base de comparación en el caso de que sea requerido una evaluación de la calidad del agua subterránea.

c. Parámetros usados como indicadores de contaminación del agua subterránea:

(1) pH,
(2) Conductancia específica,
(3) Carbón Orgánico total, y
(4) Halogeno Orgánico total

3. Para todos los pozos de monitoría, el dueño u operador deberá:

a. Por un (1) año y en una base trimestral, establecer la información básica inicial sobre las concentraciones o valores de todos los parámetros especificados en el Párrafo 2 de esta sección.

b. Para cada uno de los parámetros indicadores especificados en el Subpárrafo (2) (c) de esta sección, se deberá obtener por lo menos cuatro (4) mediciones duplicadas de cada muestra y se determinará la información básica del promedio y la desviación aritmética inicial agrupando las mediciones, concentraciones o valores de los parámetros en muestras obtenidas de pozos gradiente arriba durante el primer año.

4. Después del primer año, todos los pozos de monitoría deberán ser muestreados ylas muestras analizadas de acuerdo con la siguiente frecuencia:
   a. Para los parámetros de calidad del agua subterránea (Subpárrafo (2)(b) de esta sección) por lo menos anualmente.
   b. Para los parámetros de contaminación del agua subterránea (Subpárrafo (2)(c) de esta sección), por lo menos semianualmente.
5. Se determinará la elevación de la superficie del agua subterránea en cada pozo de monitoría cada vez que se tome una muestra.

D. <u>Programa de Evaluación de la Calidad del Agua Subterránea.</u>

1. Dentro de un (1) año luego de la fecha de vigencia de estos reglamentos, el dueño u operador preparará y someterá para aprobación de la Junta un bosquejo de un programa más comprensivo de evaluación de la calidad de las aguas subterráneas descrito anteriormente en las Secciones A,B y C. El programa más comprensivo deberá ser capaz de determinar:

a. Si el desperdicio sólido peligroso o sus componentes han entrado a las aguas subterráneas;

b. La tasa y el grado de migración del desperdicio sólido peligroso o sus componentes en el agua subterránea; y

c. Las concentraciones de desperdicio sólido peligroso o sus componentes en el agua subterránea.

2. Para cada parámetro usado como indicador de contaminación del agua subterránea (Subpárrafo (C)(2)(c), el dueño u operador deberá calcular el promedio y la desviación aritmética basada en por lo menos cuatro (4) mediciones duplicadas en cada muestra para cada pozo muestreado y comparar esos resultados con la información básica de su promedio aritmético inicial.
La comparación debe considerar individualmente cada uno de los pozos en el sistema de monitorías y deberá usar la prueba "Student's test" al nivel 0.01 para determinar estadísticamente aumentos significativos (y reducción, en el caso del pH) a la información básica inicial.

3. Si las comparaciones con los pozos gradiente arriba demuestran aumentos significativos (o reducción del pH), el dueño u operador deberá someter dicha información a la Junta. Si la comparación de los pozos gradiente abajo demuestran un aumento significativo (o reducción, del pH), el dueño u operador entonces deberá inmediatamente obtener muestras adicionales del agua subterránea de los pozos gradiente abajo donde se detectó la diferencia significativa, dividir las muestras en dos (2) y obtener análisis independiente de las muestras adicionales para determinar si la diferencia significativa se debió a un error.
4. Si el análisis efectuado bajo el subpárrafo anterior confirma el aumento significativo (o reducción del pH), el dueño u operador deberá:
   a. Dentro de siete (7) días de la fecha de la confirmación de que la facilidad pueda estar afectando la calidad del agua subterránea, someter a la Junta un aviso por escrito;
   b. Dentro de quince (15) días luego del aviso inicial, someter nuevamente el plan más comprensivo de evaluación de la calidad

del agua subterránea en el Párrafo 1 de esta sección y lo someterá con una certificación de un geólogo cualificado o de un ingeniero cualificado en suelos.

c. El plan deberá especificar:

(1) El número, localización y profundidad de los pozos;

(2) Los métodos de muestreo y análisis para el desperdicio sólido peligroso o sus componentes en la facilidad; y

(3) Los procedimientos de evaluación, incluyendo cualquier uso de información sobre la calidad del agua subterránea obtenida previamente; y

(4) Un itinerario de implementación.

d. El dueño u operador deberá implementar el plan de evaluación de la calidad del agua subterránea, y como mínimo determinará:

(1) La tasa y el grado de migración del desperdicio sólido peligroso o sus componentes en el agua subterránea; y

(2) Las concentraciones del desperdicio sólido peligroso o sus componentes en el agua subterránea.

e. El dueño u operador hará su primera determinación de éstas materias tan pronto como técnicamente le sea posible, y dentro de quince (15) días luego de la determinación, someterá a la Junta un informe escrito conteniendo una evaluación de la calidad del agua subterránea.

f. Si el dueño u operador determina que ningún desperdicio sólido peligroso o de sus componentes ha penetrado desde la facilidad al agua subterránea, reinstalará entonces el programa de evaluación de indicadores descrito en la Sección B de esta regla y dentro de quince (15) días someterá un informe escrito a la Junta.

g. Si el dueño u operador concluye, basado en la primera determinación requerida anteriormente en el Subpárrafo (e) de este párrafo que el desperdicio sólido peligroso o sus componentes han penetrado desde la facilidad al agua subterránea, deberá continuar con la determinación de la tasa de y el grado de migración y de las concentraciones de desperdicio sólido peligroso de o sus

componentes en el agua subterránea en una base trimestral.

5. Por lo menos anualmente, el dueño u operador deberá evaluar la información sobre la elevación superficial del agua subterránea obtenida en el Párrafo (C)(5) de esta regla para determinar si los requisitos de ubicación de los pozos de monitoría se continua satisfaciendo. Si no, el dueño u operador, inmediatamente modificará el número, localización o profundidad de los pozos de monitoría para traer a cumplimiento al sistema de monitoría del agua subterránea.

REGLA 805 - CIERRE Y CIERRE-POSTERIOR

A. Cierre.

1. Los requisitos establecidos a continuación aplican a los dueños y operadores de todas las facilidades de desperdicio sólido peligroso, excepto según se dispone en la Regla 801.
2. El dueño u operador de cada facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá cerrar su facilidad solo de acuerdo con los siguientes requisitos:

a. En tal forma que:

(1) Reduzca la necesidad de mantenimiento ulterior; y

(2) Se controle, reduzca o elimine hasta el grado máximo posible, la emisión posterior del desperdicio sólido peligroso, los componentes del desperdicio sólido peligroso, las escorrentías de aguas contaminadas, la lixiviación, o de los productos de la descomposición del desperdicio al agua subterránea, a las aguas superficiales, o a la atmósfera.

b. El dueño u operador deberá proveer los sistemas y artefactos necesarios para proteger el agua subterránea y aguas superficiales y para el control de emisiones a la atmósfera.

c. En el caso de facilidades de disposición en el terreno, el dueño u operador deberá cubrir los desperdicios con por lo menos dos (2) pies de material de relleno.

d. El dueño u operador deberá aplicar el área suficiente material de relleno vegetativo y sembrará vegetación para evitar la erosión.

e. El dueño u operador deberá proveer y mantener los declives finales para desviar las aguas superficiales alrededor y fuera del área de disposición.

f. El dueño u operador deberá someter a la Junta un plano de desarrollo final del terreno que incluya una sección transversal que trase la localización exacta de cada tipo de desperdicio dispuesto en la facilidad.

g. El dueño u operador de cualquier facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá someter un plan de cierre a la Junta para su aprobación previo a que le sea otorgado un permiso para operar. El plan de cierre deberá indicar los pasos necesarios para cerrar la facilidad en cualquier etapa de su vida útil, y deberá por lo menos, incluir:

(1) Una descripción de como y cuando la facilidad será cerrada parcialmente, si aplica, y como y cuando será cerrada finalmente;

(2) Un estimado del inventario máximo de los desperdicios que estarán en almacenamiento o en tratamiento en

cualquier momento durante la vida útil de la facilidad;

(3) Los procedimientos para la descontaminación de la facilidad y de su equipo al cierre; y

(4) Un itinerario para el cierre final que deberá incluir, como mínimo, la fecha anticipada en que no se recibirán más desperdicios, la fecha de cierre final, y las fechas importantes para el seguimiento del progreso de cierre.

3. Los planes de cierre deberán ser sometidos y enmendados como sigue:

a. El dueño u operador deberá someter su plan de cierre a la Junta por lo menos ciento ochenta (180) días antes de la fecha que espera comenzar el cierre. La Junta podrá modificar, aprobar o desaprobar el plan dentro de noventa (90) días de recibido y luego de conceder al dueño u operador y al público afectado (a través de un aviso público en el periódico) la oportunidad de someter comentarios por escrito.

b. El dueño u operador podrá enmendar su plan de cierre en cualquier momento durante la vida activa de la facilidad. (La vida activa de la facilidad es aquel período durante el cual los desperdicios se reciben periódicamente). El dueño u operador deberá enmendar su plan de cierre cada vez que haya cambios en el plan de operaciones o en el diseño de la facilidad que afecte el plan de cierre.

4. El plan de cierre deberá ser preciso al establecer los requisitos financieros bajo la Regla 806.

5. Dentro de noventa (90) días luego de recibir el volúmen final de desperdicio sólido peligroso, el dueño u operador deberá tratar todos los desperdicios sólidos peligrosos en almacenamiento o en tratamiento, o removerlos del sitio, o deberá disponer de ellos en su-localización de acuerdo con el plan de cierre aprobado. El dueño u operador debe completar todas las actividades de cierre de acuerdo con un plan de cierre aprobado dentro de seis (6) meses después de haber recibido el volumen final de desperdicios.

Un período de tiempo mayor podrá ser aprobado solo si el dueño u operador puede demostrar a satisfacción de la Junta que:

(a) Las actividades planificadas de cierre le tomarán más de seis (6) meses para completarlas, y

(b) Ha tomado todos los pasos razonables hacia la eliminación de cualquier amenaza significativa a la salud humana o al ambiente.

6. Cuando el cierre esté completado, el dueño u operador tomará todas las medidas apropiadas para disponer debidamente de todo el equipo o estructuras de la facilidad, o la descontaminará removiendo todos los residuos y desperdicio sólido peligroso.

7. Al completarse el cierre, el dueño u operador deberá someter a la Junta una certificación de cierre preparada por un ingeniero licenciado para ejercer la profesión en Puerto Rico y confirmando que la facilidad ha sido cerrada de acuerdo con los requisitos de esta regla.

8. El dueño u operador deberá mantener y operar la facilidad de desperdicio sólido peligroso de acuerdo con todos los requisitos de este reglamentos hasta tanto la certificación de cierre sea aprobado por la Junta.

B. Cierre-Posterior.

1. Los requisitos de cierre-posterior establecidos más adelante aplican a los dueños u operadores de todas las facilidades de disposición de desperdicio sólido peligroso, excepto según se dispone en la Regla 801.

   a. El dueño u operador deberá cerrar el acceso a la facilidad y evitar la disposición adicional.

   b. El dueño u operador deberá mantener los sistemas y aparatos que sean necesarios para proteger el agua subterránea y el agua superficial y para el control de emisiones a la atmósfera.

   c. El dueño u operador deberá mantener los sistemas de monitoría de agua subterránea y lixiviación requeridos por este reglamento y lo hará en virtud de todos los requisitos aquí establecidos y por todo el tiempo que la Junta determine que el desperdicio sólido peligroso representa una amenaza a la salud humana o al ambiente.

d. El dueño u operador deberá mantener el sistema de seguridad del sitio para asegurar que el desperdicio sólido peligroso acumulado no se convierta en una amenaza a la salud humana o al ambiente.

e. El dueño u operador deberá mantener también todos los elementos de sistemas usados para contener el desperdicio sólido peligroso, incluyendo material de relleno final, revestidores, y cualquier otro aparato de detección o contención.

f. El dueño u operador de una facilidad de disposición deberá proveer para el mantenimiento de cierre-posterior de acuerdo con el plan de cierre-posterior (descrito más adelante) por lo menos por un período de treinta (30) años despúes de la fecha de completar el cierre. Sin embargo, el período de mantenimiento del cierre-posterior de treinta (30) años podrá ser descontinuado o alterado si el dueño u operador puede demostrar a satisfacción de la Junta que la facilidad de disposición no representa una amenaza a la salud humana o al ambiente. Al finalizar el período de tiempo especificado, la Junta determinará si se continúa o se termina la custodia y el mantenimiento de cierre-posterior en la facilidad.

2. El dueño u operador deberá someter también el plan de cierre-posterior a la Junta de acuerdo con los siguientes requisitos:

   a. Seis (6) meses después de la fecha de vigencia de este reglamento, el dueño u operador de una facilidad de disposición de desperdicio sólido peligroso deberá tener un plan escrito de cierre-posterior. Este plan debe identificar las actividades que se llevarán a cabo después del cierre final y las frecuencias de esas actividades y deberá hacerlo con suficiente detalle para demostrar a la Junta que serán satisfechos todos los requisitos de cierre-posterior. El plan de cierre-posterior deberá incluir por lo menos:

      (1) Una descripción de las actividades planificadas para el muestreo del agua subterránea y de las frecuencias en que éstas se efectuarán (según especificado en la Regla 804 de este reglamento) durante el cierre-posterior; y

(2) Una descripción de las actividades de mantenimiento planificadas y las frecuencias con que las mismas serán efectuadas para asegurar que:

(a) La integridad de la capa y cubierta final u otra estructura de contención según se especifica en la Sección 817(B), 817(F), 816(C) y 819(I), donde aplique, y

(b) El funcionamiento del equipo de muestreo de la facilidad según se especifica en la Regla 804.

b. El dueño u operador podrá enmendar el plan de cierre-posterior cada vez que cambios en los planes de operación o el diseño de las facilidades afecten el plan de cierre-posterior.

c. El dueño u operador de una facilidad de disposición de desperdicio sólido peligroso deberá someter su plan de cierre-posterior a la Junta a tenor con todos los procedimientos para conceder un permiso para operar establecidos en la Parte IX de este reglamento.

d. El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá someter su plan de cierre-posterior a la Junta, por lo menos ciento ochenta (180) días antes de la fecha que espera comenzar el cierre. La Junta podrá modificar, aprobar o desaprobar el plan dentro de noventa (90) días de recibo y luego de conceder al dueño u operador y al público afectado (a través de un aviso público en los periódicos) la oportunidad de someter comentarios por escrito. Cualquier enmienda al plan que ocurra después del cierre deberá también ser aprobada por la Junta.

C. Aviso en el Registro de la Propiedad.

El dueño u operador de la propiedad en la cual una facilidad de disposición está ubicada deberá registrar (en virtud de la Ley del Estado Libre Asociado de Puerto Rico) una anotación en el Registro de la Propiedad (sobre la propiedad de la facilidad) y en cualquier otro instrumento que se examina normalmente durante el saneamiento del título, que en perpetuidad informe a cualquier comprador potencial de la propiedad que:

1. El terreno ha sido usado para manejar desperdicio sólido peligroso; y
2. No se permitirá la alteración de la cubierta final, los revestimientos o cualquier otro componente de cualquier sistema de contención, o de las funciones del sistema de muestreo de la facilidad, durante el uso de la propiedad después del cierre-posterior sobre o en el cual permanece desperdicio sólido peligroso, a menos que, el dueño u operador pueda demostrar a satisfacción de la Junta, ya sea en el plan de cierre-posterior o por solicitud, que la alteración:
   a. Es necesaria el uso propuesto de la propiedad, y que no podrá aumentar el potencial de riesgo a la salud humana o al ambiente; o
   b. Es necesario para reducir una amenaza a la salud pública o al ambiente.

D. <u>Aviso a la Junta de Planificación y a la Junta de Calidad Ambiental.</u>

1. Dentro de noventa (90) días de ser completado el cierre el dueño u operador de una facilidad de disposición deberá someter a la Junta de Planificación y a la Junta de Calidad Ambiental

un plano de situación indicando las ubicaciones y dimensiones de las celdas del relleno (u otras áreas de disposición) con respecto a puntos de deslinde.

2. Este plano deberá ser preparado y certificado por un ingeniero o agrimensor con una licencia para medir terrenos en Puerto Rico.
3. El plano debe contener una nota que exponga prominentemente, que explique la obligación del dueño u operador para restringir la alteración del sitio según se especifica anteriormente en la Sección (C)(2).
4. El dueño u operador deberá someter a la Junta de Planificación y a la Junta de Calidad Ambiental un registro de tipo, ubicación, y cantidad del desperdicio sólido peligroso dispuesto dentro de cada celda o área de la facilidad. Con relación a los desperdicios dispuestos antes de que estos reglamentos fueran promulgados, el dueño u operador deberá identificar el tipo, ubicación y cantidad de tal desperdicio de acuerdo con lo mejor de su conocimiento y de acuerdo con cualquier registro que haya mantenido.

E. Aplicación a Sitios de Disposición Existente.
La Junta podrá requerir al dueño del terreno en el cual se han dispuesto desperdicios sólidos peligrosos a la fecha de vigencia de este reglamento (si se está o no operando aún una facilidad de desperdicio sólido peligroso en esa fecha) a cumplir con los requisitos de esta regla.

REGLA 806 - REQUISITOS FINANCIEROS

A. Arreglo Financiero para las Obligaciones de Cierre y Cierre-Posterior y Responsabilidad Potencial.
Cualquier dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá establecer y continuar en efectos los arreglos financieros que sean adecuados para pagar por todas las obligaciones de cierre y cierre-posterior y cualquier responsabilidad de riesgo que la operación de la facilidad puede causar a la salud humana o al ambiente. La Junta, al otorgar un permiso para operar deberá establecer la cantidad de este requisito de financiamiento y deberá aprobar el arreglo particular de financiamiento.

B. Continuación del Arreglo Financiero después del Cierre.
Cualquier dueño u operador que cierra una facilidad de desperdicio sólido peligroso por sí mismo, o

a tenor con una orden de la Junta, la APA o por los Tribunales del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, deberá mantener en efecto los convenios financieros requeridos por esta regla.

C. Determinación de Responsabilidad Potencial y Requisito de Someter el Arreglo Financiero.

Al someter una solicitud de permiso para operar, el dueño u operador de todas las facilidades de desperdicios sólidos peligrosos, excepto según se dispone en la Regla 801, tendrá que someter a la Junta:

1. Según requerido más adelante, estimados escritos de los costos de cierre de la facilidad de acuerdo con los requisitos bajo la Sección 805 (A), y para facilidades de disposición, estimados de los costos de cierre-posterior bajo la Sección 805(B);
2. Un análisis de riesgo escrito usado para determinar la probabilidad y cantidad de responsabilidad potencial para el daño a la salud humana o el ambiente;
3. Una descripción escrita de los convenios financieros, incluyendo copia de todos los instrumentos o documentos necesarios para establecer tales convenios.

D. (Reservada)

E. Excepción Para los Requisitos de Arreglo Financiero.

Los requisitos de esta regla aplicarán a todos los dueños y operadores de facilidades de desperdicios sólidos peligrosos excepto:

1. Según lo provisto en la Regla 801, y.
2. Al Estado Libre Asociado de Puerto Rico y al Gobierno Federal.

F. Determinación de los Costos de Cierre.

Los costos de cierre de la facilidad deberán ser determinados de acuerdo con los siguientes requisitos:

1. El estimado debe igualar a los costos de cierre en aquel punto en la vida útil de operación de la facilidad cuando el grado y forma de su operación hará que el cierre sea más costoso, según indicado en el plan de cierre.
2. El dueño u operador deberá preparar un nuevo estimado de costos de cierre cada vez que un cambio en el plan de cierre afecte los costos de cierre.

3. En cada aniversario desde la fecha de vigencia de este reglamento el dueño u operador deberá ajustar el estimado de costo de cierre más reciente usando los factores de inflación estimados corrientes.

G. (Reservada)

H. Determinación del Costo de Cierre-Posterior.

Los estimados de costos para la monitorías y para el mantenimiento del cierre-posterior deberán ser preparados de acuerdo con los siguientes requisitos:

1. El dueño u operador deberá preparar un estimado anual de costo de cierre-posterior nuevo cada vez que un cambio en el plan de cierre-posterior afecte el costo de mantenimiento del cierre-posterior. El estimado de costo de cierre más reciente se calculará multiplicando el costo de cierre anual más reciente por treinta (30).
2. En cada aniversario desde la fecha de vigencia de estos reglamentos durante la vida útil de operación de la facilidad, el dueño u operador deberá ajustar el último estimado de costo de cierre-posterior usando los factores de inflacción estimados en ese momento.

I. (Reservada)

J. (Reservada)

K. Requisito de Resometer los Arreglos Financieros.
Si los costos estimados revisados de cierre y de cierre-posterior aumentan la cantidad de los requisitos financieros requeridos por el viente y cinco porciento (25%) o más, el dueño u operador de la facilidad podrá someter otra vez a la Junta para su aprobación la descripción escrita del convenio financiero para la facilidad.

REGLA 807 - REQUISITOS DE SALUD PUBLICA Y DEL AMBIENTE

A. Pozos de Inyección.
El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso no deberá descargar el desperdicio sólido peligroso directamente dentro del terreno por medio de pozos de inyección o por cualquiera otras estructuras o aparatos usados con el propósito de inyectar substancias o materiales bajo la superficie del terreno.

B. Contaminación de Aguas Superficiales.

1. Todas las facilidades de desperdicio sólidos peligrosos serán localizadas, diseñadas, construídas, y operadas en tal forma de evitar cualquier descarga superficial o subsuperficial desde la facilidad a las aguas del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, y
2. Todas las facilidades de desperdicio sólido peligroso deberán proveer las medidas adecuadas para evitar que las escorrentías de aguas superficiales penetren las áreas de operación y para evitar el estancamiento de agua dentro de las facilidades.

C. Contaminación del Agua Subterránea.

Todas las facilidades de desperdicio sólido peligroso deberán ser localizadas, diseñadas, construídas, operadas, y mantenidas en tal forma que eviten que el desperdicio sólido peligroso o sus componentes causen o contribuyan a la contaminación del agua subterránea.

D. Contaminación del Aire.

1. Todas las facilidades de desperdicio sólido peligroso serán localizadas, diseñadas, construídas, operadas, y mantenidas en tal forma para evitar

que las emisiones a la atmósfera desde tales facilidades causen violación al Reglamento de la Junta para el Control de la Contaminación Atmosférica, según enmendado, o violaciones de los niveles de contaminantes aerotransportados establecidos en el Código de Reglamentos Federales 29, Parte 1910; 1000 en virtud de la Ley Federal de Salud y Seguridad Ocupacional.

2. El dueño u operador deberá tomar todas las medidas aceptables para disminuir los olores a tenor con la Regla 420 del reglamento de la Junta para el Control de la Contaminación Atmosférica, según enmendado.
3. Los desperdicios sólidos peligrosos en la forma de polvos, particulados, o sólidos finos deberán ser tratados, almacenados, y dispuestos en receptáculos cubiertos para evitar la emisión de gases, nieblas, o vapores de desperdicio sólido peligroso donde los materiales peligrosos emitidos pueden resultar en un riesgo a la seguridad y salud pública o al ambiente.

E. Contaminación por Sonido.

Todas las facilidades de desperdicio sólido peligroso deberán ser localizadas, diseñadas, construídas, operadas, y mantenidas en tal forma de evitar ruidos excesivos.

F. Areas de Manejo para Desperdicios.

1. Ningún desperdicio sólido peligroso podrá ser almacenado, tratado o dispuesto en cualquier facilidad de desperdicio sólido peligroso en sitios que no hayan sido designados para esos propósitos en el manual de operaciones radicado en la Junta en virtud de la Regla 811.
2. Se mantendrá en todo momento en la facilidad un plano del sitio que demuestre la localización exacta de todos los desperdicios sólidos peligrosos depositados.
3. El dueño u operador deberá mantener las áreas de disposición en tal forma que evite cualquier mezcla de desperdicio sólido peligroso incompatible.

G. Remoción del Desperdicio Sólido Peligroso Dispuesto.

1. El desperdicio sólido peligroso que ha sido dispuesto en las áreas designadas para la disposición de desperdicio sólido peligroso no podrá ser excavado, removido, o recuperado sin una aprobación escrita de la Junta.

2. Todo manejo, almacenamiento, transportación, tratamiento, y disposicion final subsiguiente de tal desperdicio sólido peligroso se hará en conformidad con este reglamento.
3. Se preparará y completará un manifiesto que acompañará tal desperdicio si es transportado a una facilidad de desperdicio sólido peligroso fuera de su-localización.

H. Facilidades para el Manejo Combinado de Desperdicio Sólido Peligroso y No-Peligroso.

El dueño u operador de cualquier facilidad para el manejo de desperdicio sólido peligroso que maneja desperdicio sólido peligroso y desperdicio sólido no-peligroso deberá tomar las medidas de seguridad apropiadas para proteger al público de la exposición al desperdicio sólido peligroso.

I. Análisis Físico y Químico.

1. Todo los dueños u operadores de facilidades de desperdicio sólido peligroso deberán obtener un análisis físico y químico completo y detallado de todo el desperdicio que será manejado en la facilidad al momento de iniciar las operaciones de manejo del desperdicio sólido peligroso.

2. El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso fuera de su-localización deberá inspeccionar y si es necesario muestrear cada cargamento de camiones, embarque, o lote de desperdicio sólido peligroso designado para almacenamiento, tratamiento o disposición en la facilidad para determinar si la identidad de este concuerda con el desperdicio especificado en el manifiesto, o en los documentos de embarque acompañados.
3. El análisis químico y físico detallado requerido en el Párrafo 1 de esta Sección podrá incluir información publicada o documentada sobre el desperdicio sólido peligroso o sobre el desperdicio generado de procesos similares, y el dueño u operador de una facilidad fuera de su-localización podrá llegar a un acuerdo con el generador del desperdicio sólido peligroso para que le supla parte a toda la información requerida en el Párrafo 1.
4. La frecuencia del muestreo detallado del desperdicio deberá ser efectuado como mínimo anualmente, o repetido tantas veces como sea necesario para asegurarse de que es correcto. Como mínimo deberá ser repetido:

a. Cuando el dueño u operador es notificado, o tiene razones para creer que el proceso o la operación que genera el desperdicio ha cambiado; y

b. Cuando los resultados de una inspección indican que el desperdicio sólido peligroso no concuerda con el desperdicio designado en el manifiesto o documentos de embarque que los acompaña.

5. El dueño u operador deberá desarrollar y seguir un plan escrito para el análisis del desperdicio sólido peligroso el cual describa los procedimientos que serán usados para inspeccionar los embarques de desperdicio sólido peligroso.

6. Ningún dueño u operador deberá aceptar cualquier desperdicio sólido peligroso a menos que el receptáculo en el que se transporta el desperdicio tiene fijado un rótulo de identificación incluyendo lo siguiente:

a. Nombre del generador,

b. Tipo de desperdicio,

c. Nombre genérico del componente predominante del desperdicio peligroso,

d. Fecha de envasado, Y

e. Número del manifiesto.

7. Cualquier dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso no deberá tratar o disponer de desperdicio inflamable, corrosivos, tóxicos, reactivos, volátiles o incompatibles en un relleno, embalse superficial, o facilidad de tratamiento en el terreno, a menos que el dueño u operador pueda demostrar a la Junta, en el momento de solicitar un permiso de operación que tal facilidad de tratamiento o de disposición no habrá de:

   a. Afectar la integridad estructural de la facilidad de tratamiento, embalse superficial, o relleno, o

   b. Afectar la capacidad de atenuación de la facilidad de tratamiento en el terreno a través de la generación de calor, fuegos o reacciones explosivas.

REGLA 808 - EQUIPO, PERSONAL, REQUISITOS DE ADIESTRAMIENTO

A. Equipo.

El dueño u operador deberá tener todo el equipo necesario para la operación de la facilidad de desperdicio sólido peligroso a tenor con estas reglas. Todo el equipo se mantendrá en tal forma que este se ajuste al propósito para el cual fué propuesto.

El equipo utilizado en la facilidad de desperdicio sólido peligroso que esté contaminado con desperdicio sólido peligroso, incluyendo, pero no limitado a receptáculos de almacenamiento, equipo de procesamiento, y los vehículos deberán ser descontaminados previo a ser puestos en funcionamiento o utlizados en un área no designada para el manejo de desperdicio sólido peligroso. Los residuos y aguas residuales de tales procesos de descontaminación deberán ser dispuestas en forma apropiada en la facilidad.

B. Personal.

1. El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá mantener personal adiestrado en la facilidad para proveer la acción efectiva e inmediata respecto a la operación, el mantenimiento, los controles ambientales, el mantenimiento de registros, reacción a emergencias y medidas de la salud y seguridad.
2. El dueño u operador deberá tener también en la facilidad el personal adiestrado y equipado adecuadamente capaz de determinar y confirmar la exactitud del tipo de desperdicio identificado en cada manifiesto recibido, o tener disponible y bajo contrato un laboratorio con la capacidad

de proveer el mismo servicio.

3. El dueño u operador de la facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá proveer también la supervisión adecuada para asegurar que la operación de la facilidad y las actividades conducidas en la misma están en cumplimiento con todas las reglas y reglamentos.
4. El dueño u operador deberá requerir que el personal use ropas apropiadas y el equipo de seguridad para evitar que sea contaminado por el desperdicio sólido peligroso.

C. Adiestramiento del Personal.

1. Dentro de seis (6) meses después de la fecha de vigencia de este reglamento, o después de la fecha de empleo, lo que sea más tarde, el personal de facilidades de desperdicios sólidos peligrosos nuevas o existentes deberán haber asistido a cursos especiales de adiestramiento sobre procedimientos de manejo del desperdicio sólido peligroso conforme con la posición en la cual están empleados.
2. Todo el personal de la facilidad deberá completar satisfactoriamente un programa que los capacite para efectuar sus labores en tal forma que asegure el cumplimiento de la facilidad con los

requisitos de este reglamento. El dueño u operador, deberá asegurarse de que dicho programa incluya todos los elementos descritos en el documento requerido bajo el párrafo 5 más adelante.

a. Este programa deberá ser dirigido por una persona adiestrada en los procedimientos de manejo del desperdicio sólido peligroso y deberá incluir lecciones que enseñen al personal de la facilidad los procedimientos para el manejo de los desperdicios sólidos peligrosos (incluyendo la implementación del plan de contingencia) que son relevantes a las posiciones en las cuales ellos están empleados.

b. Como mínimo, el programa de adiestramiento deberá ser diseñado para garantizar que el personal de la facilidad pueda responder efectivamente a las emergencias familiarizándolos con los procedimientos de emergencias incluyendo, donde sea aplicable:

   (1) Los procedimientos para usar, inspeccionar, reparar, y reponer el equipo de emergencia y de monitoría de la facilidad;

(2) Los controles claves para el cierre automático de los alimentadores del desperdicio;

(3) Los sistemas de comunicación o alarmas;

(4) Procedimientos de reacción a fuegos o explosiones;

(5) Procedimientos de reacción a incidentes de contaminación del agua subterránea; y

(6) Procedimientos para el cese de operaciones.

3. El personal de la facilidad deberá completar satisfactoriamente el programa de instrucción requerido anteriormente en el Párrafo 2, dentro de seis (6) meses después de la fecha de vigencia de estos reglamentos o en seis (6) meses luego de la fecha de su empleo o nombramiento en la facilidad, o en una nueva posición en la facilidad, lo que sea más tarde. Aquellos empleados reclutados después de la fecha de vigencia de estos reglamentos no podrán trabajar en posiciones no supervisadas hasta tanto hayan completado los requisitos de adiestramiento del Párrafo 2.

4. El personal de la facilidad deberá tomar un repaso anual del adiestramiento inicial requerido en el Párrafo 2.

5. El dueño u operador mantendrá los siguientes documentos y registros en la facilidad:
   a. El título del puesto para cada posición en la facilidad relacionada con el manejo del desperdicio sólido peligroso y el nombre del empleado ocupando cada puesto;
   b. Una descripción escrita del puesto para cada posición en la facilidad;
   c. Una descripción escrita del tipo y cantidad de los adiestramientos introductorios y contínuos que serán ofrecidos a cada persona; y
   d. Registros que comprueben que los adiestramientos, o adiestramiento en servicio han sido ofrecidos y completados por el personal de la facilidad.
6. Los registros de adiestramiento del personal deberán ser mantenidos hasta el cierre de la facilidad.

REGLA 809 - DESPERDICIO INFLAMABLE, REACTIVO O INCOMPATIBLE

A. <u>Precauciones para el Desperdicio Inflamable, Reactivo o Incompatible.</u>

El dueño u operador tomará las recauciones necesarias para evitar la ignición o reacción accidental del desperdicio inflamable o reactivo. Tal desperdicio

deberá ser separado y protegido de fuentes de ignición y reacción.

B. Manejo de Desperdicio Inflamable, Reactivo o Incompatible.

El tratamiento, almacenamiento o disposición de desperdicio inflamable, reactivo y la mezcla de desperdicio incompatible o materiales de desperdicios incompatibles deberá ser conducida de manera que esta no:

1. Genere calor o presión extrema, fuego o explosión, o reacciones violentas;
2. Produzca vapores, nieblas, humos y gases tóxicos incontrolables en suficientes cantidades que amenacen la salud humana;
3. Produzca vapores o gases inflamables incontrolables en suficientes cantidades para representar un riesgo de fuegos o explosiones;
4. Deteriore la integridad estructural del artefacto o facilidad conteniendo al desperdicio; o
5. A través de otros medios similares, se amenace la salud pública o el ambiente.

REGLA 810 - ESTADO DE PREPARACION Y PREVENCION

A. Aplicabilidad.

Los requisitos bajo esta regla aplican a dueños u operadores de todas las facilidades para desperdicio sólido peligros, excepto, según se dispone de otra manera la Regla 801.

B. Mantenimiento y Operación de la Facilidad.

Las facilidades deberán ser mantenidas y operadas para reducir la posibilidad de un fuego, explosión o cualquier emisión repentina no planificada o no repentina de desperdicio sólido peligroso o de los componentes del desperdicio sólido peligroso al aire, al terreno, o a las aguas que puedan amenazar la salud humana o el ambiente.

C. Equipo Requerido.

Todas las facilidades deberán estar equipadas con el siguiente equipo, a menos que la Junta determine que ninguno de los riesgos representados por el desperdicio manejado en la facilidad pueda requerir posiblemente tal equipo:

1. Un sistema de comunicaciones o de alarmas internas capaz de proveer instrucciones de emergencias inmediatas (por voz y señal) a todo el personal de la facilidad;
2. Cualquier artefacto (tales como un teléfono inmediatamente disponible en el área de operaciones, o un radio transmisor receptor portátil) con la capacidad para requerir asistencia rápida de emergencia del Departamento de la Policía Local, Departamento de Bomberos, o con el equipo de reacción a emergencias local.
3. Extinguidores de fuego portátiles, equipo de control de fuegos (incluyendo equipo especial de extinción, tales como las que usan espuma, gases inertes, o compuestos químicos secos), equipo de control de derrames y equipo de descontaminación; y
4. Suficiente agua en volumen y presión adecuada para suplir el sistema de mangas o al equipo de producción de espuma, o a las regadoras automáticas o a los sistemas de rociado de agua.

D. Equipo de Prueba y Mantenimiento.

Todos los sistemas de comunicaciones o alarmas, equipo o protección contra fuegos, equipo de control de derrames y el equipo de descontaminación de la facilidad, donde sea requerido, deberá ser probado y mantenido tantas veces como sea necesario para garantizar su operación adecuada en el momento de una emergencia.

E. Acceso a los Sistemas de Comunicaciones o Alarmas.

En todo momento que se esté vaciando, mezclando, regando, o de otra manera manejando desperdicio sólido peligroso, todo el personal envuelto en la operación deberá tener acceso inmediato a un sistema interno de alarmas o aparato de comunicación de emergencia, ya sea directamente o a través del contacto visual o vocal con otro empleado.

Si en alguna ocasión se encuentra solo un empleado en el predio mientras la facilidad está en operación, deberá tener acceso inmediato a un artefacto (tales como un teléfono o un radio transmisor receptor inmediatamente disponible en la escena de operaciones) con la capacidad para requerir asistencia de emergencia del exterior.

F. Espacio Libre Requerido.

El dueño u operador deberá mantener suficiente espacio libre para permitir el movimiento libre del personal, del equipo de protección contra incendios, equipo de control de derrames, y del equipo de descontaminación hasta cualquier área de operación de la facilidad durante una emergencia, a menos que el espacio libre no sea necesario para cualquiera de estos propósitos.

G. Convenios con las Autoridades Locales.

1. El dueño u operador deberá establecer los siguientes convenios, según sea apropiado para el tipo de desperdicio manejado en la facilidad, y la necesidad potencial para tal servicio:

   a. Convenios para familiarizar a los departamentos de la policía, bomberos, y a los equipos de reacción a emergencias con el plano de la facilidad, con las propiedades de los desperdicios sólidos peligrosos manejados en la facilidad y los sitios peligrosos asociados donde el personal de la facilidad normalmente trabaja, con los accesos a las carreteras dentro de la facilidad, y con las posibles rutas de evacuación;

b. En donde más de un departamento de la policía o de bomberos puedan responder a una emergencia, los acuerdos designando la autoridad de emergencia primaria a un departamento de la policía o bomberos específico, y acuerdos con cualesquiera otros para proveer apoyo a la autoridad primaria de emergencia;

c. Convenios con los equipos de reacción a emergencia estatal, equipos contratados para reacción a emergencias, con suplidores de equipo; y

d. Convenios para familiarizar a los hospitales locales sobre las propiedades de los desperdicios sólidos peligrosos manejados en la facilidad y los tipos de lesiones o enfermedades que puedan resultar por fuegos, explosiones, emisiones en la facilidad. Donde las autoridades estatales o locales declinen entrar en tales convenios, el dueño u operador deberá evidenciar la negativa en los registros operacionales y deberá informar a la Junta.

REGLA 811 - MANUAL DE OPERACIONES

A. Preparación del Manual de Operaciones.

El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso deberá preparar un manual de operaciones y tenerlo disponible en la facilidad.

B. Contenido Mínimo del Manual de Operaciones.

El manual de operaciones deberá indicar la manera en que la facilidad de desperdicio sólido peligroso cumplirá con este reglamento, incluyendo, pero sin limitarse a:

1. Los procedimientos de operación a ser seguidos en la facilidad para proteger la salud pública y el ambiente.
2. Los procedimientos para recibir, identificar, y de monitoría del desperdicio sólido peligroso.
3. La lista del personal por título de empleo.
4. La lista del equipo usado por la facilidad según requerido en la Regla 808.
5. Las características generales, el tipo y el peso o volumen del desperdicio sólido peligroso conocido o anticipado a ser recibido o manejado.

6. Itinerarios de inspección y mantenimiento para asegurar que los receptáculos almacenados están adecuadamente rotulados y no tienen filtraciones.
7. Procedimientos a ser utilizados por el personal de la facilidad que han de reaccionar a derrames u otras situaciones de emergencia que puedan surgir durante la operación de la facilidad.
8. Un plano del terreno certificado y firmado por un ingeniero licenciado para practicar la profesión en Puerto Rico que deberá incluir lo siguiente:
   a. Un plano del terreno dibujado a una escala de no más de una (1) pulgada en 200 pies (1"=200').
   b. Para facilidades de disposición en el terreno el plano del terreno deberá incluir la elevación final propuesta del sitio completado a in intervalo no mayor de cinco (5) pies.
   c. Los límites de propiedad legal de las áreas para los cuales se tiene el título saneado para la poseción o uso por el dueño u operador de la facilidad.
   d. La localización de las facilidades permanentes tales como, accesos, carreteras, verjas, facilidades de carga y descarga,

equipo estacionario, áreas de limpieza y áreas de tratamiento, almacenamiento y disposición final.

e. Las localizaciones y descripciones de las estaciones de monitoría ambiental y los sistemas de control de contaminación.

f. La localización de las líneas eléctricas, tuberías, y pasos de servidumbre que cruzan a través de la facilidad de desperdicio sólido peligroso.

g. Cuerpos de agua superficiales y tierras húmedas.

h. Las ubicaciones de cada tipo de desperdicio, con la delineación de los desperdicios que no son compatibles.

i. La localización de todas las facilidades de almacenamiento y el período máximo estimado de almacenamiento.

j. Métodos para registrar los embarques en y fuera del inventario.

9. El Manual de Operación incluirá un plano del área certificado y firmado por un ingeniero o agrimensor licenciado para practicar la profesión en Puerto Rico que deberá ser dibujado a una escala mínima de una (1) pulgada en 200 pies (1:2,400) o cualquiera otra escala previamente aprobada por la Junta incluyendo todas las áreas dentro de un

cuarto (1/4) de milla a la redonda de los límites de propiedad y que deberá incluir lo siguiente: zonificación, edificios, aguas superficiales, tierras húmedas, carreteras, localización de catas, y el grado de extensión de la inundación de 100 años.

10. Para facilidades de disposición en el terreno, el manual de operaciones también incluirá una sección transversal dibujada a una escala de una (1) pulgada en 200 pies (1"=200') y una escala vertical de una (1) pulgada en diez (10) pies (1"=10'). La información requerida en una sección transversal del plan incluirá lo siguiente:

    a. Altura propuesta,
    b. Nivel freático máximo,
    c. Localización del estrato de roca,
    d. Drenajes y trincheras de desague superficiales,
    e. Elevación y declives finales del relleno,
    f. Límites de excavación,
    g. Elevaciones finales del relleno,
    h. Carreteras de acceso,

i. Sistemas de recolección de la lixiviación, (si es requerido)

j. Facilidades de ventilación de gases (si es requerido), y

k. Sistemas de monitoría del agua subterránea.

11. El manual de operación deberá incluir un plano hidrológico certificado y firmado por un ingeniero licenciado para practicar la profesión en Puerto Rico, a una escala mínima de una pulgada (1) en 200 pies (1"=200') demostrando las elevaciones máximas del agua subterránea.

12. Para todas las facilidades de desperdicio sólido peligroso, el manual de operaciones deberá incluir el plan de cierre, y para facilidades de disposición de desperdicios peligrosos deberá incluir el plan de cierre-posterior.

REGLA 812- REQUISITOS PARA EL ALMACENAMIENTO DE DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO EN RECEPTACULOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a dueños u operadores de todas las facilidades de desperdicios sólidos peligrosos que almacenan receptáculos de desperdicios sólidos peligrosos, excepto según se dispone bajo la Regla 801.

B. Requisitos para las Facilidades.

1. Las facilidades para desperdicio sólido peligroso que almacenan receptáculos con desperdicio sólido peligroso deberán tener una base contínua que sea impermeable al desperdicio almacenado y que esté construída a fin de que cualquier escorrentía o derrame pueda ser contenida hasta que el desperdicio pueda ser removido para tratamiento o disposición final.
2. El dueño u operador deberá proveer equipo especial tales como, cargadores, rampas y conductos para remover los desperdicios sólidos peligrosos envasados en receptáculos al granel y los receptáculos desde los vehículos si fuese necesario para evitar los riesgos al ambiente y a la salud y seguridad del público o los empleados.
3. Si la exposición de los receptáculos a la humedad o a la luz solar directa crearán una condición peligrosa, el operador de la facilidad deberá almacenar los receptáculos en un área bajo techo, o cualquier otra cubierta que no obstruya la visibilidad de los rótulos.
4. El dueño u operador que almacena receptáculos con desperdicio sólido peligroso deberá proveer suficientes estructuras de retención para contener

las filtraciones o derrames dentro del área de almacenamiento designada, incluyendo, pero sin estar limitado a diques, promontorios, o trincheras.

5. Receptáculos conteniendo desperdicio reactivo o inflamable deberán ser localizados por lo menos a quince (15) metros (cincuenta (50) pies) del límite de propiedad de la facilidad.

C. Requisitos para los Receptáculos.

1. El dueño u operador no deberá almacenar desperdicio sólido peligroso en receptáculos en la facilidad para desperdicio sólido peligroso a menos que el receptáculo sea de construcción fuerte y a prueba de filtraciones. Los receptáculos deberán ser de paredes de espesor adecuado, de soldadura adecuada, uniones y resortes fuertes, y de suficiente fortaleza para resistir conmociones laterales y en el fondo mientras son llenados, sin causar deterioro de la habilidad del receptáculo para contener totalmente el desperdicio sólido peligroso.

2. Las uniones, válvulas, tapas, resortes, o cualquier otro dispositivo de cierre serán de suficiente fortaleza y construcción a los fines que puedan resistir caídas, volteos, u otras

conmociones sin reducir la habilidad de los receptáculos para contener el desperdicio sólido peligroso.

3. Los receptáculos y sus cerraduras serán construídos de materiales o estarán protegidos por un revestimiento que no sufrirá reacción química con el desperdicio contenido.
4. No se usarán receptáculos corroídos o deteriorados para almacenar desperdicio sólido peligroso.
5. El dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso podrá proveer para la recuperación de receptáculos devolviéndolos a un reacondicionador de receptáculos. Mientras el receptáculo permanezca en la facilidad, el dueño u operador manejará los receptáculos como un desperdicio sólido peligroso.

D. Manejo de los Receptáculos.

1. Los receptáculos podrán ser abiertos y vaciados en una facilidad de desperdicio sólido peligroso solo si la naturaleza del desperdicio, o el grado de riesgo, y las precauciones tomadas evitan la ocurrencia de fuegos, reacciones violentas, la creación de desperdicio sólido peligroso

extremadamente peligroso, o la contaminación de las personas con el desperdicio sólido peligroso. Los receptáculos conteniendo desperdicio sólido peligroso no podrán ser abiertos, manejados, o dispuestos en tal forma que puedan romperse, o cause que estos filtren antes de ser enterrados; y los mismos podrán ser enterrados solo en estricto cumplimiento con la Regla 816.

2. Los receptáculos se mantendrán cerrados en forma segura, excepto cuando se están llenando o vaciando, de manera que no ocurra escape de desperdicio sólido peligroso o de sus vapores. En el caso de que cualquier receptáculo necesite ser ventilado, deberá ser equipado con un sistema de control de vapores, si las emisiones de vapores de otra forma exceden las normas de calidad de aire.

3. Las siguientes condiciones especiales se tomarán en consideración cuando se maneja desperdicio incompatible:

   a. El dueño u operador no deberá crear una situación donde desperdicio o material incompatible puedan venir en contacto unos con otros.

b. El dueño u operador deberá asegurarse que los receptáculos de almacenamiento que contienen desperdicio que pueda ser incompatible estarán separados unos de otros o protegidos unos de otros a los fines de evitar que el desperdicio se mezcle en caso de rotura de los receptáculos.

c. El dueño u operador no deberá añadir cualquier desperdicio a un receptáculo de almacenamiento sin lavar que previamente contenía desperdicio incompatible.

d. El desperdicio incompatible, o desperdicio y material incompatible no podrá ser puesto en el mismo receptáculo a menos que se cumpla con la Sección 809(B).

E. Inspección.

1. El dueño u operador deberá proveer en todo momento los medios para localizar e identificar todos los desperdicios sólidos peligrosos almacenados en la facilidad.

2. El dueño u operador de una facilidad que almacena receptáculos con desperdicio sólido peligroso deberá inspeccionar, por los menos

semanalmente, las áreas donde los receptáculos están almacenados en busca de filtraciones y deterioro causados por la corrosión u otros factores.

REGLA 813 - TANQUES PARA ALMACENAMIENTO Y TRATAMIENTOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a dueños u operadores de facilidades que usan tanques para tratar o almacenar desperdicio sólido peligroso, excepto según se dispone en la Regla 801.

B. Requisitos de Operación.

1. El tratamiento o almacenamiento de desperidcio sólido peligroso en tanques deberá cumplir con la Sección 809(B).
2. Los desperdicios sólidos peligrosos o los reactivos para tratamiento no deberán ser puestos en un tanque si los mismos pueden causar que el tanque o su revestimiento interior se rompa, filtre, corroa, o de otra forma falle antes del final de su término de vida útil anticipada.
3. Los tanques al descubierto deberán ser operados para asegurar por lo menos sesenta (60) centímetros (dos (2) pies) de espacio libre en la parte superior, a menos que el tanque esté

equipado con una estructura de contención (ej., dique o trincheras), con un sistema de control por drenaje, o una estructura de desvio (ej., tanque de reserva) y tales artefactos tienen una capacidad que es igual o excede el volumen de los sesenta (60) centímetros (dos (2) pies) de espacio libre de la parte superior del tanque.

4. Donde el desperdicio sólido peligroso es contínuamente alimentado al tanque, el tanque deberá estar equipado con los medios que detengan ese influjo (ej., sistemas de cierre-automático de alimentación de desperdicio o sistemas de desvio a un tanque de reserva).

C. Análisis de Desperdicios y Pruebas de Ensayo.

En adición al análisis del desperdicio requerido por la Regla 807, cada vez que un tanque va a ser usado para:

1. Químicamente tratar o almacenar un desperdicio sólido peligroso el cual es substancialmente diferente del desperdicio previamente tratado o almacenado en ese tanque; o

2. Químicamente tratar un desperdicio sólido peligroso por un proceso substancialmente diferente al proceso previamente usado en ese tanque.

El dueño u operador antes de tratar o almacenar el desperdicio diferente o usar el proceso diferente deberá:

1. Efectuar un análisis del desperdicio y las pruebas de ensayo del tratamiento o almacenamiento (ej., pruebas en plantas pilotos a escala); o
2. Obtener la información escrita, documentada sobre el almacenamiento o tratamiento similar de un desperdicio similar bajo las condiciones similares de operación para demostrar que el tratamiento o almacenamiento propuesto cumplirá con todos los requisitos aplicables de los Párrafos (B)(1) y (2) de esta regla.

D. Inspecciones.

1. El dueño u operador de un tanque deberá inspeccionar, si aplica:
   a. El equipo de control de descarga (ej., sistemas de cierre automático de alimentación de desperdicio, sistemas de desvio, o sistemas de drenaje) por lo menos una vez al día para asegurar que el mismo está en buenas condiciones de operación;

b. La información obtenida del equipo de monitoría (ej., medidores de presión y temperatura) por lo menos una vez al día para asegurar que el tanque está siendo operado de acuerdo con su diseño;

c. El nivel del desperdicio en el tanque, por lo menos una vez al día durante su operación;

d. Los materiales de construcción del tanque, por lo menos semanalmente, para detectar corrosión o filtraciones de los accesorios o soldaduras; y

e. El área inmediatamente alrededor de las estructuras de contención de descargas (ej., diques), por lo menos semanalmente, para detectar erosión o signos obvios de filtración (ej., puntos húmedos, o vegetación muerta).

E. Cierre.

1. Al momento de cierre, todas las facilidades de desperdicios sólidos peligrosos y residuos de desperdicio sólido peligroso deberán ser removidos de los tanques, de los equipos de control y de las estructuras de contención de descargas, (al momento de cierre, como también a través del período de operación, a menos que el dueño u operador pueda demostrar, de acuerdo con la

Regla 102, que cualquier desperdicio sólido removido de su tanque no es un desperdicio sólido peligroso, se convertirá en un generador de desperdicios sólidos peligrosos y deberá manejar el mismo de acuerdo con todos los requisitos aplicables).

F. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo.

1. Desperdicio inflamable o reactivo no deberá ser puesto en un tanque, a menos que:

   a. El desperdicio sea tratado, disuelto, o mezclado antes o inmediatamente después de dispuesto en el tanque de manera que el desperdicio, mezcla, o disolución del material resultante no caiga ya bajo la definición de desperdicio inflamable o reactivo, y se haya cumplido con la Regla 809; 0

   b. El desperdicio es tratado o almacenado en tal forma que el mismo está protegido de cualquier material o condiciones las cuales puedan causar que el desperdicio se inflame o reaccione; o

c. El tanque es usado solamente para emergencias.

2. El dueño u operador de una facilidad que trata o almacena desperdicio inflamable o reactivo en tanques cubiertos deberá cumplir con los requisitos de zonas de protección para tanques de la Asociación Nacional de Protección Contra Incendios (NFPA's). Estos requisitos están contenidos en la Tabla 2-1 a la 2-6 del Código de Inflamables y Combustibles de 1977 ("Flammable and Combustibles Codes-1977").

G. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible.

1. El Desperdicio incompatible, o desperdicio y material incompatible no deberá ser puesto en un tanque sin lavar que previamente contenía un desperdicio o material incompatible, a menos que se cumpla con la Regla 809.

2. El Desperdicio sólido peligroso no se depositara en un tanque no lavado que previamente contenía desperdicio o material incompatible a menos que, se cumpla con la Regla 809.

H. (Reservada)

I. (Reservada)

REGLA 814 - INCINERADORES

A. Aplicabilidad.

1. Esta regla aplica a dueños u operadores de facilidades que tratan desperdicios sólidos peligrosos en incineradores, excepto según se dispone de otra manera en la Regla 801.

2. La Junta, al establecer las condiciones de permiso, podrá eximir los desperdicios inflamables de todos los requisitos de esta regla (excepto el análisis del desperdicio y cierre) si el desperdicio a ser quemado:

   a. Ya sea porque el desperdicio está anotado como un desperdicio peligroso en la Regla 608 de este reglamento sólo porque es inflamable o ha sido analizado contra la característica de desperdicio sólido peligroso bajo la Regla 604 de este reglamento y satisface sólo la característica de inflamable; y

   b. De acuerdo con el análisis del desperdicio acompañado con la solicitud de permiso, ninguno de los desperdicios sólidos peligroso

anotados en la Regla 608 de este reglamento están incluidos.

3. El dueño u operador de un incinerador podrá conducir pruebas de ensayo sujeto solo a los requisitos de la Sección 912(M).

B. Análisis del Desperdicio.

El dueño u operador de un incinerador que quema desperdicio sólido peligroso deberá obtener primeramente un análisis químico y físico detallado de una muestra representativa del desperdicio. En adición, el dueño u operador deberá efectuar pruebas de ensayo que le permitan establecer las condiciones normales de operación (incluyendo pruebas del flujo de aire, la alimentación del desperdicio y del combustible auxiliar) para determinar el tipo de contaminantes que puedan ser emitidos. Como mínimo el análisis deberá determinar lo siguiente:

1. El valor calorífico del desperdicio;
2. La concentración de halógenos en el desperdicio;
3. La concentración de azufre en el desperdicio; y
4. Las concentraciones de plomo y mercurio en el desperdicio, a menos que el dueño u operador tenga información escrita,

documentada que demuestre que el elemento no está presente.

NOTA: El dueño u operador deberá mantener los resultados de cada análisis del desperdicio, o la información documentada en el registro de operación de la facilidad.

C. El dueño u operador de un incinerador que quema desperdicio sólido peligroso deberá por lo menos efectuar las siguientes monitorías e inspecciones al incinerar desperdicios sólidos peligrosos:

1. Por lo menos cada quince (15) minutos, el dueño u operador deberá inspeccionar los instrumentos existentes los cuales se relacionan con los controles de combustión y emisiones, incluyendo, pero no limitado a:
   a. Los instrumentos para medir la alimentación de desperdicios;
   b. La alimentación de combustible auxiliar;
   c. El flujo de aire;
   d. La temperatura del incinerador;
   e. El pH del lavador de gases; y
   f. Los controles de nivel relevantes;

   Las correcciones adecuadas para mantener las condiciones estables de combustión se deberán hacer inmediatamente ya sea automáticamente o por el operador.

2. Por lo menos, cada hora, se deberá observar el plumacho de la chimenea para determinar su apariencia normal (color y opacidad) y para cumplimiento con el Reglamento para el Reglamento para el Control de la Contaminación Atmosférica, según enmendado.
3. Por lo menos, diariamente, deberá inspeccionar todo el incinerador y el equipo asociado (ej., bombas, válvulas, conductores, tuberías, etc); en busca de filtraciones, derrames, y emisiones fugitivas; y
4. Por lo menos, diariamente, deberá inspeccionar todos los controles de cese de operaciones y los sistemas de alarmas para asegurar la adecuada operación.

D. Condiciones de Operación.

Durante el prendido y apagado de un incinerador, el dueño u operador no deberá alimentar desperdicios sólidos peligrosos a menos que el incinerador esté en estado constante (condiciones normales) de operación, incluyendo temperatura y flujo de aire en estado constante.

E. (Reservada)

F. Cierre.

1. Al momento del cierre, el dueño u operador deberá remover todos los desperdicios sólidos peligrosos y los residuos (incluyendo, pero no limitado a cenizas, aguas y cienos del lavado de gases) del incinerador.
2. El dueño u operador de incineradores que queman desperdicios sólidos peligrosos deberá demostrar a la satisfacción de la Junta que cualquier desperdicio sólido o los residuos removidos de su incinerador a través del período de operaciones, o al momento de cierre, no es un desperdicio peligroso. Si no, el dueño u operador se convierte en un generador de desperdicio sólido peligroso y deberá manejar el mismo de acuerdo con todos los requisitos aplicables de este reglamento.

REGLA 815 - TRATAMIENTO TERMAL

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a los dueños u operadores de facilidades que tratan termalmente los desperdicios sólidos peligrosos en otros artefactos que no son incineradores. El tratamiento termal en incineradores estará sujeto a los requisitos establecidos en la Regla 814.

B. (Reservada)

C. (Reservada)

D. Condiciones Generales de Operación.

Antes de aplicar el desperdicio sólido peligroso, el dueño u operador deberá traer su proceso de tratamiento termal a condiciones estables (normales) de operación incluyendo la temperatura estable de operación utilizando combustible auxiliar o cualquier otro medio, a menos que el proceso sea un proceso de tratamiento termal no-continuo (lote) que requiera un ciclo termal completo para tratar una cantidad discreta de desperdicio sólido peligroso.

E. Análisis del Desperdicio.

El dueño u operador de una facilidad de tratamiento termal que trata desperdicio peligroso deberá obtener un análisis químico y físico detallado de una muestra representativa del desperdicio. En adición, el dueño u operador deberá analizar suficientemente cualquier desperdicio que no haya sido tratado previamente para que le permita establecer las condiciones de operación estable (normal) o cualquiera otra apropiada (para procesos no-continuos) condición de operación (incluyendo la alimentación

del desperdicio y combustible auxiliar), y para determinar el tipo de contaminantes que puedan ser emitidos. Como mínimo, el análisis deberá determinar lo siguiente:

1. El valor calorífico del desperdicio,
2. El contenido de halógenos en el desperdicio;
3. El contenido de azufre en el desperdicio;y
4. Las concentraciones de mercurio y plomo en el desperdicio, a menos que el dueño u operador tenga información escrita documentada que demuestre que el elemento no está presente.

El dueño u operador deberá mantener los resultados de cada análisis de desperdicio, o la información documentada en los registros de operación de la facilidad.

F. Inspección y Monitoría.

El dueño u operador de una facilidad de tratamiento termal que trata desperdicio sólido peligroso deberá efectuar por lo menos los siguientes muestreos e inspecciones cuando está tratando termalmente desperdicio sólido peligroso:

1. Los instrumentos existentes que se relacionan con el control de la temperatura y de las emisiones (si está presente un dispositivo de

control de emisión) deberán ser inspeccionados por los menos cada quince (15) minutos. Se harán inmediatamente las correcciones apropiadas para mantener las condiciones de operación estable (normal) o cualesquiera otras condiciones de tratamiento termal apropiada, ya sea automáticamente o por el operador. Los instrumentos que se relacionan con el control de la temperatura y de las emisiones normalmente incluyen aquellos que miden la alimentación del desperdicio, la alimentación de combustible auxiliar, la temperatura del tratamiento del proceso, y de los controles del proceso de flujo y niveles relevantes.

2. Por lo menos, cada hora, se deberá observar el plumacho de la chimenea por determinar su apariencia normal (color y opacidad) y cumplimiento con el Reglamento para el Control de la Contaminación Atmosférica, según enmendado.

3. Deberá inspeccionar por lo menos, diariamente, el proceso de tratamiento termal completo y el equipo asociado (bombas, válvulas, conductos, tuberías, etc.) en busca de filtraciones, derrames, y emisiones fugitivas; y

4. Deberá inspeccionar por lo menos, diariamente, todos los controles de cese de operaciones de emergencia y los sistemas de alarmas deberán ser comprobados para garantizar su operación adecuada.

G. (Reservada)

H. (Reservada)

I. (Reservada)

J. Cierre.

1. Al momento de cierre, el dueño u operador deberá remover todos los desperdicios sólidos peligrosos, y los residuos (incluyendo, pero no limitado a, cenizas y sedimentos) del proceso o del equipo de tratamiento termal.
2. Los dueños u operadores de facilidades de tratamiento termal que tratan desperdicio sólido peligroso deberán demostrar a satisfacción de la Junta que cualquier desperdicio sólido o residuo removido de su proceso o equipo de tratamiento termal no es un desperdicio sólido peligroso. Si no, el dueño u operador se convierte en un generador de desperdicio sólido peligroso y deberá manejar el

desperdicio de acuerdo con todos los requisitos establecidos en este reglamento.

REGLA 816 - RELLENOS PARA DESPERDICIO SOLIDO PELIGROSO

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a los dueños u operadores de facilidades que disponen desperdicio sólido peligroso en rellenos, excepto según se dispone en la Regla 801. Esta regla aplica también a los montículos de desperdicios cuando son utilizados como una facilidad de disposición.

B. Requisitos Generales.

Rellenos para desperdicio sólido peligroso deberán ser localizados, diseñados, construídos, y operados de acuerdo con los siguientes requisitos mínimos:

1. Todo relleno deberá ser localizado, diseñado, construido, y operado para evitar cualquier contacto entre el desperdicio sólido peligroso y de sus componentes con el agua subterránea o aguas superficiales de Puerto Rico.
2. Todo relleno deberá ser localizado, diseñado, y construído, de manera que el fondo de su sistema de revestimiento o barrera natural de terreno en el sitio esté por lo menos a 1.5

metros (cinco (5) pies) sobre el nivel del manto freático histórico, a menos que el dueño u operador pueda demostrar al momento de que sea otorgado un permiso que no ocurrirá contacto directo entre el relleno y el nivel freático y que un sistema de monitoría de lixiviación podrá ser instalado adecuadamente y mantenido en el espacio inferior.

3. Todo relleno deberá ser localizado por lo menos a una distancia no menor de 150 metros (500 pies) de cualquier abasto de agua público o privado o abasto de agua para el ganado.
4. Todo relleno deberá ser localizado, diseñado, construído, y operado para reducir la erosión, derrumbes, y hundimientos.
5. Todo relleno deberá ser localizado, diseñado, construído, y operado a fin de que su sistema de revestimiento o barrera natural de terreno en el sitio sea compatible con todos los desperdicios a ser enterrados.
6. Se mantendrán registros de la localización exacta de cada desperdicio sólido peligroso y cada celda será localizada y registrada con respecto a las marcas fijadas establecidas

permanentemente por levantamiento topográfico. Se deberá mantener también registros del contenido de cada celda, y estos registros deberán ser retenidos según requerido por la Parte V de este reglamento.

7. Los desperdicios que son incompatibles ya sea envasados o no envasados no deberán ser dispuestos en un relleno, excepto según se dispone en la Sección E más adelante.

8. Los receptáculos con desperdicio sólido peligroso podrán ser dispuestos en los rellenos solo de acuerdo con los requisitos establecidos en la Sección F más adelante.

9. Los siguientes desperdicios sólidos peligrosos no deberán ser dispuestos en un relleno:
   a. Desperdicio inflamable y reactivo;
   b. Desperdicio incompatible, excepto según se dispone en la Sección E más adelante.
   c. Los líquidos a granel, semi-sólidos, y desperdicios conteniendo líquidos libres; excepto según se dispone en la Sección F más adelante.

10. Se deberá construir estructuras de desvio (ej., diques y canales de drenaje) a fin de que se evite la entrada de las escorrentías de aguas superficiales al área del relleno.

11. El agua superficial que ha estado en contacto con las partes activas del relleno deberán ser recolectadas y tratadas o dispuestas como un desperdicio sólido peligroso de acuerdo con los requisitos establecidos en este reglamento, a menos que ésta sea analizada y se encuentre que es no-peligrosa; en tal caso, la misma podrá ser descargada a través de una fuente precisada a las aguas de Puerto Rico, si la descarga cumple con todos los requisitos de la Ley de Agua Limpia, incluyendo las normas de calidad de agua de Puerto Rico.

12. En las áreas donde se están generando gases en el relleno la instalación de un sistema de recolección y control para el control del escape vertical y horizontal de los gases desde el relleno.

13. La aplicación diaria de un mínimo de quince (15) centímetros seis (6) pulgadas) de material de relleno en las partes activas del relleno. Las partes activas en las cuales no se dispondrá desperdicio adicional por lo menos por una (1) semana deberán ser cubiertas con treinta (30) centímetros (doce(12) pulgadas) de material de relleno. El dueño u operador podrá utilizar

rellenos de diferente espesor y los aplicará con diferentes frecuencias si puede demostrar a la Junta en el momento que se otorgue un permiso que la posibilidad de fuego o explosión o el albergue, alimento, o reproducción de animales que cavan madrigueras en el terreno y los vectores serán controlados hasta un grado equivalente.

En las áreas donde no se recibirá desperdicio adicional se deberá aplicar veinti-cuatro (24) pulgadas de material de relleno.

14. En las áreas donde la evaporación excede a la precipitación por veinte (20) pulgadas o más y donde las condiciones geológicas naturales lo permiten, el relleno deberá tener una barrera de terreno natural en el sitio en toda la base y los lados del relleno. Excepto según se dispone más adelante, esta barrera deberá ser de un espesor de tres (3) metros (diez (10) pies) y deberá consistir de terreno natural en el sitio que tenga una permeabilidad igual o menor de 1×10^{-7} cm/seg. y cumpla con los requisitos del Párrafo (17), más adelante.

NOTA: Una barrera natural de terreno en el sitio utilizando terreno natural en el sitio de diferentes espesores y permeabilidades podrán ser usados, siempre que la barrera tenga un espesor igual o mayor de 1.5 metros (5 pies) y siempre y cuando que el dueño u operador pueda demostrar a la Junta en el momento que se otorgue un

permiso, que la barrera proveerá la contención equivalente de la lixiviación.

15. Todo dueño u operador de un relleno que utiliza el diseño establecido en el Párrafo 14, o cualquier diseño similar que no tiene un sistema de recolección de la lixiviación, deberá demostrar a la Junta al momento que se otorgue un permiso que no se acumularán líquidos en el relleno en tal grado que los mismos puedan ser descargados al agua superficial o al agua subterránea.

16. En las áreas donde las condiciones climatológicas y condiciones geológicas naturales no permitan cumplir con los requisitos del Párrafo 14, el relleno deberá tener uno u otro de los siguientes sistemas de revestimiento en toda la base y los lados del relleno:

    a. Diseño I: Un sistema de revestimiento con un declive de por lo menos un porciento (1%) en todos los punto, y estar conectado en todos los puntos bajos con uno o más pozos de recolección de lixiviación, de manera que la lixiviación formada en el relleno pueda fluir por gravedad hasta el pozo(s) de recolección desde donde la lixiviación pueda ser removida y tratada según especificado aquí. El sistema de revestimiento deberá consistir de:

(1) Un revestimiento de terreno compuesto de una barrera natural de terreno en-sitio, o terreno emplazado de un espesor de 1.5 metros (cinco (5) pies) y que tenga una permeabilidad igual o menor de $1x10^{-7}$ cm/seg y que cumpla con los requisitos del Párrafo 17; y

(2) Se requiere un sistema de recolección y remoción de la lixiviación colocado encima del sistema de revestimiento que sea por lo menos de treinta (30) centímetros (doce (12) pulgadas) de espesor y compuesto de terreno impermeable capaz de permitir que la lixiviación se mueva rápidamente a través del sistema y hacia el pozo(s) de recolección de la lixiviación.

b. Diseño II: El sistema de revestimiento deberá tener un declive de por lo menos un porciento (1%) en todos los puntos y estar conectados en todos los puntos más bajos a uno o más pozos de recolección de la lixiviación de manera que la lixiviación formada en el relleno fluya por gravedad hasta el pozo(s) desde donde pueda ser removida y tratada o dispuesta según especificado aquí. El sistema de revestimiento del relleno deberá

consistir de:

(1) Un sistema de detección y remoción de la lixiviación construído en la base natural del relleno, el caul consistirá de terreno impermeable de un espesor de quince (15) centímetros (seis (6) pulgadas) y con una capacidad para permitir el movimiento rápido de la lixiviación a través del sistema y hacia los pozos de recolección de la lixiviación.

(2) Un sistema de revestimiento de membrana artificial colocada sobre el sistema de detección y remoción de la lixiviación compuesto de quince (15) centímetros (seis (6) pulgadas) de tierra limpia impermeable u otro terreno sobrepuesto con un sistema de revestimiento de membrana sintética que está sobrepuesta por una capa de quince (15) centímetros (seis (6) pulgadas) de tierra o terreno limpio impermeable.

(3) Un revestimiento de terreno sobre el sistema de revestimiento de membrana, que sea por lo menos de un (1) metro (tres (3) pies) de espesor y compuesto

de terreno de una permeabilidad igual o menor de $1x10^{-7}$ cm/seg, y cumpla con los requisitos del Párrafo 17; y

(4) Un sistema de recolección y remoción sobre el revestimiento de terreno que sea por lo menos de treinta (30) centímetros (doce (12) pulgadas) de espesor y esté compuesto de terreno impermeable capaz de permitir que la lixiviación se mueva rápidamente a través del sistema y hasta los pozos de recolección de la lixiviación.

c. El relleno podrá usar un sistema de revestimiento diferente a los dos (2) descritos anteriormente siempre que el dueño u operador pueda demostrar a la Junta en el momento que se otorgue un permiso que el sistema de revestimiento alterno incluya un revestimiento y un sistema de recolección y remoción de la lixiviación que provea la contención, recolección y remoción equivalente o mayor.

17. Los suelos que vayan a ser usados como revestimiento del terreno o barrera natural de terreno en el sitio deberán ser ciudadosamente analizados y se someterá un informe a la Junta sobre los

mismos, junto con la solicitud de permiso para construir la facilidad. El informe deberá estar certificado por un ingeniero licenciado para ejercer la profesión en Puerto Rico y deberá cubrir los siguientes parámetros:

a. El sistema de clasificación de suelos unificado;
b. El porciento (%) de paso a través de un cedazo No. 200;
c. Límite de humedad;
d. Plasticida,
e. pH;
f. Permeabilidad; Y
g. Sensibilidad de la permeabilidad al desperdicio anticipado.

18. Todo revestimiento de membrana sintética deberá cumplir con los siguientes criterios mínimos:

a. Será de fortaleza y espesor adecuado para asegurar su integridad mecánica y tendrá un espesor mínimo de veinte (20) mils;
b. Será compatible con el desperdicio a ser enterrado;
c. Será resistente al ataque de bacterias y hongo del suelo;

d. Tendrá la resistencia amplia al clima para resistir los rigores de calor extremo y al ablandamiento.

e. Tendrá la resistencia de tensión adecuada para estirarse lo suficiente y soportar los rigores de la instalación y/o al uso de la maquinaria y el equipo;

f. Será de espesor uniforme, libre de defectos, roturas, desgarres, ampollas y partículas extrañas;

g. Será puesto en una base estable,

h. Tendrá una permeabilidad igual o menor de $1x10^{-12}$ cm/seg o su equivalente.

19. Todo relleno deberá tener un sistema de monitoría del agua subterránea según descrito en la Regla 804.

20. Los pozos de recolección de la lixiviación según requerido en los sistemas de revestimientos especificado en el Párrafo 16 deberán ser diseñados y construidos;

a. De materiales tanto compatible como impermeable a la lixiviación formada en el relleno;

b. De tal manera que el pozo(s) esté accesible para la remoción de la lixiviación para casos donde la bomba del pozo esté inoperante o la

bomba del pozo esté inoperante o la tubería de remoción de la lixiviación se dañe; y

c. Tenga un volumen igual o mayor que el volumen de la lixiviación esperada en tres (3) meses, pero nunca menor de 1000 galones.

21. El dueño u operador deberá remover la lixiviación de los pozos de recolección tan frecuente como sea necesario para así mantener el flujo contínuo por gravedad en el sistema de recolección y remoción de la lixiviación, y deberá inspeccionar los pozos de recolección y de remoción de la lixiviación por lo menos mensualmente para asegurar el cumplimiento con este requisito.

22. El dueño u operador de un relleno conteniendo desperdicio sólido peligroso que está sujeto a la dispersión por el viento deberá cubrirlos o de otra manera manejar el relleno a fin de que se controle la dispersión del desperdicio sólido peligroso por el viento.

C. Cierre y Cierre-Posterior.

1. Al cierre, el dueño u operador deberá seguir el plan de cierre y de cierre-posterior, que deberá incluir los items requeridos bajo la Regla 805 y bajo esta sección.

2. En los planes de cierre y de cierre-posterior, el dueño u operador de un relleno deberá señalar los siguientes objetivos e indicar como éstos serán logrados:
   a. El control de la migración de contaminantes desde la facilidad vía el agua subterránea, agua superficial, o el aire;
   b. El control de la infiltración del agua superficial, incluyendo la prevención del estancamiento del agua; y
   c. La prevención de la erosión.
3. El dueño u operador deberá considerar por lo menos los siguientes factores al señalar los objetivos de cierre y de mantenimiento al cierre-posterior:
   a. Tipo y cantidad de desperdicio sólido peligroso y de los componentes del desperdicio sólido peligroso en el relleno;
   b. La mobilidad y la tasa de migración esperada del desperdicio sólido peligroso y de los componentes del desperdicio peligroso;
   c. La ubicación del sitio, topografía y uso de los terrenos circundantes, con respecto a los efectos potenciales de la migración

de contaminantes (ej., proximidad a agua subterránea, agua superficial y a fuentes de agua potable);

d. El clima, incluyendo la cantidad, frecuencia, y pH de la lluvia;

e. Las características del material de relleno incluyendo los perfiles finales de la superficie, el espesor, porosidad o permeabilidad, declives, la longitud de los declives, y tipo de vegetación sobre el relleno; y

f. Los perfiles geológicos y los perfiles del terreno y la hidrología superficial y subsuperficial del sitio.

4. En adición a los requisitos establecidos en la Sección 805(B), durante el período de mantenimiento de cierre-posterior, el dueño u operador del relleno para desperdicio sólido peligroso deberá:

a. Inspeccionar y mantener el sistema de recolección, remoción y tratamiento de la lixiviación (si existe alguno) para prevenir la acumulación excesiva de lixiviación en el sistema;

NOTA: Si la lixiviación recolectada es un desperdicio sólido peligroso, deberá manejarse como un desperdicio sólido peligroso de acuerdo con las reglas y reglamentos aplicables. Si la lixiviación recolectada es descargada a través de una fuente precisada a las aguas del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, deberá cumplir con los requisitos bajo la Sección 402 de la Ley de Agua Limpia, según enmendada.

b. Inspeccionar y mantener los sistemas de control y recolección de gases (si existe alguno) para controlar el escape vertical y horizontal de gases; y

c. Proteger y mantener los puntos de referencia establecidos por el levantamiento topográfico.

D. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo.

El desperdicio inflamable o reactivo no deberá ser dispuesto en un relleno a menos que el desperdicio sea tratado, disuelto o mezclado antes o inmediatamente después de dispuesto en el relleno a fin de que:

1. El desperdicio resultante, la mezcla, o la disolución ya no caiga bajo la definición de desperdicio inflamable o reactivo bajo la Parte VI de este reglamento; y
2. Se cumpla con el logro de los requisitos de la Sección 809(B).

E. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible.

El desperdicio incompatible, o el desperdicio y material incompatible no deberá ser dispuesto en la misma celda del relleno, a menos que se cumpla con el logro de los requisitos de la Sección 809(B).

F. Requisitos Especiales para Desperdicio Líquido.

1. Desperdicio líquido al granel o no-envasado, o desperdicio conteniendo líquidos libres no podrán ser dispuestos en un relleno.
2. Un receptáculo que contiene desperdicio líquido o conteniendo desperdicio que tiene líquidos libres podrán ser dispuestos en un relleno, sólo si:
   a. El relleno tiene un revestimiento que es química y físicamente resistente al líquido contenido y tiene un sistema de recolección y remoción de la lixiviación funcionando con la capacidad suficiente para remover toda la lixiviación producida; y ya sea:
      (1) Antes de la disposición, el desperdicio líquido envasado o el desperdicio que tiene líquidos libres es tratado o estabilizado química o físicamente

(ej., mezclándolo con un sólido absorvente) a fin de que los líquidos libres no estén ya presentes; o

(2) Que durante la disposición, el receptáculo esté completamente colocado dentro de un absorvente sólido en una forma adecuada para absorver y retener todo el líquido del receptáculo.

3. La fecha para cumplir con esta sección será doce (12) meses después de la fecha de vigencia de este reglamento.

G. Requisitos Especiales para la Disposición de Receptáculos.

1. Todo receptáculo vacío deberá ser aplastado, triturado o reducido en volumen antes de ser enterrado bajo la superficie del relleno.

2. La fecha para cumplir con esta sección será doce (12) meses después de la fecha de vigencia de este reglamento.

H. (Reservada)

REGLA 817 - EMBALSES SUPERFICIALES

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a los dueños u operadores de facilidades que utilizan embalses superficiales para tratar, almacenar, o disponer de desperdicio sólido peligroso, excepto según se dispone en la Regla 801.

B. Requisitos Generales.

Los embalses superficiales para desperdicio sólido peligroso deberán ser localizados, diseñados, construído, y operados de acuerdo con los siguientes requisitos mínimos:

1. De forma tal que se evite el contacto directo entre el embalse superficial con el agua subterránea y las aguas superficiales del Estado Libre Asociado de Puerto Rico.
2. Todo embalse superficial deberá ser localizado, diseñado, y construído de manera que la base del sistema de revestimiento ("liner system") o la barrera natural de terreno en el sitio esté por lo menos a 1.5. metros (cinco (5) pies) del manto freático histórico.
3. Todo embalse superficial deberá ser localizado por lo menos a una distancia de 150 metros (500 pies) de cualquier abasto de agua público o

privado o abasto de agua para el ganado en funcionamiento.

4. Todo embalse superficial deberá ser localizado, diseñado, construído, y operado para reducir los derrumbes, hundimientos, y la erosión.
5. El embalse superficial no deberá ser usado para contener un desperdicio sólido peligroso que es:
   a. Detrimental a cualquier material que se esté usando como una barrera contra el movimiento del desperdicio fuera del embalse superficial, o
   b. Un desperdicio inflamable o reactivo, excepto según se dispone en la Sección G de esta regla.
6. Los desperdicios peligrosos que son incompatibles no deberán ser dispuesto juntos en un embalse superficial, excepto según se dispone en la Sección H de esta regla.
7. Todos los desperdicios sólidos peligrosos deberán ser analizados previo o su disposición en un embalse superficial para determinar su compatibilidad con los materiales del revestimiento propuesto para determinar si estos pueden tener cualquier efecto detrimental (ej., que cause roturas, disolución, reducción en la fortaleza mecánica, o aumente la permeabilidad) sobre los

suelos o materiales de revestimiento usados para prevenir filtraciones desde el embalse superficial.

8. Donde las condiciones geológicas lo permitan, el embalse superficial tendrá una barrera natural de terreno en el sitio en toda la base y lados del embalse. El espesor de dicha barrera estará sujeta a la aprobación de la Junta y estará compuesta de terreno natural en el sitio que cumpla con las especificaciones del Párrafo 10, más adelante.

9. Donde las condiciones geológicas no permitan el uso del diseño establecido en el Párrafo 8 anterior, el embalse superficial deberá tener un sistema de revestimiento que cubra toda la base y los lados del embalse. Dicho sistema de revestimiento deberá consistir de un revestimiento superior, un revestimiento inferior, y un sistema de detección de la lixiviación que cumpla con las siguientes especificaciones:

   a. El revestimiento superior consistirá de terreno emplazado de por lo menos treinta (30) centímetros (doce (12) pulgadas) de espesor que cumpla con el criterio establecido en el Párrafo 10, más adelante, o un revestimiento artificial que cumpla con

los criterios establecidos en el Párrafo 11, más adelante;

b. El sistema de revestimiento inferior deberá consistir de terreno natural en el sitio o terreno emplazado que cumpla con el criterio establecido en el Párrafo 10, más adelante, y sea de un espesor de por lo menos 1.5 metros (cinco (5) pies), o un revestimiento artifical que cumpla con los criterios establecidos en el Párrafo 11, más adelante,

c. El sistema de detección de la lixiviación deberá ser un sistema de drenaje de flujo por gravedad instalado entre el revestimiento superior y el inferior y deberá ser capaz de detectar cualquier lixiviación que pase a través del revestimiento superior. Se deberá tomar las medidas para remover cualquier lixiviación que pase a través del revestimiento superior y para la remoción de gases noscivos que se generen en el sistema.

El embalse superficial podrá usar un sistema diferente de revestimiento que el que se describe anteriormente siempre que el dueño u operador pueda demostrar a la Junta en el momento que se otorgue un permiso que el sistema de revestimiento

alterno podrá proveer la protección equivalente al agua subterránea y agua superficial.

10. Los suelos utilizados para revestimiento de los embalses superficiales o barreras de terreno natural en el sitio estarán sujetos a la aprobación de la Junta.

11. Los revestimientos artificiales para embalses superficiales (ej., concreto o membranas plásticas) deberán:

    a. Ser de dureza suficiente para asegurar su integridad mecánica:

    b. Tener un espesor mínimo de treinta (30) mils;

    c. Ser compatible con los desperdicios que se dispondrán en el embalse;

    d. Tener una permeabilidad igual o menor a $1x10^{-7}$ cm/seg;

    e. Tener un término de servicio esperado de por lo menos veinte y cinco porciento (25%) mayor que el término esperado de utilidad de la facilidad;

    f. Ser colocados en una base estable;

    g. Resistir satisfactoriamente el ataque del ozono, rayos ultravioletas, bactérias y hongos del suelo;

h. Tener la resistencia a la tensión adecuada para estirarse adecuadamente y resistir los rigores de la instalación o el uso de la maquinaria o equipo;

i. Resistir laceraciones, desgastes y perforaciones por cualquier material que pueda estar contenido en los líquidos que éste pueda retener;

j. Ser de espesor uniforme, libre de defectos, rajaduras, desgarres, ampollas y partículas extrañas; y

k. Ser de fácil reparación.

12. Todo revestimiento artificial en un embalse superficial donde se utilize equipo mecánico para operación (ej., recolección y dragado del cieno), deberá tener una cubierta protectora de tierra limpia selecta de un espesor de cuarenta y cinco (45) centímetros (18 pulgadas) colocada directamente sobre el revestimiento para evitar su rotura.

13. Todos los diques del embalse superficial deberán ser diseñados y construídos en tal forma que puedan prevenir la descarga o emisión de desperdicio desde la facilidad, tanto horizontalmente como verticalmente.

14. Todos los diques de tierra de la facilidad deberán ser construídos de suelo arcilloso con una permeabilidad igual o menor de $1x10^{-7}$ cm/seg.
15. Todos los diques de tierra deberán tener una cubierta externa protectora (ej., yerba, arcilla esquitosa, rocas) para disminuir la erosión por los efectos del viento y el agua.
16. Aquellos embalses superficiales que están proyectados para ser cerrados sin remover el desperdicio sólido peligroso deberán cumplir con los requisitos para rellenos bajo la Regla 816.
17. El espacio libre mantenido en el embalse superficial deberá tener capacidad para contener la lluvia de una tormenta de veinti-cuatro (24) horas de cada veinti cinco (25) años y no deberá ser menor de sesenta (60)centímetros (dos (2) pies).
18. Se deberá mantener registros del contenido o ubicación de cada embalse superficial.
19. La integridad de la barrera de terreno natural en el sitio o el sistema de revestimiento instalado en el embalse superficial deberá ser mantenida hasta el cierre del embalse. El sistema de revestimiento o barrera de terreno natural en el sitio deberá ser reparado inmediatamente al detectarse cualquier falla

(ej., perforación del revestimiento).

20. Los diques del embalse superficial deberán ser inspeccionados visualmente semanalmente, con el propósito de detectar y corregir cualquier deterioro. Cualquier acción correctiva o de mantenimiento necesario para restaurar el dique a su condición original deberá ser efectuada prontamente.

21. Cualquier sistema provisto para detectar las fallas del sistema de revestimiento o de la barrera de terreno natural en el sitio, deberá ser inspeccionado visualmente semanalmente para asegurar que este está operando adecuadamente de acuerdo al uso propuesto.

C. Pruebas de Ensayo y Análisis del Desperdicio.

En adición a los análisis requerido en la Sección 807(I), cada vez que un embalse superficial va a ser usado para:

1. Tratar químicamente un desperdicio sólido peligroso que es substancialmente diferente al desperdicio previamente usado en ese embalse; o

2. Tratar químicamente un desperdicio sólido peligroso con un proceso substancialmente diferente que el usado previamente en ese embalse; el

dueño u operador antes de tratar el desperdicio diferente o usar el proceso diferente, deberá:

a. Conducir un análisis del desperdicio y una prueba de ensayo del tratamiento (ej., pruebas piloto a escala); o

b. Obtener información escrita, documentada sobre el tratamiento similar del desperdicio similar y bajo las condiciones de operación similar para demostrar que el tratamiento cumplirá con la Sección 809(B).

D. Inspección.

El dueño u operador deberá inspeccionar:

1. El nivel del espacio libre del embalse por lo menos una vez al día durante su operación; y

2. El embalse superficial incluyendo los diques y la vegetación que rodea el dique, por lo menos una vez a la semana para detectar cualquier filtración, deterioro o fallas en el embalse.

E. (Reservada)

F. Cierre y Cierre-Posterior.

1. Al cierre, el dueño u operador podrá decidir el remover del embalse:

   a. Los líquidos remanentes;

   b. El desperdicio y residuos del desperdicio;

   c. El revestimiento, si alguno; y

   d. El terreno del fondo y de los alrededores contaminados.

2. Si el dueño u operador remueve todos los materiales del embalse anotados en el Párrafo 1, o puede demostrar que ninguno de los materiales anotados en el Párrafo 1 son desperdicio sólido peligroso, el embalse no estará ulteriormente sujeto a los requisitos de esta parte.

   NOTA: Al cierre así como a través del período de operación, a menos que el dueño u operador pueda demostrar que cualquier desperdicio sólido removido del embalse superficial no es un desperdicio sólido peligroso, este se convierte en un generador de desperdicio sólido peligroso y deberá manejarlo de acuerdo con todos los requisitos aplicables de este reglamento.

3. Si el dueño u operador no remueve todos los materiales del embalse anotados en el Párrafo 1, o no hace la demostración requerida en el Párrafo 2, deberá cerrar el embalse y proveer el mantenimiento de cierre-posterior según requerido para un relleno bajo la Regla 805 y la Regla 816. Si es necesario

para sostener el material de cubierta final especificado en el plan de cierre aprobado, el dueño u operador deberá tratar los suelos, los residuos o líquidos remanentes mediante la remoción de los líquidos, por secado o por otros medios.

G. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo.

El desperdicio inflamable o reactivo no podrá ser colocado en un embalse superficial, a menos que:

1. El desperdicio sea tratado, convertido o mezclado antes o inmediatamente después de dispuesto en el embalse a fin de que:
   a. El desperdicio, la mezcla o disolución del material resultante no caiga ya bajo la definición de desperdicio inflamable o reactivo; y
   b. Se cumpla con la Sección 809(B); o
2. El embalse superficial se utilice exclusivamente para emergencias.

H. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible.

Los desperdicios incompatibles, o los desperdicios y materiales incompatibles no podrán ser colocados en el mismo embalse superficial, a menos que se cumpla con la Regla 809.

I. (Reservada)

REGLA 818 - MONTICULO PARA DESPERDICIOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a los dueños u operadores de facilidades que tratan o almacenan desperdicio sólido peligroso en montículos, excepto según de otra manera se dispone en la Regla 801. Como alternativa del cumplimiento en esta regla, el montículo de desperdicio sólido peligroso podrá ser operado como un relleno.

B. Protección Contra el Viento.

El dueño u operador de un montículo conteniendo desperdicio sólido peligroso que pueda estar sujeto a la dispersión por el viento deberá cubrir o de otra manera manejar el montículo a fin de que la dispersión por el viento sea controlada.

C. Análisis del Desperdicio.

1. En adición a los análisis del desperdicio requerido por la Sección 807(I) el dueño u operador deberá analizar una muestra representativa del desperdicio de cada transporte que se reciba

antes de añadir el desperdicio al montículo existente, a menos que:

a. Los únicos desperdicios que la facilidad recibe los cuales son aceptables para amontonarse con compatibles unos con otros, o

b. El desperdicio recibido es compatible con el desperdicio en el montículo al cual este va a ser añadido. El análisis realizado deberá ser capaz de establecer las diferencias entre las clases de desperdicio sólido peligroso que el dueño u operador coloca en los montículos, a fin de que no ocurra la mezcla inadvertida de desperdicio incompatible. El análisis incluirá una comparación visiual de color y textura. Según requerido por la Sección 807(I) el plan de análisis del desperdicio deberá incluir también los análisis necesarios para cumplir con las Secciones F y G de esta regla.

2. El dueño u operador deberá mantener los resultados de los análisis en el registro de operación de la facilidad.

D. Cotención ("Containment").

Si la lixiviación o las escorrentías desde un montículo es un desperdicio sólido pelgroso, entonces lo uno o lo otro:

1. El montículo deberá estar colocado sobre una base impermeable que sea compatible con el desperdicio bajo las condiciones de tratamiento o almacenamiento, las escorrentías deberán ser desviadas fuera del montículo, y cualquier lixiviación y escorrentías desde el montículo deberán ser recolectadas y manejadas como un desperdicio sólido peligroso; o
2. El montículo deberá estar protegido de la precipitación y de las escorrentías o por algún otro medio; y
3. No se podrá colocar en el montículo desperdicios líquidos o desperdicios que contengan líquidos libres.

Si la lixiviacion o las escorrentías recolectada es descargada a través de una fuente precisada a las aguas del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, esta estará sujeta a los requisitos de la Sección 402 de la Ley de Agua Limpia, según enmendada.

E. (Reservada)

F. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo.

El desperdicio inflamable o reactivo no podrá ser colocado en un montículo, a menos que:

1. La adición del desperdicio a un montículo existente:
   a. Resulte en un desperdicio o mezcla que ya no satisface la definición de desperdicio inflamable o reactivo; y
   b. Cumple con la Sección 809(B); o
2. El desperdicio es manejado en tal forma que el mismo es protegido de cualquier material o condiciones que pueda causar que este reaccione o se inflame.

G. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible.

1. El desperdicio incompatible, o el desperdicio y material incompatible no podrá ser colocado en el mismo montículo, a menos que se cumpla con la Sección 809(B).
2. Todo montículo de desperdicio sólido peligroso que es incompatible con cualquier desperdicio u otro material almacenado cerca de,en otros

receptáculos, montículos, tanques abiertos, o embalses superficiales deberá estar separado de los otros materiales o protegidos de los mismos por medio de un dique, promontorio, pared u otro dispositivo.

3. El desperdicio sólido peligroso no podrá ser amontonado en la misma área donde desperdicios o materiales incompatibles fueron amontonados previamente, a menos que esta área haya sido descontaminada adecuadamente para asegurar cumplimiento con la Sección 809(B).

REGLA 819 - FACILIDADES PARA TRATAMIENTO EN EL TERRENO

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a los dueños u operadores de facilidades para el tratamiento en el terreno de desperdicio sólido peligroso, excepto, según se provee en la Regla 801.

B. Requisitos Generales de Operación.

1. El desperdicio peligroso no podrá ser colocado dentro o sobre una facilidad para tratamiento en el terreno a menos que el desperdicio pueda ser convertido a no-peligroso por degradación biológica, o por reacción química que ocurra dentro o sobre el terreno.

2. Las escorrentías hacia la facilidad para tratamiento en el terreno deberán ser desviadas fuera de la parte activa.
3. Las escorrentías desde las partes activas de una facilidad para tratamiento en el terreno deberán ser recolectadas.
   a. Si la escorrentía recolectada es un desperdicio sólido peligroso bajo la Parte VI de este reglamento, el mismo deberá ser manejado como un desperdicio sólido peligroso de acuerdo con las reglas y reglamentos aplicables.
   b. Si la escorrentía recolectada es descargada a través de una fuente precisada a las aguas del Estado Libre Asociado de Puerto Rico, la misma estará sujeta a los requisitos de la Sección 402, de la Ley de Agua Limpia, según enmendada.
4. Las facilidades para el tratamiento de los desperdicios sólidos peligrosos en el terreno deberán ser localizadas, diseñadas, construídas, y operadas de acuerdo con los siguientes requisitos mínimos:

a. Se deberá evitar el contacto directo entre el área tratada y el agua subterránea o con las aguas superficiales en Puerto Rico.

b. Toda aplicación sobre o dentro del terreno ("Landfarm") deberá ser ubicada, diseñada, construída, y operada para reducir la erosión, derrumbe y hundimientos en el área tratada.

c. Toda aplicación sobre o dentro del terreno ("Landfarm") deberá ser ubicada, diseñada, construída y operada a fin de que el área tratada esté por lo menos a 1.5 metros (cinco(5) pies) sobre le manto freático histórico.

d. El área tratada de una facilidad de aplicación sobre o dentro del terreno (Landfarm") deberá estar a una distancia de por lo menos 150 metros (500 pies) de cualquier abasto de agua público o privado o abasto de agua para ganado en funcionamiento.

e. Toda facilidad de aplicación sobre o dentro del terreno ("Landfarm") deberá ser ubicada sobre un área que tenga suelos finos granulados.

f. Los siguientes desperdicios sólidos peligrosos no podrán ser aplicados dentro o sobre el terreno:

(1) Desperdicio inflamable o reactivo, excepto según se provee en la Sección J más adelante, y

(2) Desperdicio que es incompatible excepto según se dispone en la Sección K más adelante.

g. Los declives superficiales de una facilidad de aplicación dentro o sobre el terreno ("Landfarm") deberán ser menores del cinco porciento (5%) para reducir la erosión en las áreas tratadas debido al desperdicio o escorrentías superficial, pero serán mayores del cero porciento (0%) para evitar el empozamiento o estancamiento del desperdicio o del agua por largos período que causen que el área tratada se convierta en anaeróbica.

h. Las cavernas, los pozos (que no sean pozos de monitoría activos), y otras conecciones directas con el ambiente subterráneo dentro del área tratada, o dentro de un radio de treinta (30) metros (cién (100) pies) del área deberán ser sellados.

i. El pH del terreno en la zona de incorporación deberá ser igual o mayor de 6.5.

j. Las prácticas de aplicación o incoporación del desperdicio deberán evitar que el área de incorporación se convierta en anaeróbica.

k. El desperdicio no deberá aplicarse al terreno cuando el mismo esté saturado con agua.

l. El pH de la mezcla del terreno y el desperdicio en el área de incoporación deberá ser igual a, o mayor que 6.5 y se mantendrá así hasta el momento del cierre de la facilidad.

C. Análisis del Desperdicio.

En adición a los análisis del desperdicio requerido en la Sección 807(I), antes de colocar un desperdicio sólido peligroso en o sobre una facilidad de tratamiento en el terreno, el dueño u operador deberá:

1. Determinar la concentración de cualquier substancia en el desperdicio la cual exceda las concentraciones máximas incluídas en la Regla 604 de este reglamento que cause que el desperdicio exhiba las características de toxicidad por el procedimientos de extracción ("EP Toxicity").

2. Para cualquier desperdicio anotado en la Regla 608, determinar las concentraciones de cualquier substancia que causó que el desperdicio fuera anotado como un desperdicio sólido peligroso, y

3. Si se están cultivando cosechas de la cadena alimenticia, determinar las concentraciones de cada uno de los siguientes componentes en el desperdicio: arsénico, cadmio, plomo y mercurio, a menos que el dueño u operador tenga información escrita, documentada que demuestre que estos componentes no están presentes.

D. (Reservada)

E. Cosechas de la Cadena Alimenticia.

1. El dueño u operador de una facilidad para el tratamiento de desperdicio sólido peligroso en el terreno en la cual se están cultivando, o se han cultivado, cosechas de la cadena alimenticia y que se han de cultivar en el futuro, deberá notificar a la Junta dentro de sesenta (60) días despúes de la fecha de vigencia de este reglamento.

2. No deberá cultivarse cosechas de la cadena alimenticia en el área tratada de una facilidad para tratamiento de desperdicio sólido peligroso en el terreno a menos que el dueño u operador pueda demostrar, basado en pruebas de campo, que arsénico, plomo, mercurio o cualquiera otro componente identificados bajo la Seccion 819 (C).

   a. No serán transferidos a la parte alimenticia de la cosecha por la absorción o contacto directo de la planta y no serán de otra manera ingeridos por los animales de la cadena alimenticia (ej., por pastoreo); o

   b. No podrán ocurrir en mayores concentraciones en las cosechas cultivadas en la facilidad de tratamiento que en las mismas cosechas cultivadas en terrenos no tratados bajo condiciones similares en la misma región.

3. La información necesaria para efectuar la demostración requerida por el Párrafo 2, de esta sección deberá mantenerse en la facilidad y como mínimo, deberá:

a. Estar basada en las pruebas para el desperdicio específico y las tasas de aplicación usadas en la facilidad; e

b. Incluir la descripción de las características de la cosecha y del terreno, el criterio de selección de la muestra, la determinación del tamaño de la muestra, los métodos analíticos y los procedimientos estadísticos.

4. No deberán cultivarse cosechas de la cadena alimenticia en una facilidad para el tratamiento en el terreno que recibe desperdicio que contenga cadmio, a menos que se cumpla con todos los requisitos establecidos por los reglamentos de la APA.

F. (Reservada)

G. Monitoría de la Zona No-Saturada (Zona de Aeración).

1. El dueño u operador deberá tener e implementar un plan escrito de monitoría de la zona no saturada el cual estará dieseñado para:

a. Detectar la migración vertical de los componentes peligrosos bajo la parte activa de la facilidad de tratamiento en el terreno; y

b. Proveer la información sobre las concentraciones básicas del desperdicio sólido peligroso, y de los componentes del desperdicio sólido peligroso en terrenos cercanos similares, pero no tratados. Dicha monitoría básica deberá ser efectuada con anterioridad o simultáneamente con la monitoría requerida bajo el Subpárrafo (1)(a) de esta sección.

2. El plan de monitoría de la zona no saturada como mínimo, deberá incluir:

   a. La monitoría del terreno utilizando conjuntos de terrenos ("soil core"), y

   b. La monitoría de la porosidad del terreno ("soil-pore water") usando aparatos tales como lisímetros.

3. Para cumplir con el Subpárrafo (1)(a) de esta sección, el dueño u operador deberá demostrar en su plan de monitoría de la zona no saturada que:

   a. La profundidad a la cual los muestreos de terreno y la porosidad del terreno ("soil pore-water") han de ser tomadas, será bajo la profundidad a la cual el desperdicio es incorporado dentro del terreno;

b. El número de muestras de terreno y la porosidad del terreno ("soil-pore water") a ser tomadas está basado en la variabilidad de:

(1) Los componentes del desperdicio sólido peligroso; y

(2) El tipo de suelo(s); y

c. La frecuencia del muestreo del terreno y la porosidad del terreno ("soil-pore water") está basado en la frecuencia, el tiempo, la tasa de aplicación del desperdicio, proximidad del agua subterránea y la permeabilidad del suelo.

4. El dueño u operador deberá analizar las muestras de terreno y la porosidad del terreno ("soil-pore water") para los componentes del desperdicio sólido peligroso que fueron encontrado en el desperdicio durante el análisis del desperdicio.

El dueño u operador deberá mantener en la facilidad su plan de monitoría de la zona no saturada, y la razón fundamental usada para desarrollar el plan y toda la data e información desarrollada bajo esta sección deberá ser mantenida en los registros de operación de la facilidad.

H. Mantenimiento de Registros.

El dueño u operador de una facilidad de tratamiento en el terreno deberá mantener registros de las fechas de aplicación, tasas de aplicación, cantidades y ubicación de cada desperdicio sólido peligroso colocado en la facilidad, en los registros de operación o en el cuaderno de bitácora diaria.

I. Cierre y Cierre-Posterior.

1. En el plan de cierre y en el plan de cierre-posterior el dueño u operador deberá señalar los siguientes objetivos e indicará cómo los mismos han de ser logrados:
   a. El control de las migraciones del desperdicio peligroso o de los componentes del desperdicio sólido peligroso desde el área tratada al agua subterránea;
   b. El control de las emisiones de las escorrentías contaminadas desde la facilidad al agua superficial;
   c. El control de las emisiones de los contaminantes particulados al aire causado por la erosión del viento; y
   d. El cumplimiento con la Sección 819(E) relacionada con el cultivo de cosechas de la cadena alimenticia.

2. El dueño u operador deberá considerar por lo menos los siguientes factores al señalar los objetivos de cierre y de mantenimiento de cierre-posterior establecidos en el Párrafo 1.

   a. El tipo y cantidad del desperdicio sólido peligroso aplicado en la facilidad de tratamiento en el terreno;

   b. La mobilidad y la tasa de migración esperada del desperdicio sólido peligroso y de los componentes del desperdicio sólido peligroso;

   c. La ubicación del sitio, la topografía, y usos de los terrenos circundantes, con respecto al efecto potencial de la migración de contaminantes (ej., proximidad al agua subterránea, al agua superficial, y a fuentes de abastos de agua potable);

   d. El clima, incluyendo la cantidad, frecuencia y el pH de la lluvia;

   e. Los perfiles geológicos y los perfiles del terreno, la hidrología subsuperficial y superficial del sitio, y las características del terreno, incluyendo la capacidad del intercambio de cationes, el carbón total orgánico, y el pH;

f. La información de la monitoría de la zona no saturada obtenida bajo la Sección 809 (G); y

g. El tipo, concentración, y la profundidad de migración de los componentes del desperdicio sólido peligroso en el terreno según comparado con la información de sus concentraciones básicas.

3. El dueño u operador deberá considerar por lo menos los siguientes métodos al señalar los objetivos de cierre y de mantenimiento de cierre-posterior establecidos en el Párrafo 1 anterior:

a. La remoción de los suelos contaminados,

b. La aplicación de una cubierta final, considerando:

(1) Las funciones de la cubierta (ej., el control de la infiltración, el control de la erosión y de las escorrentías, y el control de la erosión causada por el viento), y

(2) Las características de la cubierta incluyendo el material, los perfiles finales de la superficie, el espesor, la porosidad y permeabilidad, los declives, la longitud de los declives,

y el tipo de vegetación sobre la cubierta;

c. La recolección y tratamiento de las escorrentías;

d. Las estructuras de diversión para evitar que las escorrentías de agua superficial entren al área tratada; y

e. La monitoría del terreno, la porosidad del terreno ("soil-pore water") y del agua subterránea.

4. En adición, durante el período de mantenimiento de cierre-posterior, el dueño u operador de la facilidad de tratamiento en el terreno deberá:

a. Mantener cualquier sistema de monitoría de la zona no saturada y analizar las muestras de este sistema en la forma y frecuencia especificada en el plan de cierre-posterior;

b. Restringir el acceso a la facilidad según sea apropiado para su uso de cierre-posterior; y

c. Asegurar que el cultivo de cosechas de la cadena alimenticia cumpla con la Sección 819(E).

J. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo.

El desperdicio inflamable o reactivo no deberá ser tratado en el terreno a menos que el desperdicio sea incorporado inmediatamente al terreno a fin de que:

1. El desperdicio, la mezcla, o la disolución de material resultante no caiga ya bajo la definición de desperdicio inflamable o reactivo, y
2. Se cumpla con la Sección 809(B).

K. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible.

No deberá ser colocado en la misma área de tratamiento en el terreno el desperdicio incompatible, o el desperdicio y material incompatible, a menos que se cumpla con la Sección 809(B).

REGLA 820 - FACILIDADES PARA EL TRATAMIENTO QUIMICO, FISICO Y BIOLOGICO

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a los dueños u operadores de facilidades las cuales tratan desperdicios sólidos peligrosos por métodos químicos, físicos o biológicos en otras facilidades que no son tanques, embalses superficiales, y facilidades de tratamiento en el terreno,

excepto según se provee en la Regla 801. El tratamiento químico, físico y biológico de desperdicios sólidos peligrosos en tanques, embalses superficiales, y facilidades de tratamiento en el terreno deberá ser efectuado de acuerdo con otras reglas bajo esta parte.

B. Requisitos Generales.

Todas las facilidades nuevas o existentes las cuales tratan desperdicios sólidos peligrosos por métodos químicos, físicos o biológicos deberán ser localizadas, diseñadas, construídas, y operadas de acuerdo con los requisitos establecidos en las Regla 801 hasta la 811 de este reglamento con los siguientes requisitos mínimos:

1. Los materiales usados en la construcción de la facilidad de tratamiento deberán ser compatibles con el desperdicio sólido peligroso a ser dispuesto y con los agentes químicos o reactivos usados en el proceso de tratamiento.
2. Se efectuará análisis del desperdicio sólido peligroso según sea requerido por la Junta, previo a la selección del método de tratamiento para determinar lo siguiente:

a. Los procesos y procedimientos adecuados para tratar el desperdicio sólido peligroso;
b. Cualquier efecto detrimental a la facilidad o al ambiente;
c. Toda interferencia o disminución de la efectividad del proceso de tratamiento que pueda resultar de los componentes o contaminantes en el desperdicio;
d. Cualquier componente o contaminante en el desperdicio que pueda formar substancias altamente tóxicas con los agentes y reactivos químicos de tratamiento; y
e. Cualquier componente o contaminante en el desperdicio que pueda causar emisión incontrolable de gases o vapores tóxicos durante el tratamiento propuesto.

Este análisis del desperdicio sólido peligroso podrá ser omitido si el dueño u operador demuestra a satisfacción de la Junta que posee información documentada sobre tal desperdicio sólido peligroso que revela que este es similar al desperdicio sólido peligroso previamente tratado en la facilidad bajo condiciones similares de tratamiento requeridos.

3. Se deberán efectuar pruebas de ensayo de cada desperdicio sólido peligroso que es nuevo o significativamente diferente de cualquier desperdicio sólido peligroso previamente tratado en la facilidad para determinar la técnica de tratamiento adecuada, y las condiciones de operación y para evaluar la efectividad del proceso de tratamiento y las consecuencias del tratamiento propuesto.
4. La facilidad deberá tener facilidades adecuadas para el almacenamiento de agentes químicos y reactivos y aquellos equipos de seguridad según sean necesarios para evitar derrames, fuegos, descargas explosivas o descargas incontrolables o derrames o emisiones.
5. Deberá tener facilidades de reserva para el tratamiento o almacenamiento del desperdicio sólido peligroso bajo tratamiento para casos de emergencias, mal funcionamiento de la facilidad o descontinuación del modo de operación.
6. Deberá tener equipo o dispositivos de seguridad tales como válvulas automáticas de seguridad o sistemas de desvio que serán activadas en

casos de emergencias, mal funcionamiento o descontinuación del modo de operación.

7. Los desperdicios sólidos peligrosos o los reactivos de tratamiento no deberán ser dispuestos en el proceso de tratamiento o en el equipo si éstos pueden causar que el proceso de tratamiento o el equipo se deteriore, filtre o corroa, o de otra manera, falle antes del final de su término de vida útil proyectado.

C. Cierre.

Durante el cierre todos los desperdicios sólidos peligrosos, los subproductos y residuos deberán ser removidos de la facilidad y tratados o dispuestos como un desperdicio sólido peligroso a tenor con los requisitos establecidos en este reglamento.

D. Inspección.

El dueño u operador de una facilidad de tratamiento deberá inspeccionar:

1. Diariamente, el control de descarga y el equipo de seguridad.
2. Diariamente, la información obtenida del equipo de monitoría para asegurarse de que el proceso de operación o el equipo está siendo operado de acuerdo con su diseño.

3. Por lo menos semanalmente, los materiales de construcción del proceso de tratamiento o el equipo para detectar corrosión o filtración de las juntas o soldaduras; y
4. Semanalmente, el material de construcción de las estructuras de retención de descargas y el área inmediata que la rodea, para detectar erosión o señales obvias de filtración.

E. Requisitos Especiales para Desperdicio Inflamable o Reactivo.

El desperdicio inflamable o reactivo no deberá ser colocado en un proceso o equipo de tratamiento a menos que:

1. El desperdicio sea tratado disuelto, o mezclado antes o inmediatamente después de ser colocado en el proceso o equipo de tratamiento de manera que:
   a. El desperdicio, la mezcla o disolución del material resultante no caiga ya bajo la definición de inflamable o reactivo; y
   b. Se cumpla con la Sección 809; 0
2. El desperdicio sea tratado en tal forma que el mismo esté protegido de cualquier material o condiciones que puedan causar que el desperdicio se inflame o reaccione.

F. Requisitos Especiales para Desperdicio Incompatible.

1. El desperdicio incompatible o el desperdicio y material incompatible no deberá ser colocado en el mismo proceso o equipo de tratamiento a menos que se haya cumplido con la Sección 809 (B).
2. El desperdicio sólido peligroso no deberá ser colocado en equipo de tratamiento sin lavar el cual previamente retenía un desperdicio o material incompatible, a menos que se haya cumplido con la Sección 809(B).

REGLA 821 - (RESERVADA)

REGLA 822 - INYECCION SUBTERRANEA

No se permite en el Estado Libre Asociado de Puerto Rico la inyección subterránea de desperdicio sólido peligroso por los medios tales como pozos de inyección u otros artefectos.

PARTE IX

PERMISOS PARA CONSTRUIR Y OPERAR FACILIDADES, SERVICIOS Y ACTIVIDADES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS; PLANES DE CUMPLIMIENTOS; DISPENSAS

PART IX - PERMISOS PARA CONSTRUIR Y OPERAR FACILIDADES, SERVICIOS Y ACTIVIDADES PARA DESPERDICIOS SOLIDOS; PLANES DE CUMPLIMIENTOS; DISPENSAS

REGLA 901 - PROPOSITO, ALCANCE Y APLICABILIDAD

Esta parte establece el requisito aplicable a dueños u operadores de determinadas facilidades y servicios de desperdicios sólidos de obtener un permiso como condición previa a su derecho de dedicarse a dichas actividades de desperdicios sólidos. Establece además los procedimientos administrativos mediante los cuales se otorgarán tales permisos.

REGLA 902 - PERMISOS PARA CONSTRUIR FACILIDADES NUEVAS O MODIFICADAS PARA DESPERDICIOS SOLIDOS

A. Requisitos de Permiso.

Ninguna persona podrá construir o causar la construcción de una facilidad para desperdicio sólido nueva o modificada sin antes obtener un permiso de construcción de la Junta.

B. Solicitud de Permiso.

1. Toda solicitud de permiso para construir una facilidad nueva o modificada para desperdicio sólido deberá ser radicada en formulario suministrados

por la Junta, y deberá estar completa y firmada por el dueño u operador o en el caso de una corporación, por el Presidente de la corporación, o por el Vicepresidente responsable directamente al Presidente, por el oficial corporativo de más alto rango con oficinas en Puerto Rico, por un representante debidamente autorizado que presente documentos de delegación; o en el caso de municipalidades y otras entidades no corporativas, por un oficial de responsabilidad equivalente.

2. La firma constituirá que el solicitante está de acuerdo en asumir la responsabilidad de la construcción y operación de la facilidad, en conformidad con todas las reglas y reglamentos aplicables.

3. Toda persona que firme una solicitud de permiso para construir una facilidad para desperdicio sólido nueva o modificada deberá hacer la siguiente certificación:

"Certifico bajo pena de ley que he examinado personalmente y que estoy familiarizado con la información que se suministra en este documento y en todos los anejos y que a base de las indagaciones que he efectuado sobre el carácter de las personas directamente responsables de obtener dicha información, creo que la información es verídica, precisa y completa. Estoy consciente de que existen graves penalidades por el delito de suministrar información falsa, las cuales incluyen multas y cárcel".

C. Requisitos de Información.

1. Cada solicitud de permiso deberá incluir la siguiente información:

   a. Una descripción de las actividades que realizará el solicitante.

   b. El nombre, dirección y ubicación (incluyendo latitud y longitud) de la facilidad para la cual se radica la solicitud.

   c. Cuatro encasillados de codificación ("SIC") que provean la mejor idea posible de los principales productos y servicios que proveerá la facilidad.

   d. El nombre, dirección y telefóno del operador, su status como propietario, y su status como entidad pública, privada o de otra índole.

   e. Una descripción del status de la facilidad, incluyendo información sobre si la facilidad es nueva o si es una facilidad existente en proceso de modificación, y si la solicitud es nueva o es una que ha sido revisada.

   f. Una evidencia de todos los permisos aplicables o aprobaciones para construir que se hayan recibido o solicitado bajo cualquiera de los siguientes programas:

(1) El Programa NPDES bajo la Ley Federal de Agua Limpia, según enmendada.

(2) El Programa de Prevención de Deterioro Significativo (Prevention of Significant Deterioration) bajo la Ley Federal de Aire Limpio, según enmendada.

(3) Programa de No-Logro (Non-attainment Program) bajo la Ley Federal de Aire Limpio, según enmendada.

(4) Aprobación de pre-construcción relativa a las Normas Nacionales de Emisión para Contaminantes Peligrosos del Aire ("National Emission Standards for Hazardous Air Pollutants - NESHAPS"), bajo la Ley Federal de Aire Limpio, según enmendada.

(5) Programa para descargar en los océanos bajo la Ley Federal de Protección, Investigación y Santuarios Marinos ("Marine Protection, Research, and Santuary Act").

(6) Programa para Dragado y Relleno bajo la Sección 404 de la Ley Federal de Agua Limpia, según enmendada.

(7) Cualquier otro Programa, inclusive permisos de construcciones municipales y estatales.

g. Una descripción de los procesos que se usarán para tratar, almacenar y disponer del desperdicio sólido y de la capacidad de diseño relativa a estos procesos.

2. Toda solicitud deberá incluir un mapa o fotografía aéra que muestre el uso y zonificación del terreno hasta una milla desde la facilidad. Dicho mapa o fotografía aérea deberá ser de una escala y un detalle suficiente para mostrar las viviendas, edificios, pozos, corrientes de agua, cauces secos, rocas al descubierto, carreteras y caminos; y deberá mostrar con claridad la topografía del área.

3. Toda solicitud deberá incluir los planos detallados y las especificaciones de la facilidad. Los planos y las especificaciones deberán estar certificados por un ingeniero con licencia para practicar su profesión en Puerto Rico. Deberán radicarse en triplicado, y deberán incluir un plano de terreno dibujado a una escala no mayor de una (1) pulgada por cada 200 pies (1" = 200'), que indique las dimensiones, elevaciones y la disposición de las dependencias de la facilidad.

El plano del terreno deberá incluir además información geológica específica sobre el nivel y dirección de las corrientes de agua subterránea. Esta información deberá obtenerse mediante performaciones de sondeo en el subsuelo y otros métodos apropiados.

4. Toda solicitud deberá incluir una copia del plan de operación requerido en las Reglas 206 y 402 y por la Sección 803(E).
5. Toda solicitud deberá incluir una copia de la resolución de la Junta de Planificación del Estado Libre Asociado de Puerto Rico donde se aprueba la ubicación de la facilidad.
6. Toda solicitud de permiso para construir un incinerador o una facilidad de tratamiento termal para desperdicio sólido nuevo o modificado, deberá incluir la información adicional siguiente:
   a. Un informe de ingeniería que incluya los criterios para el diseño del horno y los niveles de funcionamiento que se anticipan.
   b. Información que establezca la probabilidad de cumplimiento con las normas de la Parte VIII.

c. Información sobre el re-uso o disposición final de los residuos generados por el incinerador o la facilidad de tratamiento termal.

d. Cualquier información adicional que la Junta pueda requerir.

7. Toda solicitud de permiso para construir una facilidad nueva o modificada de tratamiento químico, físico o biológico para desperdicio sólido deberá incluir la siguiente información adicional:

a. Un informe de ingeniería que incluya criterios para el diseño del tratamiento y los datos de funcionamiento que se anticipan.

b. Información sobre el cumplimiento con las normas establecidas en la Parte VIII.

c. Cualquier información adicional que la Junta pueda requerir.

8. Todo solicitante deberá mantener un registro de los datos utilizados para cumplimentar la solicitud de permiso, y de cualquier otra información adicional suministrada, por un período mínimo de tres (3) años a partir de la fecha en que se firmó la solicitud.

9. Si alguna de la información requerida por esta Regla ha sido suministrada a la APA en la Parte A

o B de una solicitud de permiso de la APA, tal información podrá suministrársela a la Junta mediante una copia de la solicitud de permiso de la APA.

D. Requisitos de Información Adicional Relativos a Facilidades de Desperdicios Sólidos Peligrosos.

Si la facilidad nueva o modificada para desperdicio sólido ha de manejar desperdicio sólido peligroso, la solicitud de permiso deberá incluir la siguiente información adicional:

1. Una descripción general del desperdicio sólido peligroso que la facilidad ha de manejar incluyendo un estimado de la cantidad del desperdicio que manejará y una descripción de los procesos que serán utilizados para manejar esos desperdicios y de sus capacidades de diseño.
2. Un análisis físico y químico del desperdicio sólido peligroso que ha de ser manejado en la facilidad. Como mínimo, este análisis deberá incluir toda la información necesaria para poder tratar, almacenar, o disponer de los desperdicios conforme a los requisitos de este reglamento.
3. Una copia de los procedimientos de análisis de los desperdicios y del plan de monitoría de agua subterránea que se requieren en la Parte VIII.

4. Una descripción de los métodos de seguridad y protección y del equipo correspondiente, según se requiere en la Parte VIII de este reglamento.
5. Una copia de los procedimientos de inspección general y del plan de cierre, según se requieren en la Parte VIII.
6. Una descripción de los procedimientos que se proyecta establecer para satisfacer los requisitos de prevención y de aprestamiento, según la Parte VIII.
7. Una copia de los procedimientos de emergencia que requiere la Parte VIII.
8. Una descripción de los procedimientos, estructuras o equipo que se usará en la facilidad para:
   a. Evitar la reacción incontrolable de desperdicios incompatibles;
   b. Evitar riesgos en las operaciones de descarga;
   c. Evitar escorrentías desde las áreas de manejo del desperdicio sólido peligroso, y evitar inundaciones;
   d. Evitar la contaminación de agua subterránea;
   e. Mitigar los efectos de fallas en el equipo y de apagones en el suministro de energía eléctrica;

f. Evitar la exposición indebida del personal al desperdicio sólido peligroso; y

g. Evitar problemas de tránsito y riesgos en las carreteras.

Si cualquier información requerida en esta regla ha sido suministrada a la APA en la Parte A o Parte B de una solicitud de permiso de la APA, tal información podrá ser suministrada a la Junta mediante una copia de la solicitud de permiso de la APA.

E. Normas para Conceder Permisos de Construcción.

No se otorgará permiso para construir una facilidad nueva o modificada a menos que el solicitante demuestre a satisfacción de la Junta que:

1. La facilidad para desperdicio sólidos estará capacitada para operar en cumplimiento con todas las reglas y reglamentos aplicables;
2. El solicitante posee una resolución válida de la Junta de Planificación del Estado Libre Asociado aprobando la ubicación de la facilidad;
3. La facilidad para desperdicio sólido propuesta ha cumplido con la Sección 4(c) de la Ley de Política Pública Ambiental de Puerto Rico, según enmendada, y con las reglas y reglamentos aprobados por la Junta para implementar esta sección;

4. El solicitante posee una certificación del Departamento de Salud de Puerto Rico de que la construcción nueva o modificada no representa un riesgo para la salud o seguridad pública.

F. Condiciones en los Permisos.

La Junta deberá imponer en los permisos otorgados bajo este reglamento, los términos y condiciones que se enumeran a continuación, con las cuales estará de acuerdo el solicitante al aceptar el permiso y de cuyos términos y condiciones podrá ser relevado sólo por la concesión de un permiso de emergencia:

1. El poseedor de un permiso cumplirá con todas las condiciones del permiso, y el no-cumplimiento constituirá una violación a este reglamento y podrá conllevar acciones para obligarlo a cumplir.
2. El permiso podrá ser modificado, revocado o vuelto a expedir por la Junta a causa de o por solicitud del poseedor del permiso, pero ninguna solicitud para cambiar un permiso significará una suspensión de sus requisitos.
3. El poseedor del permiso proveerá a la Junta, dentro de un tiempo razonable, cualquier información que la Junta pueda solicitar para determinar si existe causa para modificar, revocar o volver a expedir

un permiso o para determinar si se está cumpliendo con los términos de un permiso.

4. El poseedor del permiso permitirá que la Junta o su representante autorizado entre a la facilidad a inspeccionar su construcción y a verificar si está cumpliendo con el reglamento y con el permiso de construcción.
5. El poseedor del permiso notificará a la Junta, tan pronto le sea posible, sobre cualquier cambio físico, alteración o adición que planee hacer a la construcción permitida.
6. La concesión del permiso no conllevará ninguna clase de derechos de propiedad o de privilegios exclusivos.
7. El poseedor del permiso no empezará a operar hasta tanto no haya recibido un permiso bajo la Regla 903 y hasta tanto se haya sometido a la Junta una certificación de terminación suscrita por un ingeniero con licencia para ejercer su profesión en Puerto Rico, en la cual se declare que la facilidad ha sido construída en conformidad con el permiso de construcción.
8. Si el poseedor del permiso advierte haber sometido alguna información incorrecta lo notificará a la Junta y proveerá la información correcta y completa.

G. Condiciones Adicionales Sobre los Permisos.

En adición a las condiciones que se establecen en la Sección F de este regla, la Junta podrá imponer cualesquiera condiciones adicionales que estime necesarias para garantizar el cumplimiento con los requisitos aplicables de este reglamento.

H. Revisión de Un Permiso.

Cualquier revisión a las condiciones bajo las cuales se otorgó un permiso para construir deberá ser aprobada por la Junta antes de que se radique la solicitud de permiso para operar.

I. Expiración de un Permiso.

1. Todo permiso para construir expirará automáticamente un (1) año después de la fecha de su otorgación, a menos que se haya dado comienzo a la construcción.
2. Todo permiso para construir podrá ser renovado, a discresión de la Junta, de acuerdo con los términos y condiciones que en él se establezcan.

J. Permiso por Regla ("Permit by Rule").

Se considerará que las facilidades para desperdicios sólidos nuevas o modificadas que se enumeran a continuación tienen un permiso si cumplen con las condiciones que se señalan más adelante:

1. El dueño u operador de una barcaza u otra embarcación que acepte desperdicio sólido peligroso para disponerlo en el océano, si el dueño u operador:
   a. Tiene un permiso para descargar en el océano expedido bajo el Código de Reglamentos Federales 40 Parte 220 (descargas a los océanos autorizadas por la Ley Federal de Protección Investigación y Santuarios Marinos, según enmendada);
   b. Cumple con las condiciones de tal permiso; y
   c. Cumple con los requisitos de este reglamento relativos a obtener un número de identificación, usar el sistema de manifiesto, informar discrepancias con el manifiesto, mantener un registro de las operaciones, someter un informe anual, y someter un informe sobre desperdicios no manifestados.
2. El dueño u operador de una Planta de Tratamiento de Propiedad del Gobierno que acepte desperdicio sólido peligroso a través de su sistema de recolección de aguas usadas, si el dueño u operador:

a. Tiene un permiso NPDES

b. Cumple con las condiciones de tal permiso;

c. Si el desperdicio cumple con los requisitos de pre-tratamiento federales y estatales; y

d. Cumple con los requisitos de este reglamento para obtener un número de identificación, usar el sistema de manifiesto, informar las discrepancias en el manifiesto, mantener registros de operación, someter informe anual y someter informes de desperdicios no manifestados.

K. Exclusiones Específicas.

Las siguientes facilidades no tendrán que obtener un permiso de construcción:

1. Las facilidades utilizadas por generadores para acumular desperdicio sólido peligroso en el predio de origen por menos de noventa (90) días, según se dispone en la Parte VII.
2. Las facilidades utilizadas por agriculturos para disponer de residuos peligrosos de pesticidas resultantes de su propio uso, según se dispone en la Parte VII.

3. Facilidades de tratamiento totalmente encerradas.
4. Facilidades de tratamiento de desperdicios líquidos y unidades elementales de neutralización.

REGLA 903 - PERMISO PARA OPERAR UNA FACILIDAD PARA DESPERDICIOS SOLIDOS

A. Permiso Requerido.

1. Pasados diez y ocho (18) meses de la fecha de vigencia de este reglamento (ej., 13 de mayo de 1982) ninguna persona podrá operar o causar la operación de una facilidad existente para desperdicio sólido sin antes haber solicitado a la Junta un permiso para operar.
2. Ninguna persona podrá operar o causar la operación de una facilidad de desperdicio sólido nueva o modificada sin antes haber obtenido un permiso para operarla de parte de la Junta.
3. Ninguna persona podrá operar o causar la operación de una facilidad de desperdicio sólido si la Junta deniega, suspende o revoca el permiso de construcción o el permiso de operación.

B. Solicitudes.

Las solicitudes de permiso para operar una facilidad para desperdicio sólido deberán hacerse en la misma

manera que las solicitudes de permiso para construir a tenor con la Sección 902.

Si el permiso es para operar una facilidad nueva o modificada; deberá radicarse ante la Junta por lo menos sesenta (60) días antes de iniciar las operaciones.

C. Requisitos de Información.

Las solicitudes de permiso de operación de una facilidad para desperdicio sólido deberán incluir toda la información que requiere la Regla 902(C) relativa al permiso para construir una facilidad para desperdicio sólido y también deberá incluir además la siguiente información adicional:

1. Toda solicitud de permiso para operar una facilidad nueva o modificada para desperdicio sólido deberá incluir copia de un permiso válido para construir.
2. Toda solicitud de permiso para operar una facilidad existente de desperdicio sólido deberá incluir un plan de cumplimiento propuesto según se explica en la Regla 908.

Si alguna de la información requerida por esta Regla ha sido suministrada a la APA en la Parte A o Parte B de una solicitud de permiso de la APA, tal información podrá ser suministrada a la Junta mediante una

copia de la solicitud de permiso de la APA.

D. Requisitos de Información Adicional Relativos a Facilidades de Desperdicios Sólidos Peligrosos.

Toda solicitud de permiso para operar una facilidad para desperdicio sólido peligroso deberá incluir toda la información adicional que requiere la Sección 902(D) relativa al permiso para construir una facilidad para desperdicio sólido peligroso. Si alguna de esta información ha sido suministrada a la APA en una solicitud de permiso de la APA, tal información podrá ser suministrada a la Junta mediante una copia de la solicitud de permiso.

E. Normas para Conceder Permisos de Operación.

No se concederá permiso para operar a menos que el solicitante demuestre a satisfacción de la Junta que:

1. La facilidad está y puede permanecer en cumplimiento con todos los requisitos de este reglamento, o en conformidad con un plan de cumplimiento aprobado.
2. Si la facilidad es una facilidad para desperdicio sólido nueva o modificada, que cumple también con los términos de un permiso válido de construcción y que un certificado de terminación ha sido o será sometido según lo requerido en el Párrafo 902(F)(7).

F. Condiciones sobre los Permisos para Operación.

Las términos y condiciones impuestos por la Junta a los permisos para construir facilidades nuevas o modificadas para desperdicios sólidos a tenor con la Sección 902(F) serán impuestos asi mismo a los permisos para operar facilidades para desperdicios sólidos, con los requisitos de operación para construir interpretados como requisitos para operar. En adición, la Junta impondrá también las siguientes condiciones a los permisos para operar facilidades para desperdicios sólidos:

1. El poseedor del permiso para operar deberá mantener un programa de monitoría de acuerdo con los requisitos de este reglamento, que incluya el obtener muestras representativas, el mantener un registro completo de toda la monitoría, retener (a excepción de los dispuesto más adelante) los records de monitoría por un período de tres (3) años, y someter informes de monitoría según requeridos por este reglamento. Los records de monitoría de agua subterránea deberán mantenerse durante la vida útil de la facilidad, y, en el caso de facilidades de desperdicios sólidos peligrosos, durante el período de mantenimiento de cierre posterior.

2. La necesidad de suspender o disminuir cualquier actividad permitida en la facilidad no podrá alegarse como defensa contra acciones que puedan llevarse para obligar a cumplir con las condiciones del permiso o con este reglamento.
3. El poseedor del permiso tomará medidas razonables para mitigar cualesquiera impactos sobre la salud o el ambiente que puedan resultar del no-cumplimiento.
4. El poseedor del permiso deberá en todo momento operar adecuadamente y brindarle el debido mantenimiento a la facilidad y a los sistemas de tratamiento y de control.
5. El poseedor del permiso solicitará un permiso nuevo si desea continuar con las actividades reglamentadas en el permiso después que éste expire.
6. El poseedor del permiso firmará y certificará todos los datos e informes que suministre a la Junta.
7. El permiso no será transferido sin antes notificar a la Junta, y sin darle a la Junta la oportunidad de cambiarlo o revocarlo.
8. El poseedor del permiso informará a la Junta sobre el adelanto logrado en cumplir con los incrementos de progreso estipulados en cualquier plan de cumplimiento.

9. El poseedor del permiso preparará correcta y expeditamente todos los informes que requiere este reglamento, o que requiere el permiso, y los someterá a tiempo a la Junta, incluyendo los informes sobre discrepancias en los manifiestos y sobre desperdicios no manifestados, y los informes anuales sobre las operaciones de la facilidad, cuando sean requeridos.

10. El poseedor del permiso informará verbalmente cualquier caso de no-cumplimiento que pueda presentar riesgo a la salud o al ambiente dentro de un término de 24 horas de percatarse del caso, y someterá un informe escrito sobre el mismo dentro de cinco (5) días. Los informes verbales y escritos explicarán la naturaleza del no-cumplimiento, sus causas, su duración o duración estimada en caso que continúe, y las medidas que se están tomando para mitigar cualquier perjuicio a la salud humana o al ambiente, y para evitar que vuelvan a ocurrir violaciones similares.

G. Condiciones Adicionales sobre el Permiso.

En adición a las condiciones que se establecen en la Sección F, la Junta podrá imponer cualesquiera condiciones adicionales que estime necesarias para garantizar el cumplimiento con los requisitos aplicables de este reglamento, inclusive condiciones

relativas a la duración del permiso y a normas específicas requeridas por este reglamento.

H. Pruebas de Funcionamiento.

La Junta podrá requerir que el solicitante realice pruebas de funcionamiento, de su propio pecunio, según los métodos aprobados por la Junta. La Junta podrá supervisar tales pruebas y realizar sus propias pruebas de funcionamiento.

I. Período de Validez.

Todo permiso para operar una facilidad de desperdicio sólido será válida por un período no menor de cinco (5) años ni mayor de diez (10) años.

J. Renovación de un Permiso para Operar.

1. Por lo menos sesenta (60) días antes de la fecha de expiración de un permiso para operar, el dueño u operador de la facilidad deberá radicar una solicitud de renovación del permiso de operación de tal facilidad.
2. Las solicitudes de renovación de permiso de operación deberán ir acompañados de documentos que certifiquen lo siguiente:

a. Que las condiciones de operación que se describen en la solicitud de renovación reflejan con exactitud las condiciones prevalecientes en la facilidad; y

b. Que el cargo por permiso, según estipulado en la Parte X, ha sido pagado.

K. Permiso por Regla (Permit by Rule)

Se considerará que las facilidades que se describen en la Sección 902(J) tienen permiso para operar si cumplen con las condiciones que allí se estipulan.

L. Exclusiones Específicas

Las facilidades que se identifican en la Sección 902 (K) no vienen obligadas a obtener un permiso de operación.

REGLA 904 - PERMISO PARA OPERAR SERVICIOS DE TRANSPORTACION DE DESPERDICIOS SOLIDOS PELIGROSOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a dueños y operadores de servicio de transportación de desperdicio sólido peligroso. La misma no aplica a servicio de recolección de desperdicio sólido no peligroso reglamentado bajo la Regla 905 de esta parte.

B. Requisito de Permiso

1. Ninguna persona podrá operar un servicio existente de transportación de desperdicio sólido peligroso dentro del Estado Libre Asociado de Puerto Rico si no ha solicitado un permiso para transportar tales desperdicios dentro del término de seis (6) meses de la fecha de vigencia de este reglamento.
2. Ninguna persona podrá operar un servicio nuevo de transportación de desperdicio sólido peligroso sin haber obtenido un permiso para ello.
3. Ninguna persona podrá operar un servicio para la transportación de desperdicio sólido peligroso dentro del Estado Libre Asociado de Puerto Rico si la Junta deniega, suspende o revoca su permiso para transportar tales desperdicios.
4. Los generadores que transporten sus propios desperdicios sólidos peligrosos a facilidades dentro de su localización están exentos de esta regla. Los generadores que transporten sus propios desperdicios sólido peligrosos fuera de su localización estarán operando un servicio de transportación de desperdicio sólido peligroso.

C. Solicitudes.

1. Las solicitudes de permiso para operar un servicio de transportación de desperdicio sólido peligroso serán completadas por el dueño u operador de tal servicio en formularios suministrados por la Junta.
2. Toda solicitud de un permiso para operar un servicio de transportación de desperdicio sólido peligroso deberá ser firmada por el dueño u operador del servicio. Su firma significará que el solicitante está de acuerdo en asumir la responsabilidad de la operación del servicio en conformidad con las leyes y reglamentos aplicables.
3. Toda solicitud deberá incluir un plan de operación detallado (incluyendo los procedimientos de emergencia) que especifique las facilidades, vehículos, equipo y personal que se hará disponible, y los procedimientos que se seguirán para cumplir con las reglas y reglamentos aplicables. El plan deberá incluir además:
   a. Los generadores a quienes se les dará servicio y los puntos donde se recogerá el desperdicio sólido peligroso.
   b. El tipo y la cantidad del desperdicio sólido peligroso que se anticipa recolectar, y

c. Cualquier otro dato o información que pueda ser solicitado por la Junta.

4. Toda solicitud de permiso para operar un servicio existente de transportación de desperdicio sólido peligroso deberá incluir un plan de cumplimiento, según se dispone en la Regla 908.

D. Normas para la Concesión de Permisos para Operar.

No se concederá un permiso para operar a menos que el solicitante demuestre a satisfacción de la Junta que el servicio podrá operar en cumplimiento con las reglas y reglamentos aplicables.

REGLA 905 - PERMISO PARA OPERAR SERVICIOS DE RECOLECCION DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO-PELIGROSOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica a la recolección de desperdicio sólido no peligroso. La misma no aplica a la transportación de desperdicio sólido peligroso reglamentada bajo la Regla 904 de esta parte.

B. Requisito de Permiso.

1. Pasados seis (6) meses de la fecha de vigencia de este reglamento, ninguna persona podrá operar o

causar la operación de un servicio existente de recolección de desperdicio sólido no-peligroso si no ha solicitado un permiso para ello a la Junta.

2. Ninguna persona podrá operar o causar la operación de un servicio nuevo de recolección de desperdicio sólido no-peligroso sin antes haber obtenido un permiso para ello de parte de la Junta.
3. Ninguna persona podrá operar o causar la operación de un servicio de recolección de desperdicio sólido no-peligroso si la Junta le deniega, suspende, o revoca el permiso para operar el servicio de recolección para desperdicio sólido no-peligroso.

C. Solicitudes.

1. Las solicitudes de permiso para operar un servicio de recolección de desperdicio sólido no-peligroso deberán ser completadas por el dueño u operador del mismo en formularios suministrador por la Junta.
2. Toda solicitud de permiso para operar un servicio de recolección de desperdicio sólido no-peligroso deberá ser firmada por el dueño u operador del mismo. Su firma significará que el solicitante está de acuerdo en asumir la responsabilidad de

la operación del servicio en conformidad con las leyes y reglamentos aplicables.

3. Toda solicitud deberá incluir un plan de operación detallado (incluyendo los procedimientos de emergencia) que especifique las facilidades, vehículos, equipo y personal que se hará disponible, y el procedimiento que se ha de seguir para cumplir con las reglas y reglamentos aplicables. El plan deberá indicar además lo siguiente:
   a. La población y el área que se va a servir, y los puntos de recolección del desperdicio sólido no-peligroso.
   b. El tipo y la cantidad del desperdicio sólido no-peligroso que se anticipa recoger.
   c. La frecuencia de la recolección.
   d. Facilidades de trasbordo que serán operadas.
   e. Cualquier otro dato o información que pueda ser solicitado por la Junta.
4. Toda solicitud de permiso para operar un servicio existente de recolección de desperdicio sólido no-peligroso deberá incluir un plan inicial de cumplimiento, según lo dispone la Regla 908.

D. Normas para Conceder Permisos para Operar.

No se concederá un permiso para operar a menos que el solicitante demuestre a satisfacción de la Junta que el servicio podrá operar en cumplimiento con las leyes y reglamentos aplicables.

REGLA 906 - PERMISO PARA OPERAR UNA ACTIVIDAD GENERADORA DE DESPERDICIOS SOLIDOS NO-PELIGROSOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla aplica solo a actividades generadoras de desperdicios sólidos no-peligrosos. La misma no aplica a generadores de desperdicios sólidos peligrosos, excepto hasta el punto en que los mismos sean una actividad generadora de desperdicios sólidos no-peligrosos.

B. Requisito de Permiso.

Ninguna persona podrá causar o permitir una actividad generadora de desperdicio sólido no-peligroso sin antes obtener un permiso de la Junta.

Allí donde una actividad genere una cantidad significativa de desperdicio sólido no-peligroso en diferentes localidades, se requerirá un permiso por separado para cada localidad donde se efectúe dicha actividad.

C. Solicitudes.

1. Las solicitudes de permiso para operar actividad generadora de desperdicio sólido no-peligroso deberán ser cumplimentadas por el dueño u operador de la actividad en formularios suministrados por la Junta.

2. Toda solicitud de permiso para operar una actividad generadora de desperdicio sólido no-peligroso deberá ser firmada por el dueño u operador de la actividad. Su firma significará que el solicitante está de acuerdo en asumir la responsabilidad de la operación de la actividad en conformidad con las leyes y reglamentos aplicables.

3. Toda solicitud deberá incluir un plan de operación detallado (incluyendo los procedimientos de emergencia) que especifique las facilidades, equipos y personal que se hará disponible, y el procedimiento que se ha de seguir para cumplir con las leyes y reglamentos aplicables. El plan deberá indicar además lo siguiente:

   a. El área donde se llevará a cabo la actividad;

   b. El tipo y la cantidad del desperdicio sólido no-peligroso que se anticipa;

   c. El procedimiento y equipo que se tendrá disponible para la recolección y almacenamiento del desperdicio sólido no-peligroso;

d. Los procedimientos de disposición final del desperdicio sólido no-peligroso generado y el lugar o lugares donde éste será dispuesto; y

e. Cualquier otro dato o información adicional que la Junta pueda solicitar.

D. Normas para Conceder los Permisos para Operar.

No se concederá un permiso para operar una actividad generadora de desperdicio sólido no-peligroso a menos que el solicitante demuestre a satisfacción de la Junta que la actividad se llevará a cabo en conformidad con las leyes y reglamentos aplicables.

REGLA 907 - RESPONSABILIDAD CONTINUA DE CUMPLIMIENTO

El poseer un permiso para establecer u operar una facilidad de desperdicio sólido, un servicio de recolección o transportación, o una actividad generadora de desperdicio sólido no relevará al poseedor del permiso de la responsabilidad de cumplir con este reglamento.

La solicitud para un plan de cumplimiento inicial bajo la Regla 908 o la posición de un plan de cumplimiento inicial bajo la Regla 908 o una dispensa bajo la Regla 909 ó 910, sin embargo, provee alivio de los requisitos cubiertos por este reglamento, pero solo hasta el punto de que los requisitos están específicamente indicados en el plan de cumplimiento inicial o en la

dispensa. Ni los permisos para construir u operar ni los planes de cumplimiento inicial o las dispensas releva, sin embargo, a persona alguna de la responsabilidad de cumplir con requisitos nuevos o adicionales establecidos por revisiones a este reglamento.

REGLA 908 - PLANES INICIALES DE CUMPLIMIENTO PARA FACILIDADES Y SERVICIOS DE RECOLECCION Y TRANSPORTACION EXISTENTES Y PLANES DE CUMPLIMIENTO DE EJECUCION POR VIOLACIONES DE CUALQUIER REQUISITO DE ESTE REGLAMENTO

A. Aplicabilidad.

Los planes de cumplimiento son principalmente aplicables a facilidades y servicios de recolección y transportación de desperdicios sólidos que no han logrado cumplimiento inicial con uno o más requisitos (descritos más adelante) para lo cual están disponibles los planes iniciales de cumplimiento. Estos planes se declaran planes iniciales de cumplimiento. Los planes de cumplimiento son también aplicables a cualquier facilidad o servicio de recolección o transportación o actividad generadora de desperdicio sólido que se determine que está en violación de cualquier requisito de este reglamento. Tales planes se declaran planes de cumplimiento de ejecución. Los mismos se utilizan para establecer un itinerario para

lograr cumplimiento de los requisitos que se están violando. Los mismos, sin embargo, no limitan a la Junta de imponer otras sanciones o de requerir otros remedios con respecto a tales violaciones.

Los planes iniciales de cumplimiento son solamente aplicables a los requisitos en este reglamento que no pueden ser satisfechos sin hacer gastos de capital significativos.

Los planes iniciales de cumplimiento no aplican específicamente a las prohibiciones genéricas de la Parte III de este reglamento o a los siguientes requisitos relativos a desperdicio sólido peligroso:

1. Identificación y listado del desperdicio sólido peligroso;
2. Requisitos especiales aplicables a todos los que manejan desperdicios sólidos peligrosos relativos a:
   a. Mantenimiento de registros e informes; y
   b. Uso del sistema de manifiesto.
3. Los requisitos especiales relativos a generadores de desperdicios sólidos peligrosos:
   a. Acumulación por corto tiempo del desperdicio sólido peligroso previo a su embarque; y
   b. Embarques internacionales.

4. Los requisitos especiales para transportadores de desperdicios sólidos peligrosos relativos a descargas de desperdicios sólidos peligrosos.
5. Los requisitos especiales para facilidades de tratamiento, almacenamiento, y disposición relativos a:
   a. Preparación para y prevención de descargas de desperdicios sólidos peligrosos y planes de contingencia y procedimientos de emergencia para responder a tales descargas;
   b. Cierre y cierre-posterior;
   c. Monitoría de agua subterránea;
   d. Seguridad para prevenir acceso desconocido o no autorizado;
   e. Adiestramiento del personal; y
   f. Inspección y monitoría; y
   g. Cualquier otro requisito análogo a las normas para facilidades establecidas en el reglamento de la APA, Código de Reglamentos Federales 40, Parte 265.

B. Planes Iniciales de Cumplimiento.

Pasados diez y ocho (18) meses de la fecha de vigencia de este reglamento (ej., 13 de mayo de 1982), ninguna persona podrá tener u operar o causar la operación de

una facilidad existente de desperdicio sólido, de un servicio de transportación existente de desperdicio sólido peligroso, o de un servicio existente de recolección de desperdicio sólido no-peligroso en violación de cualquier requisito al cual son aplicables los planes iniciales de cumplimiento, a menos que el dueño u operador de tal facilidad o servicio haya:

1. Radicado a tiempo una solicitud completa de permiso de operación y un plan inicial de cumplimiento para lograr ese requisito, o
2. Esté operando de acuerdo con un plan inicial de cumplimiento para lograr ese requisito que haya sido aprobado por la Junta.

C. Planes Iniciales de Cumplimiento y Planes de Cumplimiento de Ejecución.

1. Toda facilidad de desperdicio sólido, o servicio de transportación o recolección existente que a los diez y ocho (18) meses de la fecha de vigencia de este reglamento no esté en cumplimiento con este reglamento deberá haber radicado un plan inicial de cumplimiento propuesto con su solicitud de permiso para operar a la Junta.

2. Los planes de cumplimiento de ejecución propuestos podrán ser radicados por el dueño u operador de una facilidad de desperdicios sólidos o de una actividad generadora o de un servicio de transportación de desperdicio sólido peligroso o un servicio de recolección de desperdicio sólido no-peligroso contra el cual se ha radicado una acción compulsoria y al cual se le ha concedido un período mínimo de noventa (90) días para lograr el cumplimiento.

D. Contenido del Plan de Cumplimiento Propuesto.

Todo plan de cumplimiento sometido ante la Junta deberá cumplir con los siguiente requisitos:

1. El plan de cumplimiento propuesto establecerá incrementos de progreso específicos y fechas específicas en los cuales los incrementos de progreso serán logrados.
2. Si el propuesto plan de cumplimiento tiene un itinerario de cumplimiento que se extiende más de un (1) año después de la fecha en que sometió la solicitud de permiso, dicho itinerario establecerá requisitos interinos y las fechas para su logro.

3. El plan de cumplimiento propuesto establecerá límites para lograr el cumplimiento final con cada requisito que esté en violación. La fecha de cumplimiento final deberá ser la fecha más expedita que pueda lograrse.
4. El plan de cumplimiento propuesto establecerá además el requisito de presentar informes mediante los cuales el poseedor del permiso notificará a la Junta por escrito sobre su cumplimiento con los requisitos interinos del plan, con los incrementos de progreso y con las fechas de cumplimiento finales. No se concederán más de catorce (14) días para informar sobre el status de cualquiera de estos requisitos.
5. Cada plan de cumplimiento propuesto deberá ser firmado por el dueño u operador de la facilidad de desperdicio sólido o actividad generadora o servicio de transportación o recolección.

E. Conferencia Pre-Solicitud.

Antes de someter para aprobación un plan de cumplimiento propuesto, el solicitante, o su representante autorizado deberá primero conferenciar personalmente con la Junta o su oficialidad.

F. Normas para Otorgar Planes de Cumplimiento.

La Junta no aprobará ningún plan de cumplimiento a menos que el solicitante establezca lo siguiente a satisfacción de la Junta:

1. El plan no evitará el logro de los propósitos y metas de la Ley Número 9 del 1970, según enmendada.
2. El plan provee para cumplimiento inicial tan rápido como sea práctico.
3. El plan provee para incrementos de progreso y requisitos interinos que provean la protección máxima posible de la salud y del ambiente.

REGLA 909 - DISPENSAS

A. Autorización de una Dispensa.

La Junta podrá conceder una dispensa de los requisitos substantivos de este reglamento, pero sólo en conformidad con esta regla.

B. Conferencia Pre-Solicitud.

Antes de radicar una solicitud de dispensa el solicitante o su representante autorizado deberá conferenciar en persona con la Junta o un miembro de su oficialidad.

C. Solicitudes.

Cada solicitud de dispensa deberá incluir lo siguiente:

1. Si la dispensa propuesta se refiere a una facilidad nueva de desperdicio sólido o a un servicio nuevo de transportación o recolección, la solicitud de dispensa deberá incluir copia de la solicitud del permiso para construir la facilidad propuesta o para operar el servicio propuesto.
2. Si la dispensa propuesta se refiere a una facilidad existente de desperdicio sólido o a un servicio existente de transportación o recolección, la solicitud de dispensa deberá incluir una copia de la solicitud de un permiso de operación y de la solicitud de aprobación de un plan de cumplimiento propuesto.
3. Una descripción de la regla o reglamentación de la cual se solicita dispensa, planteando claramente la naturaleza y alcance de la dispensa que se propone.
4. Las razones que fundamentan la dispensa deberán exponerse con claridad, y deberán incluir una explicación de la razón por la cual no será posible el cumplimiento.
5. Una explicación de todos los impactos adversos a la salud humana o al ambiente.

6. Una descripción de todas las medidas interinas de control que tomará la facilidad.
7. Una descripción de todas las acciones que ha tomado el poseedor del permiso para eliminar las condiciones que hacen necesario solicitar una dispensa.
8. Una certificación de que se ha depositado el pago del cargo de radicación de la dispensa, según requerido por la Parte X.
9. Cualquier otra información que la Junta considere necesaria para hacer una determinación en relación con la solicitud de dispensa.

D. Normas para Conceder Dispensas.

No se concederá dispensa alguna a menos que el solicitante demuestre lo siguiente a satisfacción de la Junta:

1. La dispensa no ocasionará impactos adversos significativos a la salud pública o al ambiente.
2. La dispensa no evitará que se logren o interferirá con los propósitos, metas y normas de la Ley de Política Ambiental de Puerto Rico (Ley Número 9 del 18 de junio de 1970, según enmendada).
3. La concesión de la dispensa no constituirá una violación de la Ley de Conservación y Recuperación

de Recursos de los Estados Unidos, según enmendada, o de cualquier reglamentación de la APA promulgada al amparo de dicha Ley.

4. No se violará ninguno de los requisitos categóricos de este reglamento, tal como la prohibición de quema a campo abierto.

E. Procedimiento para las Solicitudes de Dispensa.

Las solicitudes de dispensa se atenderán en todos los aspectos como las solicitudes de permiso, exepto que, según lo requiere la Sección 209(A), será mandatorio celebrar una vista pública.

F. Período de Validez.

La Junta establecerá el período de validez de la dispensa. El período será lo más corto posible, y en ningún caso podrá ser mayor de tres (3) años. Para solicitar la renovación de una dispensa el dueño u operador de la facilidad o del servicio deberá radicar una solicitud para una nueva dispensa, por lo menos con 120 días de anticipación antes de su expiración.

REGLA 910 - DISPENSAS TEMPORERAS A CAUSA DE EMERGENCIAS

La Junta podrá conceder una dispensa temporera de emergencia, pero sólo bajo circunstancias muy graves, cuando sea evidente

y absolutamente necesaria para evitar un peligro substancial e inminente a la salud humana o al ambiente.

REGLA 911 - PERMISOS DE EMERGENCIA

A. Autorización de Permiso de Emergencia.

Si la Junta encuentra que existe un peligro significativo e inminente para la salud humana o el ambiente, la Junta podrá expedir un permiso de emergencia para permitir el tratamiento, almacenamiento o disposición de desperdicio sólido peligroso o no peligroso en una facilidad no-permitida.

B. El Permiso de Emergencia.

1. Podrá ser oral o escrito (si es oral deberá ir seguido de un permiso de emergencia escrito, expedido dentro de un término de cinco (5) días del permiso oral);
2. No tendrá una duración mayor de noventa (90) días;
3. Deberá especificar claramente el desperdicio sólido peligroso o no peligroso en cuestión, así como la forma y localización de su tratamiento, almacenamiento y disposición;
4. Podrá ser terminado por la Junta en cualquier momento si se determina que es necesaria su terminación para proteger la salud humana o el ambiente.

5. Deberá ir acompañado de un aviso público que indique:
   a. El nombre y dirección de la oficina que otorga el permiso de emergencia;
   b. El nombre y dirección de la facilidad que se le otorga el permiso de emergencia;
   c. Una descripción breve del desperdicio en cuestión;
   d. Una descripción breve de la acción que se autoriza y de las razones para su autorización; y
   e. La duración del permiso de emergencia;
6. Deberá incorporar, hasta el máximo posible y que no sea inconsistente con la situación de emergencia, todos los requisitos de este reglamento; y
7. Podrá ser otorgado sin una vista pública.

REGLA 912 - PROCEDIMIENTOS Y TOMA DE DECISION EN LOS PERMISOS

A. Aplicabilidad.

Los procedimientos establecidos en esta parte aplican a todos los permisos expedidos bajo este reglamento, incluyendo los expedidos:

1. Para construir una facilidad nueva o modificada de desperdicio sólido (Regla 902);
2. Para operar facilidades de desperdicios sólidos (inclusive los permisos de operación temporera) (Regla 903);
3. Para operar servicios de transportación de desperdicios sólidos peligrosos (Regla 904);
4. Para operar servicios de recolección de desperdicios sólidos no-peligrosos (Regla 905);
5. Para operar actividad generadora de desperdicio sólido no-peligroso (Regla 906);
6. Para los planes de cumplimiento otorgados conjuntamente con los permisos de operación (Regla 908);
7. Para dispensas (Regla 909);

B. La Solicitud de un Permiso.

Toda persona que necesite un permiso de acuerdo con este reglamento deberá completar, firmar y radicar ante la Junta una solicitud para cada permiso requerido. No se requieren solicitudes para permisos por regla (permit by rule).

La Junta no empezará a procesar un permiso hasta que el solicitante haya cumplido totalmente con los requisitos de la solicitud de tal permiso.

Las solicitudes de permiso deberán cumplir con los requisitos especificados en esta Parte, y con los requisitos de firma y certificación.

C. Acción sobre las Solicitudes.

1. Dentro del término de sesenta (60) días después de haber recibido una solicitud de permiso, la Junta notificará al solicitante por escrito si la solicitud está o no completa.
2. Dentro del término de 180 días después de haber recibido una solicitud de permiso debidamente completada, la Junta otorgará o denegará el permiso, a menos que se hayan concedido prórrogas al período de comentarios públicos, o para efectuar vistas públicas.

D. Modificación, Revocación, Re-expedición, o Terminación de un Permiso.

1. Los permisos podrán ser modificados, revocados y re-expedidos, o terminados a solicitud de cualquier parte interesada (inclusive del poseedor del permiso), o a iniciativa de la Junta, pero sólo en casos que:

a. Las reglas y reglamentos aplicables hayan cambiado;

b. Los términos y condiciones del permiso hayan sido violados;

c. Sea necesaria para la protección de la salud humana y el ambiente; o

d. Exista una condición de emergencia.

Todas las peticiones de tales acciones deberán hacerse por escrito y deberán exponer las razones y los datos que fundamentan la petición.

2. Si la Junta decide que la petición no se justifica le enviará una respuesta por escrito al peticionario exponiendo las razones de su decisión. La denegación de una petición para modificar, revocar, re-expedir o terminar un permiso no requerirá que se provean anuncios públicos, comentarios públicos o vistas públicas.

3. Si la Junta decide tentativamente que va a modificar, o a revocar y re-expedir un permiso, preparará un borrador de permiso que incorpore los cambios propuestos. La Junta podrá solicitar información adicional y, en el caso de una modificación de permiso, podrá solicitar la radicación de una solicitud de permiso actualizada. En caso que se considere revocar y re-expedir un permiso,

la Junta deberá requerir la radicación de una nueva solicitud.

4. Cuando se vaya a modificar un permiso, en conformidad con esta sección, sólo las condiciones a ser modificadas serán reabiertas a discusión cuando se prepare el nuevo borrador de permiso. Los demás aspectos del permiso existente quedarán en vigor hasta que termine el tiempo de vigencia de este permiso original. Cuando la acción se refiera a revocar y re-expedir un permiso, de acuerdo a esta sección, se reabrirá a discusión el permiso completo, tal como si el permiso hubiese expirado y se fuera a expedir uno nuevo. Durante el procedimiento de revocación y re-expedición de un permiso, el poseedor del permiso deberá cumplir con todas las condiciones del permiso existente hasta tanto se re-otorgue el permiso nuevo final.
5. Si la Junta decide tentativamente que va a terminar un permiso deberá expedir un aviso de intención de terminar el permiso. Un aviso de intención de terminar es parecido a un borrador de permiso y sigue los mismos procedimientos que el borrador de permiso.
6. En caso de riesgo inminente a la salud o el ambiente la Junta podrá modificar, revocar y reexpedir, o terminar un permiso sin aviso y sin ofrecer oportunidad de vista pública.

7. Un permiso que haya sido revocado a tenor con este reglamento será devuelto inmediatamente a la Junta.
8. La revocación o modificación de un permiso para operar una facilidad de disposición de desperdicio sólido peligroso no relevará al dueño u operador de su responsabilidad de cumplir con los requisitos de cierre y cierre-posterior que establece este reglamento.

E. Borradores de Permisos.

1. Una vez la solicitud de un permiso esté completa, la Junta decidirá tentativamente si preparar un borrador de permiso o denegar la solicitud.
2. Si la Junta decide tentativamente denegar la solicitud de permiso, emitirá un aviso de intención de denegar. Un aviso de intención de denegar es parecido a un borrador de permiso y sigue los mismos procedimientos que el borrador de permiso. Si la Junta decide finalmente que su decisión tentativa de denegar el permiso estuvo incorrecta, retirará el aviso de intención de denegar y procederá a preparar un borrador de permiso en conformidad con esta sección.
3. Si la Junta decide preparar un borrador de permiso preparará un borrador que contenga la información siguiente:

a. Todas las condiciones,

b. Todos los planes de cumplimiento;

c. Todos los requisitos de monitoría; y

d. Normas para transportación, tratamiento; recolección, almacenamiento, o disposición.

4. Todos los borradores de permiso preparados bajo esta sección estarán basados en los documentos de trasfondo, los cuales se harán disponibles para comentario del público, y su disponibilidad se anunciará mediante un aviso público.

5. Subsiguientemente, la Junta notificará, mediante aviso público, la oportunidad de vistas públicas, emitirá una decisión final y contestará los comentarios.

F. Declaración de Fundamentos.

La Junta preparará una declaración de fundamentos para cada borrador de permiso para el cual no proceda bajo la Sección G el preparar una hoja de datos. La declaración de fundamentos describirá brevemente las bases en que se fundamentan las condiciones que se establecen en el borrador de permiso y la razón de ser de las mismas, o, en el caso de avisos de intención para denegar o para terminar, las razones que fundamentan tal decisión tentativa. Se enviará, la declaración de fundamentos al solicitante y a cualquier otra persona que la solicite.

G. Hoja de Datos.

1. La Junta preparará una hoja de datos para cada borrador de permiso relativo a una facilidad mayor de desperdicio sólido, servicio mayor de transportación de desperdicio sólido peligroso o de recolección de desperdicio sólido no-peligroso o actividad generadora mayor. Preparará una hoja de datos también en relación a los borradores de permiso que en opinión de la Junta sean objeto de gran interés público o levanten cuestiones controversiales de importancia. La hoja de datos deberá exponer brevemente los datos principales del borrador de permiso y cualesquiera otras cuestiones de hecho, o cuestiones legales, metodológicas o de política pública importantes que se hayan considerado en la preparación del borrador de permiso. La Junta enviará copia de esta hoja de datos al solicitante y a cualquier otra persona que lo solicite.

2. La hoja de datos deberá incluir, siempre que aplique lo siguiente:

   a. Una breve descripción del tipo de facilidad o de servicio que es objeto del borrador de permiso;

b. El tipo y la cantidad de desperdicio o de líquidos o contaminantes que se propone o que actualmente están siendo tratados, almacenados, dispuestos, transportado o recolectados;

c. Un breve resumen de los fundamentos para las condiciones del borrador de permiso, incluyendo cualquier referencia a leyes o reglamentos aplicables o a otros documentos de apoyo;

d. Las razones por las cuales parece o no justificada una dispensa; y

e. Una descripción de los procedimientos utilizados para llegar a una decisión final en el borrador de permiso, incluyendo los siguientes:

(1) La fecha donde comienza el período de comentarios y la fecha cuando termina, y la dirección de la oficina donde se recibirán los comentarios;

(2) Los procedimientos para solicitar una vista y la naturaleza de la vista;

(3) Cualquier otro procedimiento mediante el cual el público pueda participar en la decisión final; y

(4) Nombre y teléfono de la persona con quien comunicarse para cualquier información adicional.

H. Aviso Público sobre Acciones para Permisos y Período para Comentarios del Público.

1. La Junta publicará un aviso siempre que ocurra una de las siguientes acciones:

   a. Una solicitud de permiso ha sido denegada tentativamente;

   b. Un borrador de permiso ha sido preparado;

   c. Se ha fijado fecha para una vista.

   No se requiere publicar un aviso cuando se deniega una solicitud para modificar, revocar y re-expedir, o terminar un permiso; pero deberá enviársele una notificación escrita de tal denegación al solicitante y al poseedor del permiso.

2. Los anuncios públicos relativos a la preparación de un borrador de permiso (incluyendo los avisos de intención de denegar una solicitud de permiso) que se requieren bajo esta sección deberán proveer por lo menos cuarenta y cinco (45) días para comentarios del público. Los avisos sobre vistas

públicas deberán aparecer por lo menos cuarenta y cinco (45) días antes de la vista. (El aviso de la vista y el del borrador de permiso podrán publicarse a la vez y los dos (2) avisos podrán combinarse en un solo aviso).

3. Los avisos públicos relativos a las actividades que se describen en esta sección se harán en la forma especificada en la Sección 210(B).
4. Los avisos públicos relativos a permisos deberán incluir la siguiente información mínima:
   a. Nombre y dirección de la oficina que procesa la acción sobre el permiso para la cual se publica el aviso;
   b. Nombre y dirección del poseedor o solicitante del permiso, y en caso que no sean la misma persona, nombre y dirección de la facilidad o servicio reglamentado por el permiso;
   c. Una breve descripción de los trabajos que se realizan en la facilidad o servicio descritos en la solicitud de permiso o en el borrador de permiso;
   d. Nombre, dirección y teléfono de la persona a quien dirigirse para obtener información adicional, incluyendo copias del borrador de permiso o del borrador general de

permiso, como sea el caso; de la declaración de fundamentos, de la hoja de datos; y de la solicitud;

e. Una breve descripción de los procedimientos a seguir en relación con los comentarios, y mención del lugar, fecha y hora de cualquier vista a celebrarse, incluyendo una declaración sobre el procedimiento a seguir para solicitar una vista (a menos que se tenga ya una vista en itinerario), y sobre otros procedimientos mediante los cuales el público pueda participar en la decisión final relativa al permiso; y

f. Mención del lugar donde se encuentran localizados los documentos de referencia y los días y horas en que estarán disponibles al público para inspección, así como una declaración de que cualquier dato ofrecido por el solicitante estará disponible al público como parte de los documentos de referencia.

5. En adición a la información suministrada en un aviso público general como el que se ha descrito anteriormente, a todas las personas interesadas se le enviará copia de la hoja de datos o de la declaración de fundamentos, de la solicitud de

permiso (si alguna), y del borrador de permiso (si alguno).

I. Comentarios del Público y Solicitudes de Vistas Públicas.

Durante el período abierto para comentarios del público, cualquier persona interesada podrá someter comentarios por escrito sobre el borrador de permiso y podrá solicitar una vista pública, en caso que no se haya programado una. Toda solicitud de vista pública deberá hacerse por escrito y deberá exponer la naturaleza de las cuestiones que se levantarán en la vista. Todos los comentarios recibidos deberán ser considerados al hacer la decisión final y deberán ser contestados según se dispone más adelante.

J. Vistas Públicas.

1. La Junta celebrará vistas públicas en relación con acciones sobre permisos siempre que esté considerando una solicitud de dispensa o cuando surja un interés significativo de parte del público acerca de un borrador de permiso, estimado a base de peticiones de vistas.

La Junta podrá celebrar vistas públicas además, a su discreción, cuando por ejemplo, tales

vistas contribuyan a clarificar una o más de las cuestiones envueltas en la decisión del permiso. El aviso público sobre tales vistas se hará según se ha especificado en lo que antecede.

2. Siempre que se vaya a celebrar una vista pública la Junta nombrará un oficial presidente del panel examinador de la vista, quien será responsable de programarla y de conducirla ordenamente.
3. Cualquier persona podrá someter declaraciones orales y escritas sobre el borrador de permiso. Se podrán establecer límites razonables sobre el tiempo concedido para declaraciones orales, y la Junta podrá requerir que se sometan las declaraciones por escrito. El período abierto para comentarios del público, según la Sección I, se extenderá automáticamente hasta el final de cualquier vista pública, según esta sección. El presidente del panel examinador de la vista podrá así mismo extender el período de comentarios declarándolo así en la vista.
4. Una cinta gravada, o la transcripción escrita de la vista deberá estar disponible al público.

K. Respuesta de los Comentarios.

1. Antes de hacer y emitir una decisión final, la Junta deberá emitir una respuesta a los comentarios del público, según la Sección 4(c) de la Ley de Política Pública Ambiental de Puerto Rico (Ley Número 9 del 18 de junio de 1970), según enmendada.

   La respuesta deberá:

   a. Especificar qué disposiciones del borrador de permiso, si alguna, ha sido cambiada en la decisión final del permiso, y las razones para tal cambio; y

   b. Describir y responder concisamente a todos los comentarios significativos sobre la solicitud de permiso y la acción propuesta que fueron presentados durante el período de comentarios o durante la vista pública.

2. La respuesta a los comentarios se hará disponible al público.

L. Transferencia de un Permiso.

1. El poseedor de un permiso no podrá transferirlo sin una aprobación escrita de la Junta.

2. Un permiso que ha prescrito o que un una u otra forma ha terminado o ha sido revocado no podrá

ser transferido. Sin embargo, podrá radicarse una nueva solicitud de permiso para la misma facilidad o servicio a nombre de un nuevo dueño u operador.

3. La Junta impondrá un cargo de transferencia, según se describe en la Parte X, por expedir una transferencia de permiso a un nuevo dueño u operador.

M. Permiso de Operación Temporero.

1. La Junta podrá otorgar un permiso temporero para operar una facilidad o servicio de desperdicio sólido siempre que:
   a. El dueño u operador de la facilidad o servicio de desperdicio sólido haya solicitado una modificación a un itinerario de incrementos de progreso, contenido en un plan de cumplimiento aprobado por la Junta;
   b. La Junta haya requerido al poseedor de un permiso válido para construir que efectúe pruebas de funcionamiento antes de expedir un permiso de operación,
   c. Esté pendiente una propuesta revisión a reglas y reglamentos aplicables que afectarían la facilidad;

d. La facilidad sea de carácter temporero, tal como una planta piloto o una facilidad de investigación que no vaya a operar por más de dos (2) años,

e. La Junta haya aprobado preliminarmente una solicitud de dispensa;

f. El dueño u operador de la facilidad o servicio de desperdicio sólido, antes de satisfacer los requisitos de un permiso para operar, haya demostrado a satisfacción de la Junta que dicha facilidad o servicio necesita ser operada por cierto período de tiempo para poder lograr un funcionamiento normal, uniforme y contínuo, y que el hacerlo no representará un riesgo para la salud humana o el ambiente.

g. El dueño u operador haya sometido una solicitud completa de un permiso para operar por lo menos sesenta (60) días antes de la fecha programada para comenzar la operación de la facilidad o servicio, o sesenta (60) días antes de la fecha de expericación de un

permiso de operación existente, o de la fecha de efectividad de estos reglamentos, y el permiso no haya sido otorgado ni denegado.

2. Al conceder un permiso de operación temporero la Junta deberá declarar las condiciones bajo las cualas se concede y la fecha en que expira el permiso temporero, el cual en ningún caso deberá extenderse por más de 180 días, excepto cuando se trate de una facilidad temporera, en cuyo caso podría extenderse hasta un máximo de dos (2) años.
3. Un permiso de operación temporero podrá extenderse más allá de su fecha de expiración.

PARTE X

CARGOS POR PERMISOS

PARTE X - CARGOS POR PERMISOS

REGLA 1001 - CARGOS POR PERMISOS

A. Aplicabilidad.

Esta regla requiere que se paguen cargos por solicitudes, permisos y renovaciones para:

1. Radicar una solicitud para cualquiera de los siguientes:

   a. Planes de cumplimiento,
   b. Permiso para construcción,
   c. Permiso para operación,
   d. Permiso temporero de operación,
   e. Modificación de condiciones de permisos,
   f. Dispensas, o
   g. Modificación o revisión de un permiso o plan de cumplimiento.

2. Para obtener cualquiera de los siguientes:

   a. Permiso para Construcción,
   b. Permiso para Operación, o
   c. Modificación o revisión de permiso o plan de cumplimiento;

3. Transferencia de propiedad o cambio de ubicación de la facilidad respecto a:

   a. Permiso de construcción,
   b. Permiso de operación, o
   c. Dispensa; y

4. Renovación de permisos de operación.

B. Cargos por Radicación.

1. Todo solicitante que radique una solicitud de permiso para aprobación, o modificación deberá pagar un cargo de $15.00 por la radicación.
2. Si una solicitud de permiso, una aprobación o modificación de permiso es cancelada o denegada y esa denegación es final, el cargo de radicación requerido aquí no será devuelto.

C. Cargos por Permisos.

1. El solicitante de un permiso de construcción de cualquier facilidad de desperdicio sólido no peligroso o de desperdicio sólido peligroso deberá, en adición al cargo de radicación, pagar cargos por el permiso establecido en la Sección E.
2. En caso de una facilidad nueva de desperdicio sólido no peligroso propuesta, la cantidad determinada de la Sección E se multiplicará por 1.5 para cubrir tanto la aprobación de construcción y el permiso para operar.
3. En el caso de una facilidad nueva de desperdicio sólido peligroso propuesta, la cantidad determinada de la Sección E se multiplicará por 1.5 para cubrir tanto la aprobación de construcción y el permiso para operar.

4. Si más de un listado de cargos es aplicable a una solicitud de permiso o aprobación, el listado que resulte en los cargos más altos será la aplicable.
5. Los cargos por permisos aquí requeridos serán depositados junto a los cargos de radicación, excepto según dispuesto en la Sección D.
6. Si una solicitud para un permiso o aprobación es cancelada o es denegada, y esta denegación es final, los cargos requeridos por este permiso no serán devueltos por la Junta.

D. Cargos por Renovación.

1. Todos los permisos de operación serán renovables a su fecha de expiración. Sesenta (60) días antes de esa fecha, y junto con la solicitud de renovación del permiso para operar, según requerida en la Sección 903(J), el poseedor del permiso pagará los cargos de renovación.
2. Los cargos de renovación para un permiso para operar serán el cincuenta porciento (50%) de la cantidad señalada en los listados indicados en la Sección E, excepto para facilidades de desperdicios peligrosos para los cuales los cargos de renovación serán de 65% de la cantidad señalada en

los listados indicados en la Sección E.

3. Si la solicitud de renovación no es radicada dentro de los sesenta (60) días provistos por la Sección 903(J), los cargos serán aumentados en un cincuenta porciento (50%) por día de la cantidad determinada bajo el Párrafo 2.

E. Listado para Cargos por Permisos y Cargos por Renovación.

Los siguientes listados establecen los cargos por permisos para todas las facilidades de desperdicios sólidos peligrosos y no peligrosos.

Listado I: Facilidades de Almacenamiento, Tratamiento, o Disposición en el Terreno.

Cualquier relleno, tratamiento en el terreno, y montículo de desperdicios ("waste piles") será gravada con un cargo por permiso basado en el total de cuerdas de la facilidad y la clase de desperdicio recibido, de acuerdo con el listado siguiente:

	Cargos por Permisos	
Tamaño del sitio(cuerdas)	Desperdicio Sólido No-Peligroso	Desperdicio Sólido Peligroso
Hasta 20 (inclusive)	$25.00	$100.00
De 20 a 60	50.00	200.00
De 60 a 100	75.00	250.00
De 100 a 200	100.00	300.00
Por cada 200 o fracción	100.00	150.00

Listado II: Tanques del almacenamiento y tratamiento y embalses superficiales.

Los tanques de almacenamiento y embalses superficiales serán gravados con un cargo por permiso basado en su capacidad de galones, o su equivalente en pies cúbicos, y el tipo de desperdicio recibido.

Capacidad (galones)	Cargos por Permisos Desperdicio Sólido No Peligroso	Desperdicio Sólido Peligroso
hasta 4,000 galones	$ 25.00	$100.00
4,001 hasta 10,000	25.00	150.00
10,001 hasta 40,000 gals.	50.00	200.00
40,001 hasta 100,000 gals.	75.00	250.00
100,001 hasta 400,000 gals.	100.00	300.00
400,001 hasta 1,000,000 galones	100.00	350.00
1,000,001 hasta 1,500,000 galones	150.00	400.00
1,500,001 hasta 2,000,000 galones	200.00	500.00
500,000 adicional o fracción	100.00	100.00

Listado III: Facilidades de Procesamiento y Tratamiento.

Basado en el tipo de facilidad y tipo de desperdicio, los siguientes cargos por permisos se gravarán a incineradores y a plantas de tratamiento termal (ej., plantas usadas primordialmente para disponer o tratar desperdicio combustible que consuma totalmente los materiales alimentados dejando solo cenizas o residuos); compactadores y trituradores; facilidades de tratamiento no termal (ej., tratamiento biológico, físico, o químico).

Tipo de Facilidad	Cargos por Permisos Desperdicio Sólido No-Peligroso	Desperdicio Sólido Peligroso
1. Doméstico	$ 25.00	$100.00
2. Planta Central	100.00	250.00

Listado IV: Servicios de Recolección y Transportación

Los servicios para desperdicios sólidos peligrosos y no peligrosos serán gravados con un cargo por permiso como sigue:

Tipo de Servicio	Cargo por Permiso
Servicio de Recolección (desperdicio sólido no peligroso)	$100.00
Servicio o Transportación (Desperdicio Sólido Peligroso)	250.00

Listado V: Misceláneos

Cualquier facilidad de tratamiento, almacenamiento o disposición de desperdicio sólido peligroso o no peligroso que no esté incluído en los listados precedentes será gravado por un cargo de permiso de $250.00

F. Excepciones a los Cargos de Permisos.

A pesar de las disposiciones de la Sección E de esta regla, se gravará un cargo de veinticinco ($25.00) dólares a los permisos para las siguientes actividades o servicios:

1. Cada permiso para estación de trasbordo,
2. Cada permiso para una actividad generante de desperdicios sólidos, y
3. Cada permiso para solar de reclamación.

G. Exclusiones Específicas.

Las siguientes personas estarán excluídas de esta Parte del reglamento:

1. Generadores que acumulan desperdicios sólidos peligrosos en su-localización por menos de noventa (90) días según provisto en la Sección 704(D).
2. Agricultores que disponen de los desperdicios peligrosos de su uso según provisto en la Sección 705(C).
3. Generadores de pequeñas cantidades según se dispone en la Sección 606(A).

H. Cargos por Transferencias de Propiedad o Cambio de Ubicación.

Cuando una solicitud para un permiso ha sido radicada porque la facilidad ha sido mudada a una nueva localización, o porque la propiedad ha sido transferida de una persona a otra y se ha otorgado previamente un permiso para esa facilidad y no han hecho alteraciones o adiciones, el solicitante pagará el cargo

provisto en la Sección B y el cargo de permiso será equivalente al cincuenta porciento (50%) del cargo de permiso correspondiente, según establecido en la Sección E de esta regla.

I. Duplicados de Permisos.

Toda solicitud de duplicado de permiso deberá ser hecho por escrito por el poseedor del permiso si dicho documento de permiso ha sido destruído, perdido o desfigurado. Un cargo de $10.00 será cargado por expedir un duplicado de permiso.

J. Cargos por Revisión.

Por la solicitud para la revisión de un permiso para constuir, de un plan de cumplimiento, o de un permiso para operar, el solicitante deberá pagar una octava parte (1/8) de los cargos provistos en la Sección C.

REGLA 1002 - CARGOS POR PRUEBAS

A. Autoridad para Conducir Pruebas.

La Junta podrá, cuando lo crea necesario, llevar a cabo pruebas de funcionamiento de una facilidad de desperdicios sólidos peligroso o no peligrosos para determinar el grado y cantidad de contaminantes que

se están descargando al ambiente, aire, agua o al terreno; el grado de cumplimiento con las condiciones del permiso, o cumplimiento con este reglamento.

B. Procedimiento para las Pruebas.

En tal caso, la Junta notificará al dueño u operador de la facilidad de desperdicio sólido peligroso o no peligroso de sus intenciones, y solicitará aquellos equipos o accesorios necesarios para llevar a cabo las pruebas.

C. Gastos por Pruebas.

El dueño u operador de la facilidad de desperdicio sólido peligroso o no peligroso deberá pagar los cargos por la prueba de funcionamiento.

D. Procedimientos para el Pago de los Gastos por Pruebas.

Después de completar las pruebas, el dueño u operador de una facilidad de desperdicio sólido peligroso o no peligroso será notificado por escrito, por la Junta, de los cargos o gastos a pagar por las pruebas. El no pagar los cargos o gastos por las pruebas dentro de treinta (30) días de dicha notificación resultará

en la cancelación de cualquier solicitud o permiso para operar la facilidad.

E. Copias de los Resultados de las Pruebas.

Al pagar los cargos o gastos incurridos al conducir las pruebas de funcionamiento, el dueño u operador recibirá una (1) copia del informe de las pruebas de funcionamiento.

Núm. 1363
Fecha: 5 de mayo de 1982 10:30 A.M.
Aprobado: Carlos S. Quirós
Secretario de Estado
Por: Secretaria Auxiliar de Estado

ESTADO LIBRE ASOCIADO DE PUERTO RICO
OFICINA DEL GOBERNADOR
JUNTA DE CALIDAD AMBIENTAL

IN RE: * R-81-19-1

REVISIONES AL REGLAMENTO PARA *
EL CONTROL DE LOS DESPERDICIOS
SOLIDOS PELIGROSOS Y NO-PELIGROSOS *

****

RESOLUCION
DE LA
JUNTA DE CALIDAD AMBIENTAL

POR CUANTO: El 12 de septiembre de 1980 la Junta de Calidad Ambiental promulgó el Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No-Peligrosos;

POR CUANTO: Muchas de las disposiciones de dicho Reglamento se refieren a reglamentación o publicaciones federales que han sido incorporadas en el Reglamento luego de cumplir con los trámites establecidos por ley;

POR CUANTO: Estos reglamentos o publicaciones han sido revisados frecuentemente por las agencias federales pertinentes desde que fue promulgado dicho Reglamento;

POR CUANTO: La Junta ha revisado estos reglamentos y publicaciones federales y todas sus revisiones hasta la fecha de esta Resolución;

POR CUANTO: La Junta desea que cada una de esas disposiciones federales, según enmendadas y como existen en esta fecha, apliquen con todo poder y efecto, como si las mismas fueran escritas directamente en el Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No-Peligrosos;

POR CUANTO: La Junta celebró una Vista Pública el 3 de septiembre de 1981 a tenor con las Reglas 207(A) y (B) del Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No-Peligrosos dándole la oportunidad a los ciudadanos de revisar y comentar sobre cada uno de estos reglamentos o publicaciones federales que han sido incorporadas en dicho Reglamento;

POR CUANTO: No se sometieron comentarios orales ni escritos a la Resolución R-81-11-1 durante el proceso de revisión pública y a los reglamentos y publicaciones federales que se mencionan en el Anejo A;

POR CUANTO: La Junta tiene la autoridad bajo la Ley Número 9 del 18 de junio de 1970 para promulgar el Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No-Peligrosos y; para adoptar o aprobar revisiones a este reglamento por resolución;

POR TANTO: La Junta resuelve:

1- Aprobar y adoptar cada una de las disposiciones reglamentarias federales anotadas en el Anejo A de esta Resolución e incorporarlas en el Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No-Peligrosos; y

2- Aprueba y adopta cada una de las publicaciones anotadas en el Anejo A de esta Resolución y la incorpora en el Reglamento para el Control de los Desperdicios Sólidos Peligrosos y No-Peligrosos.

3- Esta Resolución entrará en vigor a la fecha de su aprobación por la Junta.

DADA en San Juan, Puerto Rico, a 20 de noviembre de 1981.

CARL A. SODERBERG
Vicepresidente

SANTOS ROHENA
Miembro Asociado

PEDRO A. GELABERT
Presidente

DRAFT

INDEX TO ATTACHMENTS A1 TO A22

ATTACHMENT A1	"Methods of Soils Analysis, Agronomy Monograph No. 9", C.A. Block, ed., American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, pp. 891-901, 1965 (Cation Capacity Test)
ATTACHMENT A2	Appendix VIII, 40 CFR Part 261 (List of Hazardous Constituents)
ATTACHMENT A3	Table I, 40 CFR 261.24 (List of Hazardous Constituents)
ATTACHMENT A4	40 CFR 171.8 ("Hazardous Materials and Substances")
ATTACHMENT A5	40 CFR Part 141 (Test Methods)
ATTACHMENT A6	40 CFR Part 257 (Test Methods)
ATTACHMENT A7	40 CFR Part 141, Subpart B (Maximum Containment Levels)
ATTACHMENT A8	"Test Methods for the Evaluation of Solid Wastes, Physical/Chemical Methods," SW846 (Test Methods)
ATTACHMENT A9	40 CFR Part 257 (Cadmium Limitations for Land Treatment)
ATTACHMENT A10	ASTM Standard D-93-79 (Test Method for Ignitability)
ATTACHMENT A11	ASTM Standard D-3278-78 (Test Method for Ignitability)
ATTACHMENT A12	National Association of Corrosion Engineers Standard TM-01-69 (Test Method for Corrosivity)

ATTACHMENT A13	49 CFR 173.51, 173.53, and 173.88 (Test Methods for Reactivity)
ATTACHMENT A14	Appendix II, 40 CFR Part 26 (Text Method for Extraction Procedure (EP) Toxicity)
ATTACHMENT A15	40 CFR 261.33(c) (Containers Subject to Waste Regulation)
ATTACHMENT A16	40 CFR 261.33(e) (List of Acutely Hazardous Chemical Products)
ATTACHMENT A17	40 CFR 261.33(f) (List of Toxic Chemical Products)
ATTACHMENT A18	40 CFR 261.31 (List of Hazardous Wastes from Non-Specific Sources)
ATTACHMENT A19	40 CFR 261.32 (List of Hazardous Wastes from Specific Sources)
ATTACHMENT A20	49 CFR 172.101, 172.202, and 172.203 (Waste Descriptions for Transportation)
ATTACHMENT A21	33 CFR 153.203 (Notice Requirements for Spills)
ATTACHMENT A22	Table II-1 to Table II-6 of the "Flammable and Combustible Code-1977" prepared by the National Fire Protection Association (Buffer Zones for Tanks)

DRAFT

ATTACHMENT A

Federal Regulations or Publications
Incorporated Into
the
Commonwealth Regulation for the
Control of Hazardous
and Non-Hazardous Solid Waste

Applicable Rule in Commonwealth Waste Control Regulation	Federal Regulation or Publication Cited in Commonwealth Rule	Reason for Incorporation into the Commonwealth Rule
Rule 102 ("Cation Exchange Capacity")	"Methods of Soils Analysis, Agronomy Monograph No. 9" C.A. Block, ed., American Society of Agronomy, Madison, Wisc., pp. 891-901, 1965 (Attachment A1)	This publication establishes a method for determining cation exchange capacity of soils according to soil type.
Rule 102 ("Hazardous Waste Constituent")	Appendix VIII, 40 CFR Part 261 and Table I, 40 CFR 261.24 (Attachments A2 and A3)	This Appendix is used in Rule 102 and Rule 603(B)(3) as one of the basis for listing a solid waste as a hazardous solid waste.
Rule 102 ("Hazardous Waste Substance or Material")	49 CFR 171.8 and 173 (Attachment A4)	This provisions identifies substances or materials determined by the Secretary of the United States Department of Transportation to be capable of posing unreasonable risk to health, safety, and property when transported.

Applicable Commonwealth Rule	Federal Regulation or Publication	Reason for Incorporation
Rule 203(C)	40 CFR Part 141 and Part 257; ASTM Specifications (Attachments A5 and A6)	These provisions contain test methods and procedures for hazardous and non-hazardous solid waste.
Rule 207(C)	40 CFR Part 141 and "Test Methods for the Evaluation of Solid Wastes, Physical/ Chemical Methods," SW846 (an EPA publication) (Attachments A7 and A8)	This rule provides that certain changes in these federal regulations and publications become effective upon promulgation by EPA and approval by the Environmental Quality Board.
Rule 304(D)	40 CFR Part 257 (Attachment A9)	This federal regulation establishes maximum permissible cadmium concentration limitations for land treatment of solid waste.
Rule 603(B)(3)	Appendix VIII, 40 CFR Part 261 (Attachment A2)	See comment regarding Rule 102 ("Hazardous Waste Constituents") described above.

Applicable Commonwealth Rule	Federal Regulation or Publication	Reason for Incorporation
Rule 604(A)	ASTM Standard D-93-79 (Pensky-Martens Closed Test) and ASTM Standard D-3278-78 (Setaflash Closed Tester) (Attachments A10 and A11)	These referenced test methods are used to determine if a solid waste is ignitable and therefore a hazardous solid waste.
Rule 604(B)	"Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/ Chemical Methods" EPA 600/4-79-020 and National Association of Corrosion Engineers Standard TM-01-69 (Attachments A7 and A12)	These test methods are used to determine if a solid waste is corrosive and thus a hazardous solid waste.
Rule 604(C)	49 CFR 173.51, 173.53 and 173.88 (Attachment A13)	These regulatory provisions are used in part to determine if a solid waste is reactive and thus a hazardous solid waste.

Applicable Commonwealth Rule	Federal Regulation or Publication	Reason for Incorporation
Rule 604(D)	Appendix II, 40 CFR Part 261 (Attachment A14)	This regulatory provision establishes the test method for determining whether or not a solid waste satisfies the "EP Toxicity Test" and thus is a hazardous solid waste.
Rule 606 and Rule 607	40 CFR 261.33(c), (e), and (f) (Attachments A15, A16, and A17)	These federal regulatory provisions determine whether certain containers and certain commercial chemical products are subject to the Commonwealth waste regulation.
Rule 608	40 CFR 261.31 and 261.32 (Attachments A18 and A19)	These provisions are used to determine whether certain solid wastes from specific and non-specific sources are hazardous solid wastes.

Applicable Commonwealth Rule	Federal Regulation or Publication	Reason for Incorporation
Rule 703(E)(6)	49 CFR 172.101, 172.202, and 172.203 (Attachments A4 an A20)	These federal regulations are used to establish the hazardous waste descriptions that must be used on hazardous solid waste manifests.
Rule 707(D)	33 CFR 153.203 (Attachment A21)	This reference to a federal regulation is used to establish the notice requirements of spills of hazardous solid waste.
Rule 803(F)(2)	Table II-1 to Table II-6 of the "Flammable and Combustible Code-1977" prepared by the National Fire Protection Association (Attachment A22)	This reference is used to establish buffer zones for tanks containing hazaradous solid waste.

ATTACHMENT A1

"Methods of Soils Analysis, Agronomy Monograph No. 9", C.A. Block, ed., American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin, pp. 891-901, 1965
(Cation Capacity Test)

ATTACHMENT A2

Appendix VIII, 40 CFR Part 261
(List of Hazardous Constituents)

(Note: This document was copied from a list provided by the U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste. It is adapted from the list of the hazardous constituents that was published in 46 Federal Register 27477 to 27480 on May 20, 1981, but corrects several errors that appeared in that publication.)

ATTACHMENT A3

Table I, 40 CFR 261.24
(List of Hazardous Constituents)

(Note: This document was copied from p. 913 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.)

ATTACHMENT A4

40 CFR 171.3
("Hazardous Materials and Substances")

(Note: Only the definitions of the words "hazardous material" and "hazardous substance" are significant to the Commonwealth Regulation for the Control of Hazardous and Non-Hazardous Solid Waste. For completeness, however, the entire rule is reproduced in this attachment as it appeared on pp. 53 to 58 of 49 CFR Parts 100 to 177, revised as of December 1, 1980.

Specific materials determined to be "hazardous materials" are listed in 49 CFR 172.101 in the Hazardous Materials Table. This table, as it appears on pp. 64 to 161 of 49 CFR Parts 100 to 177, revised as of December 1, 1980, is included in this attachment, as are subsequent additions to the table published on March 19, 1981 in 46 Federal Register 17739 to 17743.)

ATTACHMENT A5

40 CFR Part 141 (Test Methods)

(Note: The Part 141 test methods are contained in Subpart C. That subpart is reproduced here from pp. 296 to 332 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.

Also included are subsequent amendments to Subpart C found at 46 Federal Register 57343 to 57345 (August 27, 1980) and a new Subpart E with special test methods and found at 46 Federal Register 57345 to 57346 (August 27, 1980).)

ATTACHMENT A6

40 CFR Part 257 (Test Methods)

(Note: The Part 257 test methods are in Appendices I and II. Those appendices are reproduced here from pp. 890 to 892 of 49 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.)

ATTACHMENT A7

40 CFR Part 141, Subpart B
(Maximum Containment Levels)

(Note: The Maximum Containment Levels are in Subpart B of 40 CFR 141. The copy attached hereto is from 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.

Subpart B was amended on August 27, 1980, and the amendment was published in 46 Federal Register 57342 and 57343. Copies of this amendment are also attached.)

ATTACHMENT A8

"Test Methods for the Evaluation of Solid Wastes: Physical/Chemical Methods," SW846 (Test Methods)

ATTACHMENT A9

40 CFR Part 257
(Cadmium Limitations for Land Treatment)

(Note: These limitations on cadmium are contained in 40 CFR 257.3-5(a), and the copy reproduced here was taken from pp. 887 and 888 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised July 1, 1980.)

ATTACHMENT A10

ASTM Standard D-93-79
(Test Method for Ignitability)

(Note: The attached copy of this ASTM standard is designated ASTM D-93-80. It is a revised version of ASTM D-93-79, incorporating several minor technical changes.)

ATTACHMENT A2

Appendix VIII, 40 CFR Part 261
(List of Hazardous Constituents)

(Note: This document was copied from a list provided by the U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste. It is adapted from the list of the hazardous constituents that was published in 46 Federal Register 27477 to 27480 on May 20, 1981, but corrects several errors that appeared in that publication.)

ATTACHMENT A3

Table I, 40 CFR 261.24
(List of Hazardous Constituents)

(Note: This document was copied from p. 913 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.)

ATTACHMENT A4

40 CFR 171.3
("Hazardous Materials and Substances")

(Note: Only the definitions of the words "hazardous material" and "hazardous substance" are significant to the Commonwealth Regulation for the Control of Hazardous and Non-Hazardous Solid Waste. For completeness, however, the entire rule is reproduced in this attachment as it appeared on pp. 53 to 58 of 49 CFR Parts 100 to 177, revised as of December 1, 1980.

Specific materials determined to be "hazardous materials" are listed in 49 CFR 172.101 in the Hazardous Materials Table. This table, as it appears on pp. 64 to 161 of 49 CFR Parts 100 to 177, revised as of December 1, 1980, is included in this attachment, as are subsequent additions to the table published on March 19, 1981 in 46 Federal Register 17739 to 17743.)

ATTACHMENT A5

40 CFR Part 141 (Test Methods)

(Note: The Part 141 test methods are contained in Subpart C. That subpart is reproduced here from pp. 296 to 332 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.

Also included are subsequent amendments to Subpart C found at 46 Federal Register 57343 to 57345 (August 27, 1980) and a new Subpart E with special test methods and found at 46 Federal Register 57345 to 57346 (August 27, 1980).)

ATTACHMENT A6

40 CFR Part 257 (Test Methods)

(Note: The Part 257 test methods are in Appendices I and II. Those appendices are reproduced here from pp. 890 to 892 of 49 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.)

ATTACHMENT A7

40 CFR Part 141, Subpart B
(Maximum Containment Levels)

(Note: The Maximum Containment Levels are in Subpart B of 40 CFR 141. The copy attached hereto is from 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.

Subpart B was amended on August 27, 1980, and the amendment was published in 46 Federal Register 57342 and 57343. Copies of this amendment are also attached.)

ATTACHMENT A8

"Test Methods for the Evaluation of Solid Wastes: Physical/Chemical Methods," SW846 (Test Methods)

ATTACHMENT A9

40 CFR Part 257
(Cadmium Limitations for Land Treatment)

(Note: These limitations on cadmium are contained in 40 CFR 257.3-5(a), and the copy reproduced here was taken from pp. 887 and 888 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised July 1, 1980.)

ATTACHMENT A11

ASTM Standard D-3278-78
(Test Method for Ignitability)

ATTACHMENT A12

National Association of Corrosive
Engineers Standard TM-01-69
(Test Method for Corrosivity)

(Note: This copy of standard TM-01-69 was taken from pp. 5.3-7 to 5.3-17 of EPA publication SW846, "Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods." A copy of this publication is ATTACHMENT A8.)

ATTACHMENT A13

49 CFR 173.51, 173.53, and 173.88
(Test Methods for Reactivity)

(Note: The attached copies of these federal regualtions were taken from pp. 340 to 344 and pp. 363 to 365 of 49 CFR Parts 100 to 177, revised as of December 1, 1980.)

ATTACHMENT A14

Appendix II, 40 CFR Part 261
(Extraction Procedure Toxicity Test)

(Note: This federal regulatory provision was copied from pp. 923 to 927 of 40 CFR Parts 100 to 399, revised as of July 1, 1980.

Appendix II was amended on October 30, 1980. A copy of this amendment, as it appeared at 45 Federal Register 72040 and 72041, is also attached.)

ATTACHMENT A15

40 CFR 261.33(c)
(Containers Subject to Waste Regulations)

(Note: The copy of this regulation was made from p. 918 of 40 CFR Parts 200 to 399, revised as of July 1, 1980.

Also attached is a copy of a technical amendment to this regulation issued on May 20, 1981 at 46 Federal Register 27477.

The Environmental Quality Board intends to adopt or approve the version that appears at 40 CFR 261.33(c)(attached) as amended on May 20, 1981 by 46 Federal Register 27477 (also attached).

The Environmental Protection Agency has promulgated a revised version of 40 CFR 261.33(c) in conjunction with changes to several other sections of Part 261. These became effective on May 1, 1981, and the Board will consider making a corresponding change to the Commonwealth Regulation for the Control of Hazardous and Non-Hazardous Solid Waste at some future time.)

ATTACHMENT A16

40 CFR 261.33(e)
(List of Acutely Hazardous Chemical Products)

(Note: Since it was initially published on May 19, 1980, the list of substances covered by 40 CFR 261.33(e) has been revised and correctd several times. It was republished on May 19, 1980 at 45 Federal Register 33124, and several months later on November 25, 1980 it was revised. More recently, on May 20, 1981, several mistakes and typographical errors were corrected at 40 CFR 27474. The list of substances attached herein was provided by the U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste. It is a corrected and consolidated version that incorporates all of the changes described above.)

ATTACHMENT A17

40 CFR 261.33(f)
(List of Toxic Chemical Products)

(Note: This section of the EPA Hazardous Waste Regulation has been revised several times since it was initially published on May 19, 1980. The principal revisions occurred on November 25, 1980 (45 Federal Register 78533) and on May 20, 1980 (46 Federal Register 27474). The list attached here was provided by the U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste. It is a correctd and consolidated version that incorporates all of the changes described above.)

ATTACHMENT A18

40 CFR 261.31
(List of Hazardous Wastes from
Non-Specific Sources)

(Note: The Environmental Protection Agency list of hazardous wastes from non-specific sources has been repeatedly revised since it was first issued on May 19, 1980. The attached copy was provided by the U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, and it incorporates all of the changes and additions made since May 19, 1980.)

ATTACHMENT A19

40 CFR 261.32
(List of Hazardous Wastes from Specific Sources)

(Note: The Environmental Protection Agency list of hazardous wastes from specific sources has been revised several times since it was promulgated on May 19, 1980. The attached copy of the list was obtained from the U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, and it incorporates all of these prior changes.)

ATTACHMENT A20

40 CFR 172.202 and 172.203
(Waste Descriptions for Transporters)

(Note: These federal regulations were copied from pp. 258 to 261 of 49 CFR Parts 100 to 177, revised as of December 1, 1980.)

ATTACHMENT 21

33 CFR 153.203
(Notice Requirements for Spills)

ATTACHMENT A22

Table II-1 to Table II-6 of the
"Flammable and Combustible Code-1977"
prepared by the National Fire
Protection Association
(Buffer Zone Requirements for Tanks of
Hazardous Waste)

57 Cation-Exchange Capacity[1]

H. D. CHAPMAN
University of California
Riverside, California

57–1 INTRODUCTION

Cation exchange in soils is a reversible chemical reaction. The cations held on the surface of soil minerals and within the crystal framework of some mineral species plus those which are a part of certain organic compounds can be reversibly replaced by those of salt solutions and acids. Cation-exchange capacity (usually expressed as milliequivalents or me. per 100 g. of soil) is defined as the sum of the exchangeable cations of a soil.

Many methods have been and continue to be proposed for the determination of cation-exchange capacity (CEC), and while most of them will indicate the order of magnitude of exchange capacity (soils will vary in exchange capacity from <1.0 to >100 me. per 100 g.), the values may vary widely, depending upon the particular technique employed. Some of the reasons for these variations are that the kinds and proportions of the minerals and organic materials possessing replaceable cations vary widely in soils, as do the kinds and proportions of exchangeable cations held by soils.

The exchange materials of soil behave as weak acidoids and in the base-saturated state in equilibrium with air have an alkaline pH. The exact pH (in aqueous suspensions) will depend on the base with which the materials are saturated and on the exchange materials involved. Some exchangeable ions are more easily replaced than others, and the completeness of replacement of some cations will depend upon the particular salt solution used. Thus a method which will provide an accurate estimate of exchange capacity on one soil may not prove as accurate on another. Other materials in soils such as $CaCO_3$ and $CaSO_4$ also introduce complications because of their solubility in some extractants. In addition, there are the usual miscellaneous errors common to all analytical procedures. Because of the differ-

[1] Contribution from the Department of Soils and Plant Nutrition, University of California, Riverside, Calif.

ences among methods, it is especially important to specify the method used when reporting figures for the CEC of soils.

The various methods proposed for determining CEC can be grouped into several categories: (*1*) Those in which the soil is electrodialyzed or leached with a dilute acid, e.g. HCl, and the hydrogen- and aluminum-saturated exchange material is titrated to pH 7.0 with $Ba(OH)_2$ or to about pH 8.5 with NaOH; (*2*) those in which exchange capacity is considered to be the sum of replaceable hydrogen and replaceable bases; (*3*) those in which the exchangeable cations are replaced by the acetate of ammonium, barium, calcium, or sodium, and the amounts of the cation adsorbed are determined by appropriate means; (*4*) those which involve equilibrating soils (preleached with calcium acetate) with a dilute solution (100 ppm. Ca) of $Ca(NO_3)_2$ containing Ca^{45} and Ca^{40} (Blume and Smith, 1954).

Most investigators at present employ methods based on saturating the exchange complex with a given cation, and then determining the total of the adsorbed cations by appropriate means. Three reagents commonly used for this purpose are neutral (pH 7.0), 1*N* ammonium acetate; alkaline (pH 8.2), 1*N* sodium acetate; and alkaline (pH 8.2), 0.5*N* barium chloride plus 0.2*N* triethanolamine solution. The first two methods can be used on both calcareous and noncalcareous soils; the third is used on acid soils where it is desired to determine both exchange capacity and the amounts of exchangeable hydrogen.

There is still no agreement on whether to use a replacing salt at pH 8.2 or at pH 7.0. Those who prefer the former do so because it is closer to the equilibrium pH between soil and $CaCO_3$ at the partial pressure of CO_2 in the atmosphere, plus the fact that the exchange materials of soils are weak acidoids. Bradfield and Allison (1933) regarded a fully base-saturated soil as one which has reached equilibrium with a surplus of $CaCO_3$ at the partial pressure of CO_2 existing in the atmosphere and at a temperature of 25°C. Those who prefer pH 7.0 solutions do so because pH 7.0 is the neutral point of water and may more nearly represent the pH of the soil-bicarbonate-carbonic acid buffer system at partial pressures of CO_2 likely to prevail in the atmosphere of a fertile soil during the season of active growth.

Two methods are described here: (*1*) The ammonium acetate method (pH 7.0) and (*2*) the sodium acetate method (pH 8.2). For distinctly acid soils, the summation method is suggested. This method works fairly well on acid soils, but it is not as accurate with neutral, calcareous or saline soils, due to difficulties of making proper corrections for water-soluble bases and additional bases in the extract dissolved from silicates and carbonates.

In the ammonium-saturation method for CEC, soil is leached with an excess of neutral, 1*N* ammonium acetate solution to remove the exchangeable cations and to saturate the exchange material with ammonium. After

removal of the excess of ammonium present in the soil as the acetate, the exchangeable ammonium is determined.

Methods are described here for determining the exchangeable ammonium by aeration from a solution of Na_2CO_3 and by displacing the exchangeable ammonium from the soil by acidified NaCl followed by distillation. The author prefers the aeration method. The aeration apparatus can be made in permanent portable form from common laboratory materials and is suitable for either occasional or everyday use. The apparatus requires no more space or upkeep than the usual distillation equipment, and there is some indication that the results by the aeration method are more accurate than those obtained by the distillation method. Direct distillation of adsorbed ammonia usually gives values higher than those obtained with the aeration procedure. The aeration values agree closely with those obtained when some other neutral (pH 7.0) salt is used for replacement purposes, and this has led to the view that little, if any, ammonia is released from the soil organic matter when the aeration method is used. As compared with the aeration method, the displacement and distillation method has the advantage that ordinary Kjeldahl distillation equipment can be used and the disadvantage of requiring the additional operation of displacement.

For the purpose of measuring the CEC of soil, ammonium acetate has two particularly valuable qualities. First, it is highly buffered. As a result, when a neutral, 1*N* solution of ammonium acetate is used to saturate a soil with ammonium, the last part of the solution leached through the soil emerges with the same pH as the solution added. Second, ammonium is easily determined. In addition to the foregoing advantages, ammonium acetate has special advantages in connection with measurement of the cations displaced from soils. Probably because of these several advantages, ammonium acetate is employed widely, and measurements made by its use have come to be regarded as a standard of reference against which other methods are checked. Many data in the literature on soils are based on its use.

In addition to the foregoing advantages, ammonium acetate has some disadvantages. With soils of high organic matter content, and with soils containing appreciable kaolin, halloysite or other 1:1-type clay minerals, it will often give somewhat lower values for exchange capacity than the barium acetate or barium chloride-triethanolamine methods (Mehlich, 1945). This is due to the less complete replacement of adsorbed hydrogen and aluminum ions by ammonium acetate.

Also with soils which contain vermiculite clay, interlayer cations such as Ca^{2+}, Mg^{2+}, Na^+ or H^+ can be replaced by ammonium, but the ammonium so fixed is not then replaceable by the usual methods employed, e.g., aeration with Na_2CO_3 or replacement with acidified NaCl. On the other hand, if sodium acetate is used, the sodium that replaces the cations held in these interlayer positions is replaceable, and thus in these kinds of

soils the CEC as determined by sodium acetate will be higher than that obtained using ammonium acetate. Because of such differences among methods, the CEC of soil should preferably be specified in terms of the pH of the replacing solution and the kind of salt employed.

Calcareous soils present a problem with the ammonium acetate method because of the solubility of $CaCO_3$ in the ammonium acetate solution. Values for CEC are too low in the presence of $CaCO_3$ because the dissolved calcium present in the ammonium acetate solution prevents complete saturation of exchange positions with ammonium. To avoid this difficulty, some investigators decompose the carbonate by the NH_4Cl, steam-distillation technique of Shaw (1939), and follow this by use of the regular ammonium acetate procedure. Except for soils of very low exchange capacity, the author prefers to use less sample and to leach the soil with ammonium acetate solution until all the $CaCO_3$ has dissolved. Another alternative is to use the sodium acetate method of Bower et al. (1952). The solubility of $CaCO_3$ in 1*N* sodium acetate at pH 8.2 is much lower than it is in neutral, 1*N* ammonium acetate. Bower et al. (1952) observed that the CEC of soils by the sodium acetate method was unaffected by the presence of $CaCO_3$. The sodium acetate method has the additional advantage that, unlike ammonium, sodium does not decrease the exchange capacity of vermiculitic soils by becoming trapped in interlayer positions.

For those who wish to acquire a more complete understanding and background on CEC and its determination, the following publications will prove helpful: Chapman and Kelley (1930), Bradfield and Allison (1933), Mehlich (1939, 1945), Golden and Gammon (1943), Cantino (1944), Peech (1945), Schollenberger and Simon (1945), Peech et al. (1947), Piper (1947), Barrows and Drosdoff (1958), Toth (1949), Bower et al. (1952), Blume and Smith (1954), Pratt and Holowaychuck (1954), Jackson (1958), Blakemore and Metson (1960), and Peech et al. (1962).

57–2 CATION-EXCHANGE CAPACITY BY AMMONIUM SATURATION

57–2.1 Method of Ammonium Saturation

57–2.1.1 REAGENTS

1. Ammonium acetate (NH_4OAc), 1*N*: Dilute 114 ml. of glacial acetic acid (99.5%) with water to a volume of approximately 1 liter. Then add 138 ml. of concentrated ammonium hydroxide (NH_4OH), and add water to obtain a volume of about 1,980 ml. Check the pH of the resulting solution, add more NH_4OH as needed to obtain a reaction of pH 7, and dilute the solution to a volume of 2 liters with water.
2. Isopropyl alcohol, 99%.

3. Ammonium chloride (NH_4Cl), 1*N*, adjusted to pH 7.0 with NH_4OH.
4. Ammonium chloride (NH_4Cl), 0.25*N*, adjusted to pH 7.0 with NH_4OH.
5. Ammonium oxalate [$(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$], 10%.
6. Dilute ammonium hydroxide (NH_4OH): Add 1 volume of concentrated NH_4OH to an equal volume of water.
7. Silver nitrate ($AgNO_3$), 0.10*N*.

57–2.1.2 PROCEDURE

Place 10 g. of 2-mm., air-dried soil in a 500-ml. Erlenmeyer flask, and add 250 ml. of neutral, 1*N* NH_4OAc. Use 25 g. of soil if the exchange capacity is very low, e.g., 3 to 5 me. per 100 g. Shake the flask thoroughly, and allow it to stand overnight. Filter the soil with light suction using a 55-mm. Büchner funnel or a Pyrex Büchner funnel (Corning size No. 40). Do not allow the soil to become dry and cracked. Leach the soil with the neutral NH_4OAc reagent until no test for calcium can be obtained in the effluent solution. (For the calcium test, add a few drops of 1*N* NH_4Cl, 10% ammonium oxalate, and dilute NH_4OH to 10 ml. of the leachate in a test tube, and heat the solution to near the boiling point. The presence of calcium is indicated by a white precipitate or turbidity.) Save the leachate for the determination of exchangeable bases, as described in section 58. Then leach the soil four times with neutral 1*N* NH_4Cl and once with 0.25*N* NH_4Cl. Wash out the electrolyte with 150 to 200 ml. of 99% isopropyl alcohol. When the test for chloride in the leachate (use 0.10*N* $AgNO_3$) becomes negligible, allow the soil to drain thoroughly. Determine the adsorbed NH_4 either by the aeration method (section 57–2.2) or by the acid-NaCl method (section 57–2.3).

57–2.1.3 COMMENTS

According to Peech et al. (1962), some loss of ammoniated organic constituents occurs when ammonium-saturated soil is leached with 95% ethyl alcohol or 100% methyl alcohol to remove the residual electrolyte. In the past it has been customary to use one of these reagents. Some investigators have used NH_4OH to neutralize methyl alcohol to pH 7.0 with bromothymol blue as an indicator. Higher values for CEC are obtained where the excess electrolyte is removed by neutralized methyl alcohol rather than by untreated methyl alcohol. Peech et al. (1962) consider that the higher values obtained with the neutralized alcohol are caused by further adsorption of ammonium by the soil during the leaching process. It seems desirable, therefore, to abandon the use of both ethyl and methyl alcohol and to adopt the use of isopropyl alcohol, which causes less loss of ammoniated organic material.

57–2.2. Method of Aeration for Adsorbed Ammonium[2]

57–2.2.1 SPECIAL APPARATUS

Figure 57–1 shows one complete evolution and absorption unit. Make the inlet tube to the Kjeldahl evolution flask long enough to extend within 1 to 2 mm. of the bottom. Connect 6 to 12 such assemblies in series as shown in Fig. 57–2. Arrange to pass the entering stream of air through H_2SO_4 to remove any ammonia and through water to remove any H_2SO_4. At some point in the air line, place a flowmeter that will permit measure-

[2] Method of Potter and Snyder (1914) as modified by A. P. Vanselow, University of California, Riverside.

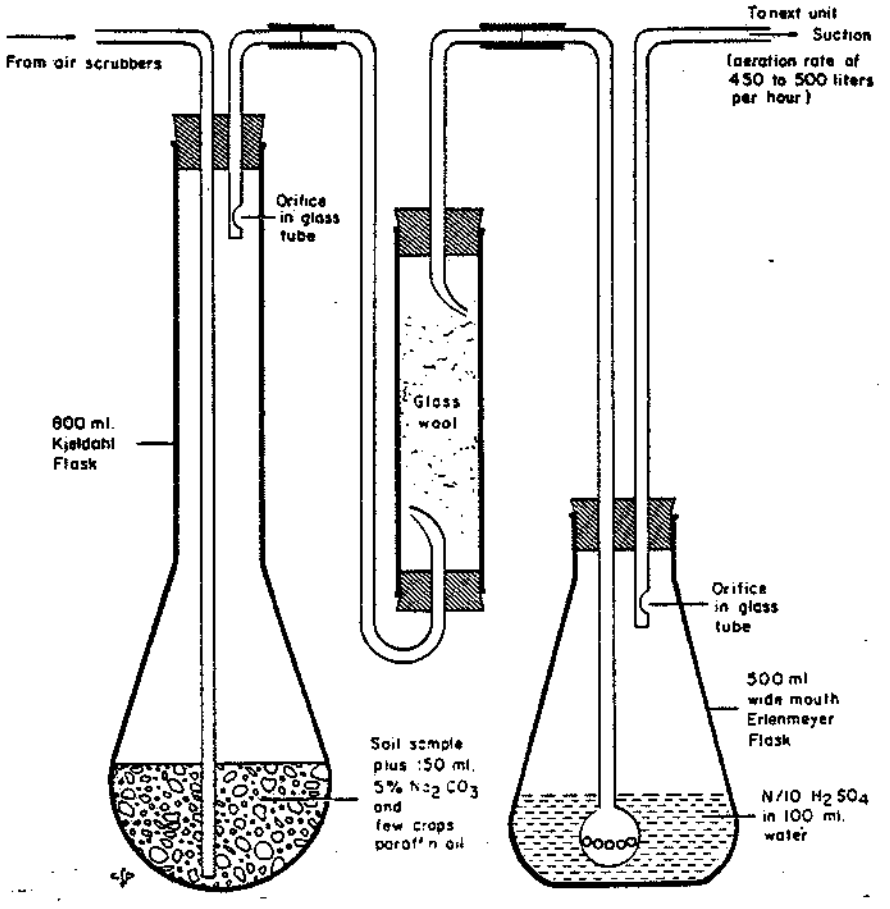


Fig. 57–1. Diagram of aeration unit for determination of absorbed ammonia. Six to twelve such units is a convenient number for routine work; they can be mounted on a portable rack. (Apparatus as modified by Dr. A. P. Vanselow, Dept. of Soils & Plant Nutrition, University of California, Riverside, Calif.)

ment of a flow rate of 450 to 500 liters of air per hour. Between the outlet end of the apparatus and the source of suction, place a check valve to prevent the solutions from sucking back in the event of failure of suction. Include also a flow-limiting device if the suction is unstable and subject to increases above the preset flow rate of 450 to 500 liters per hour.

57–2.2.2 REAGENTS

1. Sodium carbonate solution (Na_2CO_3), 5%.
2. Paraffin oil.
3. Sulfuric acid (H_2SO_4), 0.1*N* standard.
4. Sodium hydroxide (NaOH), 0.1*N* standard.
5. Methyl red indicator, 0.1% in 95% ethyl alcohol.

57–2.2.3 PROCEDURE

Place an excess of 0.1*N* standard H_2SO_4 in a 500-ml. Erlenmeyer flask of the aeration apparatus (50 ml. is an ample quantity for most soils), and add 10 drops of methyl red indicator and enough distilled water to make the total volume about 100 ml. Attach the flask to the apparatus. Then transfer the ammonium-saturated sample of soil (from section 57–2.1.2) quantitatively to the 800-ml. Kjeldahl flask located in the flow line just before the Erlenmeyer flask with the standard acid. Use a rubber policeman and a stream of distilled water from a wash bottle as needed to complete the trans-

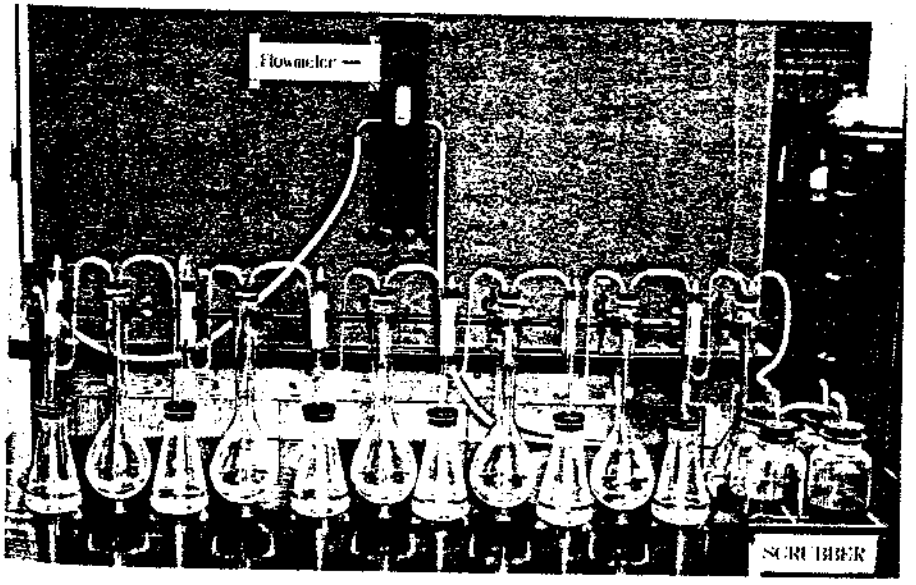


Fig. 57–2. Battery of six aeration units, together with flow meter and scrubbers. Scrubber train starting with air inlet consists of (*1*) empty bottle; (*2*) sulfuric acid, 10%; (*3*) empty bottle; (*4*) distilled water.

fer. Then add 150 ml. of Na_2CO_3 solution and a few drops of paraffin oil, and attach the flask to the apparatus.

Repeat the procedure in the preceding paragraph for each sample to be analyzed. Include one or more blanks without soil in each run. Then apply suction to the outflow end of the apparatus, and adjust the rate of flow to 450 to 500 liters of air per hour. Continue the aeration for 17 hours. Then shut off the suction, and remove the flasks in order for titration, beginning with the inlet end. Titrate the residual acid in the absorption solutions with standard 0.1*N* NaOH from the original red color through orange to yellow at the end point. From the titration values obtained with the soil and blank solutions, calculate the content of adsorbed ammonium in milligram equivalents per 100 g. of soil.

57–2.2.4 COMMENTS

In preparing and assembling the apparatus, it is important to have the inlet tube to the evolution flask come within 1 or 2 mm. of the bottom of the flask. Otherwise, the soil sample will tend to settle out. It is important also to keep to a minimum the amount of rubber tubing exposed at the connections between glass tubing. Small errors may result where long rubber connections are used.

The high rate of aeration employed makes the glass wool traps a necessity. In the absence of the traps, a fine spray of Na_2CO_3 solution finds its way into the standard acid in the absorption flask.

A multiperforated bulb is shown in the absorption flask in Fig. 57–1, but a bulb of this type is not necessary. Tests have demonstrated that even with a plain-ended delivery tube, no detectable amount of ammonia passes through the acid.

57–2.3 Method of Displacement and Distillation for Adsorbed Ammonium[3]

57–2.3.1 REAGENTS

1. Sodium chloride, NaCl (acidified): Prepare a 10% aqueous solution of NaCl (ammonia-free), and acidify it with enough HCl to make the solution approximately 0.005*N* with respect to acidity.
2. Sodium hydroxide (NaOH), 1*N*.
3. Boric acid (H_3BO_3), 2% solution.
4. Standard sulfuric acid (H_2SO_4), 0.1*N*.
5. Bromocresol green-methyl red mixed indicator: Triturate 0.1 g. of bromocresol green with 2 ml. of 0.1*N* NaOH in an agate mortar, and add 95% ethyl alcohol to obtain a total volume of 100 ml. Triturate 0.1 g. of methyl red with a few ml. of 95% ethyl alcohol in an agate mortar. Add 3 ml. of 0.1*N* NaOH, and dilute the solution to a volume of 100 ml.

[3] Modified from Peech (1945).

with 95% ethyl alcohol. Mix 75 ml. of the bromocresol green solution with 25 ml. of the methyl red solution, and dilute the mixture to 200 ml. with 95% ethyl alcohol.

57–2.3.2 *PROCEDURE*

Leach the ammonium-saturated soil from section 57–2.1.2 with 10% acidified NaCl until 225 ml. have passed through the sample. Add small portions at a time, allowing each portion to pass through the sample before adding the next portion. Transfer the leachate quantitatively to an 800-ml. Kjeldahl flask, add 25 ml. of 1*N* NaOH, and distill 60 ml. of the solution into 50 ml. of 2% H_3BO_3. Add 10 drops of bromocresol green-methyl red mixed indicator, and titrate the boric acid solution with standard 0.1*N* H_2SO_4. The color change is from bluish green through bluish purple to pink at the end point. Run blanks on the reagents. Correct the titration figure for the blanks, and calculate the milliequivalents of ammonium in 100 g. of soil.

57–3 CATION-EXCHANGE CAPACITY BY SODIUM SATURATION [4]

57–3.1 Reagents

1. Sodium acetate (NaOAc), 1.0*N*: Dissolve 136 g. of $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$ in water, and dilute it to 1,000 ml. The pH of this solution should be 8.2. If needed, add a few drops of acetic acid or NaOH solution to bring the reaction of the solution to pH 8.2.
2. Reagents 1 and 2 in section 57–2.1.1.

57–3.2 Procedure

Weigh 4 g. of medium- or fine-textured soil or 6 g. of coarse-textured soil, and transfer the sample to a 50-ml., round-bottom, narrow-neck centrifuge tube. Add 33 ml. of 1.0*N* NaOAc solution, stopper the tube, shake it in a mechanical shaker for 5 minutes, and centrifuge it until the supernatant liquid is clear. Decant the liquid, and repeat the extraction three more times. Then wash the sample in an identical manner with three 33-ml. portions of 99% isopropyl alcohol.

Using the shaking and centrifuging procedure of the preceding paragraph, replace the adsorbed Na with three 33-ml. portions of NH_4OAc reagent, decanting each washing into a 100-ml. volumetric flask. Dilute the solution to volume with NH_4OAc reagent. Determine the Na as described in section 62–3.3 or 72–2.2. Express the results in me. per 100 g. of oven-dry soil.

[4] Modified from Bower et al. (1952).

57–3.3 Comments

Bower et al. (1952) found that the amount of Ca + Mg removed from soil after four extractions with NaOAc was very small and that the pH of the fourth extract was 7.9 to 8.2, indicating that extraction was essentially complete.

57–4 CATION-EXCHANGE CAPACITY BY SUMMATION

In noncalcareous soils, and particularly in acid soils, the sum of the exchangeable hydrogen, as determined by the $BaCl_2$-triethanolamine procedure of section 59–3, and the exchangeable bases of section 58–2 provides the most accurate estimate of CEC. Alternatively, the sum of individual exchangeable bases found as described in sections 68, 71–3, and 72–3 may be employed in place of the total exchangeable bases.

57–5 LITERATURE CITED

Barrows, Harold L., and Drosdoff, Matthew. 1958. A comparison of methods for determining the base-exchange capacity of some soils of the lower Coastal Plain of the Southeastern United States. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 22:119–122.

Blakemore, L. C., and Metson, A. J. 1960. Micro-determination of cation-exchange capacity and total exchangeable bases. Soil Sci. 89:202–208.

Blume, James M., and Smith, Donald. 1954. Determination of exchangeable calcium and cation-exchange capacity by equilibration with Ca^{45}. Soil Sci. 77:9–17.

Bower, C. A., Reitemeier, R. F., and Fireman, M. 1952. Exchangeable cation analysis of saline and alkali soils. Soil Sci. 73:251–261.

Bradfield, R., and Allison, W. H. 1933. Criteria of base saturation in soils. Trans. Second Comm. Intern. Soc. Soil Sci. A:63–79.

Cantino, E. C. 1944. Semi-microdetermination of the exchange capacity of soils. Soil Sci. 57:399–404.

Chapman, H. D., and Kelley, W. P. 1930. The determination of the replaceable bases and the base exchange capacity of soils. Soil Sci. 30:391–406.

Chapman, H. D., and Pratt, Parker F. 1961. Methods of analysis for soils, plants, and waters. Div. of Agr. Sci. University of California, Berkeley.

Golden, L. B., Gammon, N., and Thomas, R. P. 1943. A comparison of methods of determining the exchangeable cations and the exchange capacity of Maryland soils. Soil Sci. Soc. Am. Proc. (1942) 7:154–161.

Hanna, W. J., and Reed, J. F. 1948. A comparison of ammonium acetate and buffered barium chloride methods for determining cation-exchange properties of limed soils. Soil Sci. 66:447–458.

Jackson, M. L. 1958. Soil Chemical Analysis. Prentice Hall, Inc., Englewood Cliffs, New Jersey.

Kelley, Walter P. 1948. Cation Exchange in Soils. Reinhold Publishing Corp., New York.

Mehlich, A. 1939. Use of triethanolamine acetate—barium hydroxide buffer for the determination of some base exchange properties and lime requirements of soil. Soil Sci. Soc. Am. Proc. (1938) 3:165–166.

Mehlich, A. 1945. Effect of type of soil colloid on cation absorption capacity and on exchangeable hydrogen and calcium as measured by different methods. Soil Sci. 60:289–304.

Peech, Michael. 1945. Determination of exchangeable cations and exchange capacity of soils—rapid micromethods utilizing centrifuge and spectrophotometer. Soil Sci. 59:25–38.

Peech, Michael, Alexander, L. T., Dean, L. A., and Reed, J. Fielding. 1947. Methods of soil analysis for soil-fertility investigations. U. S. Dept. Agr. Circ. 757.

Peech, M., Cowan, R. L., and Baker, J. H. 1962. A critical study of the $BaCl_2$—triethanolamine and the ammonium acetate methods for determining the exchangeable hydrogen content of soils. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 26:37–40.

Piper, C. S. 1947. Soil and Plant Analysis. Interscience Publishers, Inc., New York.

Potter, R. S., and Snyder, R. S. 1914. The determination of ammonium in soils. Iowa Agr. Exp. Sta. Res. Bull. 17.

Pratt, P. F., and Holowaychuck, N. A. 1954. A comparison of ammonium acetate, barium acetate, and buffered barium chloride methods of determining cation-exchange capacity. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 18:365–368.

Schollenberger, C. J., and Simon, R. H. 1945. Determination of exchange capacity and exchangeable bases in soil—ammonium acetate method. Soil Sci. 59:13–25.

Shaw, W. M. 1939. Report on the ammonium chloride—distillation procedure for the determination of exchangeable bases in soils. J. Assoc. Offic. Agr. Chemists 22:242–248.

Toth, S. J. 1949. Estimation of cation-exchange capacity and exchangeable Ca, K, and Na contents of soils by flame photometer techniques. Soil Sci. 67:439–445.

Appendix VIII

Hazardous Constituents

Acetonitrile (Ethanenitrile)
Acetophenone (Ethanone, 1-phenyl)
3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts (Warfarin)
2-Acetylaminofluorene (Acetamide, N-(9H-fluoren-2-yl)-)
Acetyl chloride (Ethanoyl chloride)
1-Acetyl-2-thiourea (Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-)
Acrolein (2-Propenal)
Acrylamide (2-Propenamide)
Acrylonitrile (2-Propenenitrile)
Aflatoxins
Aldrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a,8b-hexahydro-endo,exo-1,4:5,8-Dimethanonaphthalene)
Allyl alcohol (2-Propen-1-ol)
Aluminum phosphide
4-Aminobiphenyl ([1,1'-Biphenyl]-4-amine)
6-Amino-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8-(hydroxymethyl)-8a-methoxy-5-methyl-carbamate azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, (ester) (Mitomycin C)
(Azirino[2'3':3,4]pyrrolo(1,2-a]indole-4,7-dione, 6-amino-8-[[(amino-carbonyl}oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8amethoxy-5-methy-)
5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol (3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-)4-aminopyridine (4-Pyridinamine)
Amitrole (1H-1,2,4-Triazol-3-amine)
Aniline (Benzenamine)
Antimony and compounds, N.O.S.*
Aramite (Sulfurous acid, 2-chloroethyl-, 2-[4-(1,1-dimethylethyl]phenoxy]-1-methylethyl ester)
Arsenic and compounds, N.O.S.*
Arsenic acid (Orthoarsenic acid)
Arsenic pentoxide (Arsenic (V) oxide)
Arsenic trioxide (Arsenic (III) oxide)
Auramine (Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis[N,N-Dimethyl-, monohydrochloride)
Azaserine (L-Serine, diazoacetate (ester))
Barium and compounds, N.O.S.*
Barium cyanide
Benz[c]acridine (3,4-Benzacridine)
Benz[a]anthracene (1,2-Benzanthracene)
Benzene (Cyclohexatriene)
Benzenearsonic acid (Arsonic acid, phenyl-)
Benzene, dichloromethyl- (Benzal chloride)
Benzenethiol (Thiophenol)
Benzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'diamine)
Benzo[b]fluoranthene (2,3-Benzofluoranthene)
Benzo[j]fluoranthene (7,8-Benzofluoranthene)
Benzo[a]pyrene (3,4-Benzopyrene)
p-Benzoquinone (1,4-Cyclohexadienedione)
Benzotrichloride (Benzene, trichloromethyl-)
Benzyl chloride (Benzene, (chloromethyl)-)
Beryllium and compounds, N.O.S.*

* The abbreviation N.O.S. (not otherwise specified) signifies those members of the general class not specifically listed by name in this appendix.

Should be:
5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol (3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-)
4-aminopyridine (4-Pyridinamine)

Bis(2-chloroethoxy)methane (Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis[2-chloro-])
Bis(2-chloroethyl) ether (Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-])
N,N-Bis(2-chloroethyl)-2-naphthylamine (Chlornaphazine)
Bis(2-chloroisopropyl) ether (Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-])
Bis(chloromethyl) ether (Methane, oxybis[chloro-])
Bis(2-ethylhexyl) phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester)
Bromoacetone (2-Propanone, 1-bromo-)
Bromomethane (Methyl bromide)
4-Bromophenyl phenyl ether (Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-)
Brucine (Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-)
2-Butanone peroxide (Methyl ethyl ketone, peroxide)
Butyl benzyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl phenylmethyl ester)
2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol (DNBP) (Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-)
Cadmium and compounds, N.O.S.*
Calcium chromate (Chromic acid, calcium salt)
Calcium cyanide
Carbon disulfide (Carbon bisulfide)
Carbon oxyfluoride (Carbonyl fluoride)
Chloral (Acetaldehyde, trichloro-)
Chlorambucil (Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)amino]benzene-)
Chlordane (alpha and gamma isomers) (4,7-Methanoindan, 1,2,4,5,6,7,8,8-octachloro-3,4,7,7a-tetrahydro-) (alpha and gamma isomers)
Chlorinated benzenes, N.O.S.*
Chlorinated ethane, N.O.S.*
Chlorinated fluorocarbons, N.O.S.*
Chlorinated naphthalene, N.O.S.*
Chlorinated phenol, N.O.S.*
Chloroacetaldehyde (Acetaldehyde, chloro-)
Chloroalkyl ethers, N.O.S.*
p-Chloroaniline (Benzenamine, 4-chloro-)
Chlorobenzene (Benzene, chloro-)
Chlorobenzilate (Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester)
p-Chloro-m-cresol (Phenol, 4-chloro-3-methyl)
1-Chloro-2,3-epoxypropane (Oxirane, 2-(chloromethyl)-)
2-Chloroethyl vinyl ether (Ethene, (2-chloroethoxy)-)
Chloroform (Methane, trichloro-)
Chloromethane (Methyl chloride)
Chloromethyl methyl ether (Methane, chloromethoxy-)
2-Chloronaphthalene (Naphthalene, beta-chloro-)
2-Chlorophenol (Phenol, o-chloro-)
1-(o-Chlorophenyl)thiourea (Thiourea, (2-chlorophenyl)-)
3-Chloropropionitrile (Propanenitrile, 3-chloro-)

Chromium and compounds, N.O.S.*
Chrysene (1,2-Benzphenanthrene)
Citrus red No. 2 (2-Naphthol, 1-[(2,5-dimethoxyphenyl]azo]-)
Coal tars
Copper cyanide
Creosote (Creosote, wood)
Cresols (Cresylic acid) (Phenol, methyl-)
Crotonaldehyde (2-Butenal)
Cyanides (soluble salts and complexes), N.O.S.*
Cyanogen (Ethanedinitrile)
Cyanogen bromide (Bromine cyanide)
Cyanogen chloride (Chlorine cyanide)
Cycasin (beta-D-Glucopyranoside, (methyl-ONN-azoxy)methyl-)
2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol (Phenol, 2-cyclohexyl-4,6-dinitro-)
Cyclophosphamide (2H-1,3,2-Oxazaphosphorine, [bis(2-chloroethyl]amino]-tetrahydro-, 2-oxide)
Daunomycin (5,12-Naphthacenedione, (8S-cis)-8-acetyl-10-[(3-amino-2,3,6-trideoxy)-alpha-L-lyxo-hexopyranosyl]oxy]-7,8,9,10-tetrahydro-6,8,11-trihydroxy-1-methoxy-)
DDD (Dichlorodiphenyldichloroethane) (Ethane, 1,1-dichloro-2,2-bis(p-chlorophenyl]-)
DDE (Ethylene, 1,1-dichloro-2,2-bis(4-chlorophenyl]-)
DDT (Dichlorodiphenyltrichloroethane) (Ethane, 1,1,1-trichloro-2,2-bis(p-chlorophenyl]-)
Diallate (S-(2,3-dichloroallyl) diisopropylthiocarbamate)
Dibenz[a,h]acridine (1,2,5,6-Dibenzacridine)
Dibenz[a,j]acridine (1,2,7,8-Dibenzacridine)
Dibenz[a,h]anthracene (1,2,5,6-Dibenzanthracene)
7H-Dibenzo[c,g]carbazole (3,4,5,6-Dibenzcarbazole)
Dibenzo[a,e]pyrene (1,2,4,5-Dibenzpyrene)
Dibenzo[a,h]pyrene (1,2,5,6-Dibenzpyrene)
Dibenzo[a,i]pyrene (1,2,7,8-Dibenzpyrene)

1,2-Dibromo-3-chloropropane (Propane, 1,2-dibromo-3-chloro-)
1,2-Dibromoethane (Ethylene dibromide)
Dibromomethane (Methylene bromide)
Di-n-butyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester)
o-Dichlorobenzene (Benzene, 1,2-dichloro-)
m-Dichlorobenzene (Benzene, 1,3-dichloro-)
p-Dichlorobenzene (Benzene, 1,4-dichloro-)
Dichlorobenzene, N.O.S.* (Benzene, dichloro-, N.O.S.*)
3,3'-Dichlorobenzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dichloro-)
1,4-Dichloro-2-butene (2-Butene, 1,4-dichloro-)
Dichlorodifluoromethane (Methane, dichlorodifluoro-)
1,1-Dichloroethane (Ethylidene dichloride)
1,2-Dichloroethane (Ethylene dichloride)
trans-1,2-Dichloroethene (1,2-Dichloroethylene)
Dichloroethylene, N.O.S.* (Ethene, dichloro-, N.O.S.*)
1,1-Dichloroethylene (Ethene, 1,1-dichloro-)
Dichloromethane (Methylene chloride)
2,4-Dichlorophenol (Phenol, 2,4-dichloro-)
2,6-Dichlorophenol (Phenol, 2,6-dichloro-)
2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D), salts and esters (Acetic acid, 2,4-dichlorophenoxy-, salts and esters)

Dichlorophenylarsine (Phenyl dichloroarsine)
Dichloropropane, N.O.S.* (Propane, dichloro-, N.O.S.*)
1,2-Dichloropropane (Propylene dichloride)
Dichloropropanol, N.O.S.* (Propanol, dichloro-, N.O.S.*)
Dichloropropene, N.O.S.* (Propene, dichloro-, N.O.S.*)
1,3-Dichloropropene (1-Propene, 1,3-dichloro-)
Dieldrin (1,2,3,4,10,10-hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octa-hydro-endo,exo-1,4:5,8-Dimethanonaphthalene)
1,2:3,4-Diepoxybutane (2,2'-Bioxirane)
Diethylarsine (Arsine, diethyl-)
N,N-Diethylhydrazine (Hydrazine, 1,2-diethyl)
O,O-Diethyl S-methyl ester of phosphorodithioic acid (Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-methyl ester
O,O-Diethylphosphoric acid, O-p-nitrophenyl ester (Phosphoric acid, diethyl p-nitrophenyl ester)
Diethyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester)
O,O-Diethyl O-2-pyrazinyl phosphorothioate (Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-pyrazinyl ester
Diethylstilbesterol (4,4'-Stilbenediol, alpha,alpha-diethyl, bis(dihydrogen phosphate, (E)-)
Dihydrosafrole (Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propyl-)
3,4-Dihydroxy-alpha-(methylamino)methyl benzyl alcohol (1,2-Benzenediol, 4-[1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl]-)
Diisopropylfluorophosphate (DFP) (Phosphorofluoridic acid, bis(1-methylethyl) ester)
Dimethoate (Phosphorodithioic acid, O,O-dimethyl S-[2-(methylamino)-2-oxoethyl] ester
3,3'-Dimethoxybenzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'diamine, 3-3'-dimethoxy-)
p-Dimethylaminoazobenzene (Benzenamine, N,N-dimethyl-4-(phenylazo)-)
7,12-Dimethylbenz[a]anthracene (1,2-Benzanthracene, 7,12-dimethyl-)

3,3'-Dimethylbenzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dimethyl-)
Dimethylcarbamoyl chloride (Carbamoyl chloride, dimethyl-)
1,1-Dimethylhydrazine (Hydrazine, 1,1-dimethyl-)
1,2-Dimethylhydrazine (Hydrazine, 1,2-dimethyl-)
3,3-Dimethyl-1-(methylthio)-2-butanone, O-[(methylamino) carbonyl]oxime (Thiofanox)
alpha,alpha-Dimethylphenethylamine (Ethanamine, 1,1-dimethyl-2-phenyl-)
2,4-Dimethylphenol (Phenol, 2,4-dimethyl-)
Dimethyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester)
Dimethyl sulfate (Sulfuric acid, dimethyl ester)
Dinitrobenzene, N.O.S.* (Benzene, dinitro-, N.O.S.*)
4,6-Dinitro-o-cresol and salts (Phenol, 2,4-dinitro-6-methyl-, and salts)
2,4-Dinitrophenol (Phenol, 2,4-dinitro-)
2,4-Dinitrotoluene (Benzene, 1-methyl-2,4-dinitro-)
2,6-Dinitrotoluene (Benzene, 1-methyl-2,6-dinitro-)

Di-n-octyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, dioctyl ester)
1,4-Dioxane (1,4-Diethylene oxide)
Diphenylamine (Benzenamine, N-phenyl-)
1,2-Diphenylhydrazine (Hydrazine, 1,2-diphenyl-)
Di-n-propylnitrosamine (N-Nitroso-di-n-propylamine)
Disulfoton (O,O-diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] phosphorodithioate)
2,4-Dithiobiuret (Thioimidodicarbonic diamide)
Endosulfan (5-Norbornene, 2,3-dimethanol, 1,4,5,6,7,7-hexachloro-, cyclic sulfite)
Endrin and metabolites (1,2,3,4,10,10-hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,endo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene, and metabolites)
Ethyl carbamate (Urethan) (Carbamic acid, ethyl ester)
Ethyl cyanide (propanenitrile)
Ethylenebisdithiocarbamic acid, salts and esters (1,2-Ethanediylbiscarbamodithioic acid, salts and esters
Ethylenimine (Aziridine)
Ethylene oxide (Oxirane)
Ethylenethiourea (2-Imidazolidinethione)
Ethyl methacrylate (2-Propenoic acid, 2-methyl-, ethyl ester)
Ethyl methanesulfonate (Methanesulfonic acid, ethyl ester)
Fluoranthene (Benzo[j,k]fluorene)
Fluorine
2-Fluoroacetamide (Acetamide, 2-fluoro-)
Fluoroacetic acid, sodium salt (Acetic acid, fluoro-, sodium salt)
Formaldehyde (Methylene oxide)
Formic acid (Methanoic acid)
Glycidylaldehyde (1-Propanol-2,3-epoxy)
Halomethane, N.O.S.*
Heptachlor (4,7-Methano-1H-indene, 1,4,5,6,7,8,8-heptachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-)
Heptachlor epoxide (alpha, beta, and gamma isomers) (4,7-Methano-1H-indene, 1,4,5,6,7,8,8-heptachloro-2,3-epoxy-3a,4,7,7-tetrahydro-, alpha, beta, and gamma isomers)
Hexachlorobenzene (Benzene, hexachloro-)
Hexachlorobutadiene (1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-)
Hexachlorocyclohexane (all isomers) (Lindane and isomers)
Hexachlorocyclopentadiene (1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-hexachloro-)
Hexachloroethane (Ethane, 1,1,1,2,2,2-hexachloro-)
1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo,endo-dimethanonaphthalene (Hexachlorohexahydro-endo,endo-dimethanonaphthalene)
Hexachlorophene (2,2'-Methylenebis(3,4,6-trichlorophenol))
Hexachloropropene (1-Propene, 1,1,2,3,3,3-hexachloro-)
Hexaethyl tetraphosphate (Tetraphosphoric acid, hexaethyl ester)
Hydrazine (Diamine)
Hydrocyanic acid (Hydrogen cyanide)
Hydrofluoric acid (Hydrogen fluoride)
Hydrogen sulfide (Sulfur hydride)
Hydroxydimethylarsine oxide (Cacodylic acid)
Indeno(1,2,3-cd)pyrene (1,10-(1,2-phenylene)pyrene)
Iodomethane (Methyl iodide)
Iron dextran (Ferric dextran)
Isocyanic acid, methyl ester (Methyl isocyanate)
Isobutyl alcohol (1-Propanol, 2-methyl-)
Isosafrole (Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-allyl-)
Kepone (Decachlorooctahydro-1,3,4-Methano-2H-cyclobuta[cd]pentalen-2-one)
Lasiocarpine (2-Butenoic acid, 2-methyl-, 7-[[2,3-dihydroxy-2-(1-methoxyethyl)-3-methyl-1-oxobutoxy)methyl]-2,3,5,7a-tetrahydro-1H-pyrrolizin-1-yl ester)
Lead and compounds, N.O.S.*
Lead acetate (Acetic acid, lead salt)
Lead phosphate (Phosphoric acid, lead salt)
Lead subacetate (Lead, bis(acetato-O)tetrahydroxytri-)
Maleic anhydride (2,5-Furandione)
Maleic hydrazide (1,2-Dihydro-3,6-pyridazinedione)
Malononitrile (Propanedinitrile)
Melphalan (Alanine, 3-[p-bis(2-chloroethyl)amino]phenyl-, L-)
Mercury fulminate (Fulminic acid, mercury salt)
Mercury and compounds, N.O.S.*
Methacrylonitrile (2-Propenenitrile, 2-methyl-)
Methanethiol (Thiomethanol)
Methapyrilene (Pyridine, 2-[(2-dimethylamino)ethyl]-2-thenylamino-)
Methomyl (Acetimidic acid, N-[(methylcarbamoyl)oxy]thio-, methyl ester
Methoxychlor (Ethane, 1,1,1-trichloro-2,2'-bis(p-methoxyphenyl)-)
2-Methylaziridine (1,2-Propylenimine)
3-Methylcholanthrene (Benz[j]aceanthrylene, 1,2-dihydro-3-methyl-)
Methyl chlorocarbonate (Carbonochloridic acid, methyl ester)
4,4'-Methylenebis(2-chloroaniline) (Benzenamine, 4,4'-methylenebis-(2-chloro-)
Methyl ethyl ketone (MEK) (2-Butanone)
Methyl hydrazine (Hydrazine, methyl-)
2-Methyllactonitrile (Propanenitrile, 2-hydroxy-2-methyl-)
Methyl methacrylate (2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester)
Methyl methanesulfonate (Methanesulfonic acid, methyl ester)
2-Methyl-2-(methylthio)propionaldehyde-o-(methylcarbonyl) oxime (Propanal, 2-methyl-2-(methylthio)-, O-[(methylamino)carbonyl]oxime)
N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine (Guanidine, N-nitroso-N-methyl-N'-nitro-)
Methyl parathion (O,O-dimethyl O-(4-nitrophenyl) phosphorothioate)
Methylthiouracil (4-1H-Pyrimidinone, 2,3-dihydro-6-methyl-2-thioxo-)
Mustard gas (Sulfide, bis(2-chloroethyl)-)
Naphthalene
1,4-Naphthoquinone (1,4-Naphthalenedione)
1-Naphthylamine (alpha-Naphthylamine)
2-Naphthylamine (beta-Naphthylamine)
1-Naphthyl-2-thiourea (Thiourea, 1-naphthalenyl-)
Nickel and compounds, N.O.S.*
Nickel carbonyl (Nickel tetracarbonyl)
Nickel cyanide (Nickel (II) cyanide)
Nicotine and salts (Pyridine, (S)-3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl)-, and salts)

Nitric oxide (Nitrogen (II) oxide)
p-Nitroaniline (Benzenamine, 4-nitro-)
Nitrobenzine (Benzene, nitro-)
Nitrogen dioxide (Nitrogen (IV) oxide)
Nitrogen mustard and hydrochloride salt (Ethanamine, 2-chloro-, N-(2-chloroethyl)-N-methyl-, and hydrochloride salt)
Nitrogen mustard N-Oxide and hydrochloride salt (Ethanamine, 2-chloro-, N-(2-chloroethyl)-N-methyl-, and hydrochloride salt)
Nitroglycerine (1,2,3-Propanetriol, trinitrate)
4-Nitrophenol (Phenol, 4-nitro-)
4-Nitroquinoline-1-oxide (Quinoline, 4-nitro-1-oxide-)
Nitrosamine, N.O.S.*
N-Nitrosodi-n-butylamine (1-Butanamine, N-butyl-N-nitroso-)
N-Nitrosodiethanolamine (Ethanol, 2,2'-(nitrosoimino)bis-)
N-Nitrosodiethylamine (Ethanamine, N-ethyl-N-nitroso-)
N-Nitrosodimethylamine (Dimethylnitrosamine)
N-Nitroso-N-ethylurea (Carbamide, N-ethyl-N-nitroso-)
N-Nitrosomethylethylamine (Ethanamine, N-methyl-N-nitroso-)
N-Nitroso-N-methylurea (Carbamide, N-methyl-N-nitroso-)
N-Nitroso-N-methylurethane (Carbamic acid, methylnitroso-, ethyl ester)
N-Nitrosomethylvinylamine (Ethenamine, N-methyl-N-nitroso-)
N-Nitrosomorpholine (Morpholine, N-nitroso-)
N-Nitrosonornicotine (Nornicotine, N-nitroso-)
N-Nitrosopiperidine (Pyridine, hexahydro-, N-nitroso-)
Nitrosopyrrolidine (Pyrrole, tetrahydro-, N-nitroso-)
N-Nitrososarcosine (Sarcosine, N-nitroso-)
5-Nitro-o-toluidine (Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-)
Octamethylpyrophosphoramide (Diphosphoramide, octamethyl-)
Osmium tetroxide (Osmium (VIII) oxide)
7-Oxabicyclo[2.2.1]heptane-2,3-dicarboxylic acid (Endothal)
Paraldehyde (1,3,5-Trioxane, 2,4,6-trimethyl-)
Parathion (Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(p-nitrophenyl) ester
Pentachlorobenzene (Benzene, pentachloro-)
Pentachloroethane (Ethane, pentachloro-)
Pentachloronitrobenzene (PCNB) (Benzene, pentachloronitro-)
Pentachlorophenol (Phenol, pentachloro-)
Phenacetin (Acetamide, N-(4-ethoxyphenyl)-)
Phenol (Benzene, hydroxy-)
Phenylenediamine (Benzenediamine)
Phenylmercury acetate (Mercury, acetatophenyl-)
N-Phenylthiourea (Thiourea, phenyl-)
Phosgene (Carbonyl chloride)
Phosphine (Hydrogen phosphide)
Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-[(ethylthio)methyl] ester (Phorate)
Phosphorothioic acid, O,O-dimethyl O-[p-[(dimethylamino)sulfonyl]phenyl] ester (Famphur)
Phthalic acid esters, N.O.S.* (Benzene, 1,2-dicarboxylic acid, esters, N.O.S.*)
Phthalic anhydride (1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride)
2-Picoline (Pyridine, 2-methyl-)
Polychlorinated biphenyl, N.O.S.*
Potassium cyanide
Potassium silver cyanide (Argentate(1-), dicyano-, potassium)
Pronamide (3,5-Dichloro-N-(1,1-dimethyl-2-propynyl)benzamide)
1,3-Propane sultone (1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide)
n-Propylamine (1-Propanamine)
Propylthiouracil (Undecamethylenediamine, N,N'-bis(2-chlorobenzyl)-, dihydrochloride)
2-Propyn-1-ol (Propargyl alcohol)
Pyridine
Reserpine (Yohimban-16-carboxylic acid, 11,17-dimethoxy-18-[(3,4,5-trimethoxybenzoyl)oxy]-, methyl ester)
Resorcinol (1,3-Benzenediol)
Saccharin and salts (1,2-Benzoisothiazolin-3-one, 1,1-dioxide, and salts)
Safrole (Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-allyl-)
Selenious acid (Selenium dioxide)
Selenium and compounds, N.O.S.*
Selenium sulfide (Sulfur selenide)
Selenourea (Carbamimidoselenoic acid)
Silver and compounds, N.O.S.*
Silver cyanide
Sodium cyanide
Streptozotocin (D-Glucopyranose, 2-deoxy-2-(3-methyl-3-nitrosoureido)-)
Strontium sulfide
Strychnine and salts (Strychnidin-10-one, and salts)
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene (Benzene, 1,2,4,5-tetrachloro-)
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-dioxin (TCDD) (Dibenzo-p-dioxin, 2,3,7,8-tetrachloro-)
Tetrachloroethane, N.O.S.* (Ethane, tetrachloro-, N.O.S.*)
1,1,1,2-Tetrachloroethane (Ethane, 1,1,1,2-tetrachloro-)
1,1,2,2-Tetrachloroethane (Ethane, 1,1,2,2-tetrachloro-)
Tetrachloroethane (Ethene, 1,1,2,2-tetrachloro-)
Tetrachloromethane (Carbon tetrachloride)
2,3,4,5-Tetrachlorophenol (Phenol, 2,3,4,6-tetrachloro-)
Tetraethyldithiopyrophosphate (Dithiopyrophosphoric acid, tetraethyl-ester)
Tetraethyl lead (Plumbane, tetraethyl-)
Tetraethylpyrophosphate (Pyrophosphoric acid, tetraethyl ester)
Tetranitromethane (Methane, tetranitro-)
Thallium and compounds, N.O.S.*
Thallic oxide (Thallium (III) oxide)
Thallium (I) acetate (Acetic acid, thallium (I) salt)
Thallium (I) carbonate (Carbonic acid, dithallium (I) salt)
Thallium (I) chloride
Thallium (I) nitrate (Nitric acid, thallium (I) salt)
Thallium selenite
Thallium (I) sulfate (Sulfuric acid, thallium (I) salt)
Thioacetamide (Ethanethioamide)
Thiosemicarbazide (Hydrazinecarbothioamide)
Thiourea (Carbamide thio-)
Thiuram (Bis(dimethylthiocarbamoyl) disulfide)

- Should be:
1,1,2,2-Tetrachloroethylene (Ethene, 1,1,2,2-tetrachloro-)

Toluene (Benzene, methyl-)
Toluenediamine (Diaminotoluene)
o-Toluidine hydrochloride (Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride)
Tolylene diisocyanate (Benzene, 1,3-diisocyanatomethyl-)
Toxaphene (Camphene, octachloro-)
Tribromomethane (Bromoform)
1,2,4-Trichlorobenzene (Benzene, 1,2,4-trichloro-)
1,1,1-Trichloroethane (Methyl chloroform)
1,1,2-Trichloroethane (Ethane, 1,1,2-trichloro-)
Trichloroethene (Trichloroethylene)
Trichloromethanethiol (Methanethiol, trichloro-)
Trichloromonofluoromethane (Methane, trichlorofluoro-)
2,4,5-Trichlorophenol (Phenol, 2,4,5-trichloro-)
2,4,6-Trichlorophenol (Phenol, 2,4,6-trichloro-)
2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid (2,4,5-T) (Acetic acid, 2,4,5-trichlorophenoxy-)
2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid (2,4,5-TP) (Silvex) (Propionoic acid, 2-(2,4,5-trichlorophenoxy)-)
Trichloropropane, N.O.S.* (Propane, trichloro-, N.O.S.*)
1,2,3-Trichloropropane (Propane, 1,2,3-trichloro-)
O,O,O-Triethyl phosphorothioate (Phosphorothioic acid, O,O,O-triethyl ester)
sym-Trinitrobenzene (Benzene, 1,3,5-trinitro-)
Tris(1-azridinyl) phosphine sulfide (Phosphine sulfide, tris(1-aziridinyl-)
Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate (1-Propanol, 2,3-dibromo-, phosphate)
Trypan blue (2,7-Naphthalenedisulfonic acid, 3,3'-[(3,3'-dimethyl[1,1'-biphenyl]-4,4'-diyl)bis(azo)]bis(5-amino-4-hydroxy-, tetrasodium salt)
Uracil mustard (Uracil 5-[bis(2-chloroethyl)amino]-)
Vanadic acid, ammonium salt (ammonium vanadate)
Vanadium pentoxide (Vanadium (V) oxide)
Vinyl chloride (Ethene, chloro-)
Zinc cyanide
Zinc phosphide

(4) When mixed with water, it generates toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.

(5) It is a cyanide or sulfide bearing waste which, when exposed to pH conditions between 2 and 12.5, can generate toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.

(6) It is capable of detonation or explosive reaction if it is subjected to a strong initiating source or if heated under confinement.

(7) It is readily capable of detonation or explosive decomposition or reaction at standard temperature and pressure.

(8) It is a forbidden explosive as defined in 49 CFR 173.51, or a Class A explosive as defined in 49 CFR 173.53 or a Class B explosive as defined in 49 CFR 173.88.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of reactivity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D003.

§ 261.24 Characteristic of EP Toxicity.

(a) A solid waste exhibits the characteristic of EP toxicity if, using the test methods described in Appendix II or equivalent methods approved by the Administrator under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21, the extract from a representative sample of the waste contains any of the contaminants listed in Table I at a concentration equal to or greater than the respective value given in that Table. Where the waste contains less than 0.5 percent filterable solids, the waste itself, after filtering, is considered to be the extract for the purposes of this section.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of EP toxicity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number specified in Table I which corresponds to the toxic contaminant causing it to be hazardous.

TABLE I.—MAXIMUM CONCENTRATION OF CONTAMINANTS FOR CHARACTERISTIC OF EP TOXICITY

EPA hazardous waste number	Contaminant	Maximum concentration (milligrams per liter)
D004	Arsenic	5.0
D005	Barium	100.0
D006	Cadmium	1.0
D007	Chromium	5.0
D008	Lead	5.0
D009	Mercury	0.2
D010	Selenium	1.0
D011	Silver	5.0
D012	Endrin (1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-endo, endo-5,8-dimethano naphthalene.	0.02
D013	Lindane (1,2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexane, gamma isomer.	0.4
D014	Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2,2-bis (p-methoxyphenyl)ethane).	10.0
D015	Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$, Technical chlorinated camphene, 67–69 percent chlorine).	0.5
D016	2,4-D, (2,4-Dichlorophenoxyacetic acid).	10.0
D017	2,4,5-TP Silvex (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid).	1.0

Subpart D—Lists of Hazardous Wastes

§ 261.30 General.

(a) A solid waste is a hazardous waste if it is listed in this Subpart, unless it has been excluded from this list under §§ 260.20 and 260.22.

(b) The Administrator will indicate his basis for listing the classes or types of wastes listed in this Subpart by em-

(8) NACE Standard TM-01-69 is titled, "Test Method Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries," 1969 edition.

(9) IME Standard 22 is titled, "IME Standard for the Safe Transportation of Class C Detonators (Blasting Caps) in a Vehicle With Certain Other Explosives," Revised March 21, 1979 (IME Safety Library Publication No. 22).

(10) IAEA "Regulations for the Safe Transport of Radioactive Materials", 1967 Edition and 1973 Revised Edison, Safety Series, No. 6.

(11) United States Atomic Energy Commission (USAEC):

(i) Title 10, Code of Federal Regulations, Part 71 is titled, "Packaging of Radioactive Materials for Transport and Transportation of Radioactive Materials Under Certain Conditions."

(12) U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards Handbook H28 (1957)—Part II is titled, "Screw-Thread Standards for Federal Services 1957," December 1966 edition.

(13) National Wooden Box Association's Specification 1-1B is titled "Specifications for Nailed Wooden and Lock Corner Boxes for Industrial Use," May 1958. Amended in part October 1961.

(14) American Water Works Association (AWWA) Standard C207-55 is titled, "AWWA Standard for Steel Pipe Flanges," 1955 edition.

(15) American Welding Society (AWS):

(i) AWS Code B-3.0 is titled, "Standard Qualification Procedure," 1972 edition.

(ii) AWS Code D-1.0 is titled, "Code for Welding in Building Construction," 1966 edition.

(16) USDC, CAPE-1662, one of the series of "Civilian Applications Program Engineering Drawings" which is a package of information including drawings and bills of material, describing phenolic-foam insulated, protective overpacks.

(i) USDC, USDOE Material and Equipment Specification No. SP-9, Rev. 1, and Supplement, is titled "Fire Resistant Phenolic Foam."

(ii) USDC, ORO-651 is titled, "Uranium Hexafluoride Handling Procedures and Container Criteria," Revision 3, 1972 edition.

(17) "International Maritime Dangerous Goods Code," (IMCO Code), Volumes I, II, III and IV, 1977 Edition, and Amendments 14-76, 15-77, and 16-78 thereto.

(18) "Uniform Freight Classification 11."

(19) General Services Administration, Federal Specification RR-C-901b is titled "Cylinders, Compressed Gas: With Valve or Plug and Cap; ICC 3AA," August 1, 1967.

(20) NIOSH Registry is titled, "Registry of Toxic Effects of Chemical Substances," 1978 edition, available from the Superintendent of Documents.

(21) United Nations Recommendations (UN Recommendations) is titled, "Transport of Dangerous Goods (1977)."

(22) SADT is titled, "Self Accelerating Decomposition Temperature Test," published by the OPPSD.

(e) Matters referenced by footnote are included as part of the regulations of this subchapter.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53, App. A to Part 1, and paragraph (a) of App. A to Part 106)

[Amdt. 171-4, 34 FR 18247, Nov. 14, 1969]

NOTE: For amendments to § 171.7 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 171.8 Definitions and abbreviations.

In this subchapter,

"Approved" means approval issued or recognized by the Department unless otherwise specifically indicated in this subchapter.

"Away from" See § 176.83.

"Barge" means a non-selfpropelled vessel.

"Bottle" means a container having a neck of relatively smaller cross section than the body and an opening capable of holding a closure for retention of the contents.

"Break-bulk" means packages of hazardous materials that are handled individually, palletized, or unitized for purposes of transportation as opposed to bulk and containerized freight.

"Bureau of Explosives" means the Bureau of Explosives (B of E) of the Association of American Railroads.

"C" means Celsius or Centigrade.

"Captain of the Port" means the Officer of the Coast Guard, under the command of a District Commander, so designated by the Commandant for the purpose of giving immediate direction to Coast Guard law enforcement activities within his assigned area or, with respect to remaining areas in his District not assigned to officers designated by the Commandant, the District Commander.

"Carfloat" means a vessel that operates on a short run on an irregular basis and serves one or more points in a port area as an extension of a rail line or highway over water, and does not operate in ocean, coastwise, or ferry service.

"Cargo-only aircraft" means an aircraft that is used to transport cargo and is not engaged in carrying passengers.

"Cargo tank" means any tank permanently attached to or forming a part of any motor vehicle or any bulk liquid or compressed gas packaging not permanently attached to any motor vehicle which by reason of its size, construction, or attachment to a motor vehicle, is loaded or unloaded without being removed from the motor vehicle. Any packaging fabricated under specifications for cylinders is not a cargo tank.

"Cargo vessel" means: (1) Any vessel other than a passenger vessel; and

(2) Any ferry being operated under authority of a change of character certificate issued by a Coast Guard Officer-in-Charge, Marine Inspection.

"Carrier" means a person engaged in the transportation of passengers or property by:

(1) Land or water, as a common, contract, or private carrier, or

(2) Civil aircraft.

"CC" means closed-cup.

"Character of vessel" means the type of service in which the vessel is engaged at the time of carriage of a hazardous material.

"Class A explosives" See § 173.53.

"Class B explosives" See § 173.88.

"Class C explosives" See § 173.100.

"COFC" means container-on-flatcar.

"Combustible liquid" See § 173.115.

"Compressed gas" See § 173.300.

"Consumer commodity" means a material that is packaged and distributed in a form intended or suitable for sale through retail sales agencies or instrumentalities for consumption by individuals for purposes of personal care or household use. This term also includes drugs and medicines.

"Containership" means a cargo vessel designed and constructed to transport, within specifically designed cells, portable tanks and freight containers which are lifted on and off with their contents intact.

"Corrosive material" See § 173.240.

"Crewmember" means a person assigned to perform duty in an aircraft during flight time.

"Cylinder" means a pressure vessel designed for pressures higher than 40 psia and having a circular cross section. It does not include a portable tank, multi-unit tank car tank, cargo tank, or tank car.

"District Commander" means the District Commander of the Coast Guard, or his authorized representative, who has jurisdiction in the particular geographical area.

"DOD" means the U.S. Department of Defense.

"Designated facility" means a hazardous waste treatment, storage, or disposal facility that has been designated on the manifest by the generator.

"Engine" means a locomotive propelled by any form of energy and used by a railroad.

"EPA" means U.S. Environmental Protection Agency.

"Etiologic agent" See § 173.386.

"F" means degree Fahrenheit.

"Ferry vessel" means a vessel which is limited in its use to the carriage of deck passengers or vehicles or both, operates on a short run on a frequent schedule between two points over the most direct water route, other than in ocean or coastwise service, and is offered as a public service of a type normally attributed to a bridge or tunnel.

"Flammable gas" See § 173.300(b).

"Flammable liquid" See § 173.115 (a)(1).

"Flammable solid" See § 173.150.

"Flash point" means the minimum temperature at which a substance gives off flammable vapors which in contact with spark or flame will ignite. For liquids, see § 173.115 and for solids, see § 173.150.

"Freight container" means a reusable container having a volume of 64 cubic feet or more, designed and constructed to permit being lifted with its contents intact and intended primarily for containment of packages (in unit form) during transportation.

"Fuel tank" means a tank other than a cargo tank, used to transport flammable or combustible liquid, or compressed gas for the purpose of supplying fuel for propulsion of the transport vehicle to which it is attached, or for the operation of other equipment on the transport vehicle.

"Full load" applies only to radioactive materials. See § 173.389 of this subchapter for its definition.

"Gross weight" means the weight of a packaging plus the weight of its contents.

"Hazardous material" means a substance or material which has been determined by the Secretary of Transportation to be capable of posing an unreasonable risk to health, safety, and property when transported in commerce, and which has been so designated.

"Hazardous substance", for the purposes of this subchapter, means a material, and its mixtures or solutions, that is identified by the letter "E" in Column 1 of the Table to § 172.101 when offered for transportation in one package, or in one transport vehicle if not packaged, and when the quantity of the material therein equals or exceeds the reportable quantity (RQ). This definition does not apply to petroleum products that are lubricants or fuels; or to a mixture or solution containing a material identified by the letter "E" in Column 1 of the Table to § 172.101 if it is in a concentration less than that shown in the following table based on the reportable quantity (RQ) specified for the materials in Column 2 of the Table to § 172.101:

RQ pounds	RQ kilograms	Concentration by weight	
		Percent	PPM
5000	2,270	10	100,000
1000	454	2	20,000
100	45.4	0.2	2,000
10	4.54	0.02	200
1	0.45	0.002	20

"Hazardous waste", for the purposes of this subchapter, means any material that is subject to the hazardous waste manifest requirements of the EPA specified in 40 CFR Part 262 or would be subject to these requirements absent an interim authorization to a state under 40 CFR Part 123, Subpart F.

"Hermetically sealed" means closed by fusion, gasketing, crimping, or equivalent means so that no gas or vapor can enter or escape.

"IATA" means International Air Transport Association.

"IMCO" means Inter-governmental Maritime Consultative Organization.

"Intermodal container" means a freight container designed and constructed to permit it to be used interchangeably in two or more modes of transport.

"Irritating material" See § 173.381.

"Limited quantity," when specified as such in a section applicable to a particular material with the exception of Poison B materials, means the maximum amount of a hazardous material for which there is a specific labeling and packaging exception.

"Magnetic materials" See § 173.1020.

"Magazine vessel" means a vessel used for the receiving, storing, or dispensing of explosives.

"Marking" means applying the descriptive name, instructions, cautions, weight, or specification marks or combination thereof required by this subchapter to be placed upon outside containers of hazardous materials.

"Mixture" means a material composed of more than one chemical compound or element.

"Mode" means any of the following transportation methods; rail, highway, air, or water.

"Motor vehicle" includes a vehicle, machine, tractor, trailer, or semitrailer, or any combination thereof, propelled or drawn by mechanical power and used upon the highways in the transportation of passengers or property. It does not include a vehicle, locomotive, or car operated exclusively on a rail or rails, or a trolley bus operated by electric power derived from a fixed overhead wire, furnishing local passenger transportation similar to street-railway service.

60-159 O—81——5

"MTB" means the Materials Transportation Bureau, U.S. Department of Transportation, Washington, D.C. 20590.

"Name of contents" means the proper shipping name as specified in § 172.101 or § 172.102 (when authorized).

"Navigable waters" means, for the purposes of this subchapter, waters of the United States, including the territorial seas.

"Net weight" means a measure of weight referring only to the contents of a package, and does not include the weight of any packaging material.

"N.O.S." means not otherwise specified.

"NRC (non-reusable container)" means a container whose reuse is restricted in accordance with the provisions of § 173.28.

"Occupied caboose" means a rail car being used to transport non-passenger personnel.

"Officer in Charge, Marine Inspection" means a person from the civilian or military branch of the Coast Guard designated as such by the Commandant and who under the supervision and direction of the Coast Guard District Commander is in charge of a designated inspection zone for the performance of duties with respect to the enforcement and administration of Title 52, Revised Statutes, acts amendatory thereof or supplemental thereto, rules and regulations thereunder, and the inspection required thereby.

"Operator" means a person who controls the use of an aircraft, vessel, or vehicle.

"Organic peroxide" See § 173.151.

"ORM" means Other Regulated Materials.

"Outside container" means the outermost enclosure used in transporting a hazardous material other than a freight container.

"Overpack" means an enclosure not intended for reuse that is used by a single consignor to consolidate two or more packages for convenience in handling.

"Oxidizer" or "Oxidizing material" See § 173.151.

"Package" or "Outside Package" means a packaging plus its contents.

"Packaging" means the assembly of one or more containers and any other components necessary to assure compliance with the minimum packaging requirements of this subchapter and includes containers (other than freight containers or overpacks), portable tanks, cargo tanks, tank cars, and multi-unit tank car tanks.

"Passenger" (With respect to vessels and for the purposes of Part 176 only) means a person being carried on a vessel other than—

(1) The owner or his representative;

(2) The operator;

(3) A bona fide member of the crew engaged in the business of the vessel who has contributed no consideration for his carriage and who is paid for his services; or

(4) A guest who has not contributed any consideration directly or indirectly for his carriage.

"Passenger-carrying aircraft" means an aircraft that carries any person other than a crewmember, company employee, an authorized representative of the United States, or a person accompanying the shipment.

"Passenger vessel" means—(1) A vessel subject to any of the requirements of the International Convention for the Safety of Life at Sea, 1960, which carries more than 12 passengers;

(2) A cargo vessel documented under the laws of the United States and not subject to the Convention, which carries more than 16 passengers;

(3) A cargo vessel of any foreign nation that extends reciprocal privileges and is not subject to the Convention and which carries more than 16 passengers; and

(4) A vessel engaged in a ferry operation and which carries passengers.

"Person" means an individual, firm, co-partnership, corporation, company, association, or joint-stock association, and includes any trustee, receiver, assignee, or personal representative thereof.

"Placarded car" means a rail car which is placarded in accordance with the requirements of Part 172 of this subchapter except those cars displaying only the FUMIGATION placards as required by § 172.510.

"Poison A" See § 173.326.

"Poison B" See § 173.343.

"Portable tank" means any packaging (except a cylinder having a 1000-pound or less water capacity) over 110 U.S. gallons capacity and designed primarily to be loaded into or on or temporarily attached to a transport vehicle or ship, and equipped with skids, mounting, or accessories to facilitate handling of the tank by mechanical means. It does not include any cargo tank, tank car tank, tank of the DOT-106A or 110A type, or trailers carrying 3AX, 3AAX, or 3T cylinders.

"Private track" or "Private siding" means track located outside of a carrier's right-of-way, yard, or terminals where the carrier does not own the rails, ties, roadbed, or right-of-way and includes track or portion of track which is devoted to the purpose of its user either by lease or written agreement, in which case the lease or written agreement is considered equivalent to ownership.

"Proper shipping name" means the name of the hazardous material shown in Roman print (not italics) in § 172.101 of this subchapter.

"P.s.i.a. or psia" means pounds per square inch absolute.

"P.s.i.g. or psig" means pounds per square inch gauge.

"Public vessel" means a vessel owned by and being used in the public service of the United States. It does not include a vessel owned by the United States and engaged in a trade or commercial service or a vessel under contract or charter to the United States.

"Pyrophoric liquid" See § 173.115.

"Pyrophoric solid" See § 173.150.

"Radioactive materials" See § 173.389.

"Railroad" means a person engaged in transportation by rail.

"Rail freight car" means a car designed to carry freight or non-passenger personnel by rail, and includes a box car, flat car, gondola car, hopper car, tank car, and occupied caboose.

"Reportable quantity (RQ)" for the purposes of this subchapter means the quantity specified in Column 2 of the Table to § 172.101, for any material identified by the letter "E" in Column 1.

"Research" means investigation of experimentation aimed at the discovery of new theories or laws and the discovery and interpretation of facts or revision of accepted theories or laws in the light of new facts.

"Separated by a complete hold or compartment from" See § 176.83.

"Separated from" See § 176.83.

"Separated longitudinally by a complete hold or compartment from" See § 176.83.

"Sheathing" means a covering consisting of a smooth layer of wood placed over metal and secured to prevent any movement.

"Shipping paper" means a shipping order, bill of lading, manifest or other shipping document serving a similar purpose and containing the information required by §§ 172.202, 172.203 and 172.204.

"STC (single-trip container)" means a container that may not be refilled and reshipped after having been previously emptied, except as provided in § 173.28.

"Solution" means any homogeneous liquid mixture of two or more chemical compounds or elements that will not undergo any segregation under conditions normal to transportation.

"Spontaneously combustible material (solid)" means a solid substance (including sludges and pastes) which may undergo spontaneous heating or self-ignition under conditions normally incident to transportation or which may upon contact with the atmosphere undergo an increase in temperature and ignite.

"Stowage" means the act of placing hazardous materials on board a vessel.

"Strong outside container" means the outermost enclosure which provides protection against the unintentional release of its contents under conditions normally incident to transportation.

"Technical name" means a recognized chemical name currently used in scientific and technical handbooks, journals, and texts. Generic descriptions authorized for use as technical names are, Organic phosphate compound, Organic phosphorus compound, Organic phosphate compound mixture, Organic phosphorus compound mixture, Methyl parathion, and Parathion.

"TOFC" means trailer-on-flat-car.

"Trailership" means a vessel other than a carfloat, specifically equipped to handle highway vehicles, and fitted with installed securing devices to tie down each vehicle.

"Train" means one or more engines coupled with one or more rail cars, except during switching operations or where the operation is that of classifying and assembling rail cars within a railroad yard for the purpose of making or breaking up trains.

"Trainship" means a vessel other than a rail car ferry or carfloat, specifically equipped to transport railroad vehicles, and fitted with installed securing devices to tie down each vehicle.

"Transport vehicle" means a motor vehicle or rail car used for the transportation of cargo by any mode. Each cargo-carrying body (trailer, railroad freight car, etc.) is a separate transport vehicle.

"UFC" means Uniform Freight Classification.

"United States" means the fifty States, the District of Columbia, the Commonwealth of Puerto Rico, the Virgin Islands, American Samoa, or Guam.

"Vessel" includes every description of watercraft, used or capable of being used as a means of transportation on the water.

"Viscous liquid" means a liquid material which has a measured viscosity in excess of 2500 centistokes at 25° C (77° F.) when determined in accordance with the procedures specified in ASTM Method D 445-72 "Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and the Calculation of Dynamic Viscosity)" or ASTM Method D 1200-70 "Viscosity of Paints, Varnishes, and Lacquers by Ford Viscosity Cup."

"Volatility" refers to the relative rate of evaporation of materials to assume the vapor state.

"Water reactive material (solid)" means any solid substance (including sludges and pastes) which, by interaction with water, is likely to become spontaneously flammable or to give off flammable or toxic gases in dangerous quantities.

"Water resistant" means having a degree of resistance to permeability by and damage caused by water in liquid form.

"W.T." means watertight.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53 and App. A to Part 1)

[Amdt. 171-32, 41 FR 15994, Apr. 15, 1976, as amended by Amdt. 171-34, 41 FR 38179, Sept. 9, 1976]

NOTE: For amendments to § 171.8 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 171.9 Rules of construction.

(a) In this subchapter, unless the context requires otherwise: (1) Words imparting the singular include the plural;

(2) Words imparting the plural include the singular; and

(3) Words imparting the masculine gender include the feminine;

(b) In this subchapter, the word: (1) "Shall" is used in an imperative sense;

(2) "Must" is used in an imperative sense;

(3) "Should" is used in a recommendatory sense;

(4) "May" is used in a permissive sense to state authority or permission to do the act described, and the words "no person may * * *" or "a person may not * * *" means that no person is required, authorized, or permitted to the act described; and

(5) "Includes" is used as a word of inclusion not limitation.

[Amdt. 171-32, 41 FR 15996, Apr. 15, 1976, as amended by Amdt. 171-32A, 41 FR 40630, Sept. 20, 1976]

§ 171.10 Flammable or combustible liquids in bulk on board vessels.

(a) Nothing in Parts 170-189 of this subchapter shall be construed as affecting the transportation of flammable or combustible liquids in bulk on board vessels which transportation is governed by the rules and regulations promulgated under R.S. 4417a; 46 U.S.C. 391a (46 CFR Part 146).

[29 FR 18853, Dec. 29, 1964. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 171-42, 43 FR 48643, Oct. 19, 1978]

§ 171.11 [Reserved]

§ 171.12 Import and export shipments.

(a) Except in the case of a shipment from Canada conforming to § 173.8,

§ 172.3 Applicability.

(a) This part applies to—(1) Each person who offers a hazardous material for transportation, and

(2) Each carrier by air, highway, rail, or water who transports a hazardous material.

(b) When a person, other than one of those provided for in paragraph (a) of this section, performs a packaging labeling or marking function required by this part, that person shall perform the function in accordance with this part.

[Amdt. 172-29, 41 FR 15996, Apr. 15, 1976, as amended by Amdt. 172-32, 41 FR 38179, Sept. 9, 1976]

Subpart B—Tables of Hazardous Materials, Their Description, Proper Shipping Name, Class, Label, Packaging, and Other Requirements

§ 172.101 Purpose and use of hazardous materials table.

(a) The Hazardous Materials Table (Table) in this section designates the materials listed therein as hazardous materials for the purpose of transportation of those materials in commerce. The Table identifies the class of each listed material, and specifies or references requirements in this subchapter pertaining to its packaging, labeling, and transportation.

(b) Column 1 contains the four symbols as appropriate: Plus (+) and the letters "A", "W", and "E".

(1) The plus (+) fixes the proper shipping name and the hazard class for that entry without regard to whether the material (including its mixtures and solutions) meets the definition of that class. An alternate proper shipping name and hazard class may be authorized by the Associate Director, Office of Hazardous Materials Regulation, MTB.

(2) A letter "A" restricts the application of this subchapter to materials being transported by aircraft, but a letter "A" has no significance or effect when—

(i) A letter "E" also appears with it and the material is a hazardous substance; or

(ii) The material is a hazardous waste.

(3) A letter "W" restricts the application of this subchapter to materials being transported by vessel, but a letter, "W" has no significance or effect when—

(i) A letter "E" also appears with it and the material is a hazardous substance; or

(ii) The material is a hazardous waste.

(4) A letter "E" identifies materials which are subject to the requirements of this subchapter, regardless of the mode of transportation or hazard class, if it is a hazardous substance (as defined in § 171.8 of this subchapter). A hazardous substance which does not meet the defining criteria for another hazard class remains subject to certain requirements of this subchapter as an ORM-E.

(c) Column 2 lists the proper shipping name of materials designated as hazardous materials. Modification of a proper shipping name may otherwise be required or authorized by this section (see Paragraphs (b)(4), (c)(10), (c)(11), (c)(12) and (c)(13) of this section). Proper shipping names are limited to those shown in Roman type (not italics).

(1) Shipping names may be used in the singular or plural and in either capital or lower case letters.

(2) The words in italics are not part of the proper shipping name but may be used in addition to the proper shipping name. The word "or" in italics indicates that any terms in the sequence may be used as the proper shipping name as appropriate.

(3) The abbreviation "n.o.i.", which means "not otherwise indexed", or "n.o.i.b.n.", which means "not otherwise indexed by name", may be used interchangeably with "n.o.s.".

(4) Except for hazardous wastes, when qualifying words are used as part of proper shipping name, their sequence on the package markings and shipping paper descriptions is optional. However, the entry in the Table reflects the preferred sequence.

(5) Except for organic peroxides, when one entry references another entry by use of the word "*see*", if both names are in Roman type, either name may be used as the proper shipping name (e.g., Carbolic acid. *See* Phenol).

For an organic peroxide, the technical name shall be used as the proper shipping name.

(6) The words "poison" or "poisonous" in this column refer to materials that would cause death by systemic poisoning rather than by corrosive destruction of tissue.

(7) When a shipping name includes a concentration range as part of the shipping description, the actual concentration being shipped, if it is within the range stated, may be used in place of the concentration range. For example, a hydrogen peroxide solution containing 30% peroxide may be shipped as either "Hydrogen peroxide solution (8% to 40% peroxide)" or "Hydrogen peroxide solution, 30% peroxide".

(8) The use of the prefix "mono" is optional in any shipping name when appropriate. Thus, Monoethanolamine may be used interghangeably with Ethanolamine. In "Difluoromonochloroethane" the term "mono" is considered to be a prefix to the term "chloroethane" and may be deleted.

(9) The numbers in italics following a proper shipping name of a material identified by the letter "E" in column 1 specify, in pounds and kilograms, the minimum quantity of the material that constitutes a reportable quantity. For example: Sodium arsenate (*RQ-1000/454*) means that the reportable quantity is 1,000 pounds or 454 kilograms.

(10) If not included in a proper shipping name in the Table, the proper shipping name for a hazardous material that is a hazardous waste must include the word "Waste" preceding the name of the material. For example: Waste acetone.

(11) A mixture or solution comprised of a hazardous material identified in the Table by technical name and a non-hazardous material may be described using the proper shipping name of the hazardous material, if—

(i) The mixture or solution is not specifically identified in the Table;

(ii) The hazard class of the mixture or solution is the same as that of the hazardous material, and

(iii) The qualifying word "mixture" or "solution", as appropriate, is added as part of the proper shipping name. For example, a solution of Acetone, mineral oil, and water, meeting the defintion of a flammable liquid, may be described under this optional provision as "Acetone solution, Flammable liquid, UN 1090."

(12) If the proper shipping name for a mixture or solution that is a hazardous substance does not include the name of the hazardous substance or substances, each hazardous substance must be identified in association with the basic description.

(13) Except for proper shipping names in the Table that are preceded by a plus (+)—

(i) If it is specifically determined that a material meets the definition of a hazard class other than the class shown in association with the proper shipping name, the material must be described by an appropriate shipping name listed in association with the correct class for the material or—

(ii) If an appropriate technical name is not shown in the Table, selection of a proper shipping name must be made from the general descriptions or n.o.s. entries corresponding to the specific hazard class of the material being shipped. The name that most appropriately describes the material must be used e.g., an alcohol not listed by name in the Table must be shipped as "Alcohol, n.o.s." rather than "Flammable liquid, n.o.s." Some mixtures may be more appropriately described according to their application, such as "Compound, cleaning, liquid" or "Compound rust removing," rather than by an n.o.s. entry, such as "Corrosive liquid, n.o.s."

(iii) If a material meets the definition of more than one hazard class, and is not specifically identified in the Table, the hazard class of the material must be determined by using the precedence specified in § 173.2 of this subchapter, and an appropriate shipping description must be selected as described in paragraph (c)(13)(ii) of this section.

(iv) If it is specifically determined that a material is not a forbidden material and does not meet the definition of any hazard class, the material is not a hazardous material.

(d) Column 3 contains a designation of the hazard class corresponding to

each proper shipping name, or the word "Forbidden".

(1) A material for which the entry in this column is "Forbidden" is prohibited from being offered or accepted for transportation. This prohibition does not apply if these materials are diluted, stabilized, or incorporated in devices and they are classed in accordance with the definitions of hazardous materials contained in Part 173 of this subchapter.

(2) When re-evaluation of test data or new data indicates a need to modify the "Forbidden" designation or the hazard class specified for a material specifically identified in the Table, this data should be submitted to the Associate Director, Office of Hazardous Materials Regulation, MTB.

(e) Column 3(a) lists the identification numbers assigned to hazardous materials. Those preceded by a "UN" are associated with descriptions considered appropriate for international shipments as well as domestic shipments. Those preceded by an "NA" are associated with descriptions that are not recognized for international shipments, except to and from Canada. If an identification number is in the "NA9000" series, it is either associated with the description of a material that is not appropriately covered by international hazardous materials (dangerous goods) shipping standards or not appropriately addressed by such standards for emergency response information purposes, except for transportation between the United States and Canada.

(f) Column 4 specifies the labels required to be applied to each package, subject to the additional labeling requirements in § 172.402.

(g) Column 5 references the applicable packaging section of Part 173 of this subchapter. Exceptions from some of the requirements of this subchapter are noted in column 5(a). Other exceptions relating to the specific mode of transportation are contained in Parts 174, 175, 176, and 177 of this subchapter. Reference to specific packaging requirements and certain additional exceptions are noted in column 5(b).

(h) Column 6 specifies the maximum net quantity in one package for transportation by aircraft or passenger rail-car. In this column, "Forbidden" means the material may not be offered or carried and is limited in its applicability only to the types of transportation covered by the column. In addition, an exception for certain flammable liquids is provided in § 173.118 of this subchapter.

(1) Column 6(a) specifies the maximum net quantity permitted in one package for transportation by passenger-carrying aircraft or passenger rail-car. For transportation by aircraft, any material forbidden on passenger-carrying aircraft but permitted on cargo aircraft, or which exceeds the maximum quantity authorized on passenger-carrying aircraft, must be shipped by cargo-only aircraft and bear the CARGO AIRCRAFT ONLY label as described in § 172.448.

(2) Column 6(b) specifies the maximum net quantity permitted in one package for transportation by cargo-only aircraft. When offered for transportation by aircraft, a package must bear the CARGO AIRCRAFT ONLY label when the quantity of hazardous material in one package exceeds that authorized on passenger-carrying aircraft, or is forbidden on passenger-carrying aircraft.

(i) Column 7 specifies each of the authorized locations on board cargo vessels and passenger vessels and certain additional requirements for shipments of each listed hazardous material. Section 176.63 of this subchapter sets forth the physical requirements for each of the authorized locations listed in Column 7. (For bulk shipments by vessel see 46 CFR Parts 30 to 40, 70, 98, 148, 151, 153, and 154.)

(1) "1" means the material may be stowed "on deck" subject to the requirements of § 176.63(b) of this subchapter. When both "on deck" and "under deck" are authorized, "under deck" should be used if is available.

(2) "2" means the material may be stowed "under deck" in a compartment or hold subject to the requirements of § 176.63(c). When both "on deck" and "under deck" are authorized, "under deck" should be used if it is available.

(3) "3" means the material may be stowed "under deck away from heat" in a ventilated compartment or hold

subject to the requirements of § 176.63(d) of this subchapter.

(4) "4" means the material is authorized to be transported in only the limited quantities specified in the CFR section listed in Column 5 and is subject to the stowage requirements specified for a cargo vessel for the same material.

(5) "5" means the material is forbidden and may not be offered or accepted for transportation.

(6) "6" means the material is authorized to be transported in a magazine subject to the requirements of §§ 176.135 through 176.144 of this subchapter.

(j) If the proper shipping name or hazard class of a material is changed by an amendment to the Table, such a change does not apply to the shipment of any package filled prior to the effective date of the amendment, unless specifically stated otherwise in the amendment.

(k) Except for hazardous substances and hazardous wastes, Amendment No. 172-58, to the extent that it requires a change in the shipping name or class of a material, applies after June 30, 1981.

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Accumulator, pressurized *(pneumatic or hydraulic), containing nonflammable gas*	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306		No limit	No limit	1,2	1,2	
	Acetal	Flammable liquid	UN1088	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
E	Acetaldehyde (*ethyl aldehyde*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1089	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
EA	Acetaldehyde ammonia (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1841	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Acetic acid (*aqueous solution*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2790	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Stow separate from nitric acid or oxidizing materials
E	Acetic acid, glacial (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2789	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Stow separate from nitric acid or oxidizing materials. Segregation same as for flammable liquids
E	Acetic anhydride (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1715	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Acetone	Flammable liquid	UN1090	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
E	Acetone cyanohydrin (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1541	Poison	None	173.346	Forbidden	55 gallons	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from corrosive materials
	Acetone oil	Flammable liquid	UN1091	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Acetonitrile	Flammable liquid	NA1648	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1	4	Shade from radiant heat
	Acetyl acetone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2080								
	Acetyl acetone peroxide with more than 9% by weight active oxygen	Forbidden									
	Acetyl benzoyl peroxide, *not more than 40% in solution. See* Acetyl benzoyl peroxide solution, *not over 40% peroxide*		UN2081								
	Acetyl benzoyl peroxide, solid, or more than 40% in solution	Forbidden									
	Acetyl benzoyl peroxide solution, *not over 40% peroxide*	Organic peroxide	UN2081	Organic peroxide	None	173.222	Forbidden	1 quart	1,2	1	
E	Acetyl bromide (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1716	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Acetyl chloride (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1717	Flammable liquid	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Stow away from alcohols. Keep cool and dry. Separate longitudinally by an intervening complete compartment or hold from explosives

Acetyl cyclohexanesulfonyl peroxide, more than 82%, wetted with less than 12% water	Forbidden	UN2083											
Acetyl cyclohexanesulphonyl peroxide, *not more than 82%, wetted with not less than 12% water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN9083											
Acetyl cyclohexanesulphonyl peroxide, *not more than 32% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN1001	Flammable gas	None	173.303	Forbidden	300 pounds	1	1		Shade from radiant heat
Acetylene	Flammable gas										
Acetylene (liquid)	Forbidden										
Acetylene silver nitrate	Forbidden	UN2504	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons				
Acetylene tetrabromide	ORM-A	UN1858	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
Acetyl iodide	Corrosive material										
Acetyl peroxide, *not more than 25% in solution. See* Acetyl peroxide solution, *not over 25% peroxide*	Forbidden	UN2084									
Acetyl peroxide, solid, or more than 25% in solution	Forbidden										
Acetyl peroxide solution, *not over 25% peroxide*	Organic peroxide	UN2084	Organic peroxide	173.153	173.222	Forbidden	1 quart	1,3	1		
Acid butyl phosphate	Corrosive material	UN1718	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		Glass carboys in hampers not permitted under deck
Acid carboy, empty. *See* Carboy, empty.											
Acid, liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	4		Keep cool
Acid, sludge	Corrosive material	UN1906	Corrosive	None	173.245	Forbidden	1 quart	1,2	1		
Acrolein, inhibited (*IAPI/0.456*)	Flammable liquid	UN1092	Flammable liquid and Poison	None	173.122	Forbidden	1 quart	1,2	5		Keep cool. Stow away from living quarters
Acrylic acid	Corrosive material	UN2218	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1		
Acrylonitrile (*RQ-100/45.4*)	Flammable liquid	UN1093	Flammable liquid and Poison	None	173.119	Forbidden	1 quart	1,2	5		Keep cool
Actuating cartridge, explosive (*fire extinguisher, or valve*)	Class C explosive		Explosive C	173.114		50 pounds	150 pounds	1,2	1,2		Keep cool and dry
Adhesive, n.o.s. *See* Cement, liquid, n.o.s.											
Adipic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9077	None	None	173.550	No limit	No limit	1,2	1,2		
Aerosol product. See Compressed gas, n.o.s.											
Air, compressed	Nonflammable gas	UN1002	Nonflammable gas	173.302	173.302	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
Air conditioning machine. *See* Refrigerating machine											
Aircraft rocket engine (*Commercial*)	Flammable solid	NA2791	Flammable solid	None	173.238	Forbidden	550 pounds	1,3	5		
Aircraft rocket engine igniter (*Commercial*)	Flammable solid	UN2793	Flammable solid	None	173.238	Forbidden	25 pounds	1,3	5		
Airplane flare. See Fireworks, special											
Alcoholic beverage	Flammable liquid	UN1170	Flammable liquid	None	173.118	See 173.118(c)	10 gallons	1,2	1		
Alcoholic beverage	Combustible liquid	UN1170	None	None	173.118a	None	No limit	1,2	1,2		
Alcohol, n.o.s.	Flammable liquid	UN1987	Flammable liquid	None	173.118	1 quart	10 gallons	1,2	1		

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) (c) Other requirements
	Alcohol, n.o.s.	Combustible liquid	UN1987	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Aldrin (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.376	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Aldrin, cast solid (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Aldrin mixture, dry (*with more than 65% aldrin*) (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.376	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Aldrin mixture, dry, with 65% or less aldrin (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Aldrin mixture, liquid (*with more than 60% aldrin*) (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2762	Poison	173.345	173.361	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	If flash point less than 141 deg F, segregation same as for flammable liquids
EA	Aldrin mixture, liquid, with 60% or less aldrin (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2762	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Alkaline *(corrosive)* liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1719	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Alkaline battery fluid	Corrosive material	UN2797	Corrosive	173.244	173.249 173.257	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Alkaline battery fluid with empty storage battery	Corrosive material	NA2797	Corrosive	None	173.258	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
	Alkanesulfonic acid	Corrosive material	UN2584	Corrosive	173.244	173.245	5 pints	1 gallon	1,2	1	
	Alkyl aluminum halides. See Pyrophoric liquid, n.o.s.										
A	Allethrin	ORM-A	NA2902	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
E	Allyl alcohol (*RQ-100/45.4*)	Flammable liquid	UN1098	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Allyl bromide	Flammable liquid	UN1099	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
E	Allyl chloride (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1100	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Allyl chlorocarbonate	Flammable liquid	UN1722	Flammable liquid	None	173.288	Forbidden	5 pints	1	5	Keep dry. Separate longitudinally by an intervening complete hold or compartment from explosives. Segregation same as for corrosive materials
	Allyl chloroformate. See Allyl chlorocarbonate										
	Allyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1724	Corrosive	None	173.288	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Aluminum alkyl. See Pyrophoric liquid, n.o.s.										

Aluminum bromide, anhydrous	Corrosive material Forbidden Flammable solid	UN1725	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
Aluminum drus, wet or hot. See 173.173										
Aluminum hydride		UN2463	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.208	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet
Aluminum, liquid. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish, etc.										
Aluminum, metallic, powder	Flammable solid	UN1309	Flammable solid	173.232	173.232	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Segregation same as for flammable solids labeled dangerous when wet
Aluminum nitrate	Oxidizer	UN1438	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
Aluminum phosphate solution	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
Aluminum phosphide	Flammable solid	UN1397	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.154	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids and oxidizing materials
E Aluminum sulfate, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9078	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA Aluminum sulfate solution (*RQ-1000/2270*)	ORM-B	NA1760	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
Amatol. See High explosive										
2-(2-Aminoethoxy) ethanol	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
N-Aminoethylpiperazine	Corrosive material	UN2816	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
Aminopropyldiethanolamine	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
N-Aminopropylmorpholine	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
bis (Aminopropyl) piperazine	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E Ammonia, anhydrous (*RQ-100/45.4*)	Nonflammable gas	UN1005	Nonflammable gas	173.304	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	Stow in well ventilated space
E Ammonia solution (*containing more than 44% ammonia*) (*RQ-1000/454*)	Nonflammable gas	UN2073	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	Stow in well ventilated space
Ammonia solution (containing 44% or less ammonia in water). See Ammonium hydroxide										
E Ammonium acetate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9078	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
Ammonium arsenate, solid	Poison B	UN1546	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
Ammonium azide	Forbidden									
E Ammonium benzoate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9080	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E Ammonium bicarbonate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA1041	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E Ammonium bifluoride, solid or solution. *See* Ammonium hydrogen fluoride, solid *or* solution										
EA Ammonium bisulfite, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E Ammonium bisulfite solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2693	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
Ammonium bromate	Forbidden									
EA Ammonium carbamate (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA9083	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	
EA Ammonium carbonate (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA9084	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	Keep away from heat.
Ammonium chlorate	Forbidden									Keep away from heat, acids, alkalis and salts of iron or zinc.
E Ammonium chloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9085	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E Ammonium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9041	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

60-159 O—81——6

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Ammonium citrate, dibasic (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9087	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium dichromate (*ammonium bichromate*) (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN1439	Oxidizer	173.153	173.164 173.235	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Ammonium fluoborate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA9068	None	None	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Ammonium fluoride (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	UN2505	None	173.505	173.600	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium fulminate	Forbidden									
E	Ammonium hydrogen fluoride, solid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1727	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
E	Ammonium hydrogen fluoride solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2817	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Keep dry
A	Ammonium hydrogen sulfate	ORM-B	UN2506	None	173.505	173.600	25 pounds	100 pounds			
A	Ammonium hydrosulfide solution	ORM-A	NA2683	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons			
E	Ammonium hydroxide (*containing not less than 12% but not more than 44% ammonia*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA2672	Corrosive	173.244	173.245	2 gallons	2 gallons	1	4	
EAW	Ammonium hydroxide (*containing less than 12% ammonia*)(*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA2672	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons	1	1	
	Ammonium nitrate-carbonate mixture	Oxidizer	UN2068	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate fertilizer, *containing no more than 0.2% carbon*	Oxidizer	UN2067	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate - fuel oil mixture. See High explosive										
	Ammonium nitrate-fuel oil mixture(*containing only prilled ammonium nitrate and fuel oil*)	Blasting agent		Blasting agent	None	173.114a	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate - fuel oil mixture (*Containing only prilled ammonium nitrate and fuel oil*). *See* Blasting agent, n.o.s.	Poison B	UN1942	Poison	None	173.364	Forbidden	55 gallons	1	5	If flashpoint is less than 141 DEG F, segregation same as for flammable liquids
	Ammonium nitrate mixed fertilizer	Oxidizer	UN2069	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate (no organic coating)	Oxidizer	UN1942	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate (organic coating)	Oxidizer	NA1942	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate-phosphate	Oxidizer	UN2070	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate, solution (*containing not less than 15% water*). *See 173.154(a)(17) and 173.154(a)(18)*	Oxidizer	UN2426	Oxidizer							
	Ammonium nitrite	Forbidden									
E	Ammonium oxalate (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA2449	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium perchlorate	Oxidizer	UN1442	Oxidizer	173.153	173.238a	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from powdered metals
	Ammonium perchlorate. *See* High explosive										

	Ammonium permanganate	Oxidizer	NA9190	Oxidizer	None	173.154	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide. This material may be forbidden in water transportation by certain countries
	Ammonium picrate, dry. See High explosive										
	Ammonium picrate, wet (*with 10% or more water*)	Flammable solid	UN1310	Flammable solid	173.102		1 pound	1 pound	1	4	Stow away from heavy metals and their compounds
	Ammonium picrate, wet, with 10% or more water, over 16 ounces in one outside packaging. See High explosive										
A	Ammonium polysulfide solution	ORM-A	UN2818	None	173.505	173.606	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
E,A	Ammonium silicofluoride (*RQ-1000/454*)	ORM-B	UN2854	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Ammonium sulfamate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA9089	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
W	Ammonium sulfate nitrate	ORM-C	NA1477	None	173.506	173.910			1,2	1,2	Must not be accepted for transportation while hot. Separate by an intervening hold or compartment from Class A explosives. Separate from other explosives, corrosive materials, flammable solids, liquids, or gases, oxidizing materials, organic peroxides, or organic materials
E	Ammonium sulfide solution (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN2683	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Ammonium sulfite (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9090	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium tartrate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9091	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium thiocyanate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9092	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium thiosulfate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9093	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ammunition, chemical (containing a Poison A liquid or gas). See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A material*)										
	Ammunition, chemical (containing a Poison B material). See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison B material*)										
	Ammunition, chemical (containing an irritating liquid or solid). See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing an irritating material*)										
	Ammunition, chemical, explosive, with Poison A material	Class A explosive		Explosive A and Poison gas	None	173.59	Forbidden	Forbidden	6	6	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Ammunition, chemical, explosive, with Poison B material	Class A explosive		Explosive A and Poison gas	None	173.59	Forbidden	Forbidden	6	6	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Ammunition, chemical, explosive, with irritant	Class A explosive		Explosive A and Irritant	None	173.59	Forbidden	Forbidden	6	5	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Ammunition for cannon with empty projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2	5	
	Ammunition for cannon with explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with gas projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with illuminating projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with incendiary projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with inert loaded projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2	5	

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Ammunition for cannon without projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2		5
	Ammunition for cannon with smoke projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with solid projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2	5	
	Ammunition for cannon with tear gas projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with tear gas projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2	5	
	Ammunition for small-arms with explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.58	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for small-arms with incendiary projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.58	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition, non-explosive. See 173.55										
	Ammunition, rocket. See Rocket ammunition with ...										
	Ammunition, small-arms. *See* Small-arms ammunition										
E	Amyl acetate (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1104	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Amyl acid phosphate	Corrosive material	UN2819	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Amylamine	Flammable liquid	UN1106	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Amyl chloride	Flammable liquid	UN1107	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Amylene, *normal*	Flammable liquid	UN1108	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	1,3	
	Amyl formate	Flammable liquid	UN1109	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Amyl mercaptan	Flammable liquid	UN1111	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Amyl nitrite	Flammable liquid	UN1113	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10gallons	1,3	4	
	tert-Amyl peroxy-2-ethylhexanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2898								
	tert-Amyl peroxyneodecanoate, *not more than 75% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2891								

	Amyl trichorosilane	Corrosive material	UN1728	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	5	Keep dry
E	Anhydrous ammonia. *See* Ammonia, anhydrous										
	Anhydrous hydrazine. *See* Hydrazine, anhydrous										
E	Anhydrous hydrofluoric acid. *See* Hydrogen fluoride										
	Aniline oil drum, empty *See 173.347(d)*	Poison B							1.2	1	Do not accept unless returnable package notice is on drum and the instructions thereon have been carried out
+E	Aniline oil, liquid *(RQ-1000/454)*	Poison B	UN1547	Poison	None	173.347	Forbidden	55 gallons	1.2	1.2	Stow away from oxidizing materials and acids
	Anisoyl chloride	Corrosive material	UN1729	Corrosive	173.244	173.279	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry
	Antifreeze compound, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Antifreeze compound, liquid	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Antifreeze preparation, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Antifreeze preparation, liquid	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	
E	Antimonous chloride. *See* Antimony trichloride										
A	Antimony lactate, solid	ORM-A	UN1550	None	173.506	173.510	No limit	No limit	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Antimony pentachloride *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	UN1730	Corrosive	None	173.247	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Antimony pentachloride solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	UN1731	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry
	Antimony pentafluoride	Corrosive material	UN1732	Corrosive	None	173.246	Forbidden	35 pounds	1	5	
RA	Antimony potassium tartrate, solid *(RQ-1000/454)*	ORM-A	UN1551	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
A	*Antimony sulfide and a chlorate, mixtures of*	Forbidden									
A	Antimony sulfide, solid	ORM-A	NA1325	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
E	Antimony tribromide, solid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA1549	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry.
E	Antimony tribromide solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA1549	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry.
E	Antimony trichloride, solid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	UN1733	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.3	1.2	Keep dry
E	Antimony trichloride solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	UN1733	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry
E	Antimony trifluoride, solid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA1549	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry.
E	Antimony trifluoride solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA1549	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry.
E	Antimony trioxide *(RQ-5000/2270)*	ORM-E	NA9201	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
E	Aqua ammonia solution *(containing 44% or less ammonia). See* Ammonium hydroxide										
	Argon	Nonflammable gas	UN1006	Nonflammable gas	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1.2	1.3	
	Argon, liquid pressurized	Nonflammable gas	UN1951	Nonflammable gas	None	173.304	Forbidden	300 pounds	1.3	1.3	
	Arsenic acid, solid	Poison B	UN1554	Poison	173.364	173.364	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Arsenic acid solution	Poison B	UN1553	Poison	173.345	173.345	1 quart	55 gallons	1.2	1.2	
	Arsenical compound, liquid, n.o.s., *or* Arsenical mixture, liquid, n.o.s.	Poison B	UN1556	Poison	173.345	173.345	1 quart	55 gallons	1.2	1.2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Arsenical compound, solid, n.o.s., *or* Arsenical mixture, solid, n.o.s.	Poison B	UN1557	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Arsenical dip, liquid *(sheep dip)*	Poison B	NA1557	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Arsenical dust	Poison B	UN1562	Poison	173.364	173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenical pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Flammable liquid	UN2760	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Arsenical pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2759	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Arsenical pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2759	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenic bromide, solid	Poison B	UN1555	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Arsenic chloride liquid. *See* Arsenic trichloride										
E	Arsenic disulfide. *See* Arsenic sulfide, solid										
	Arsenic iodide, solid	Poison B	NA1557	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Arsenic pentoxide, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1559	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenic, solid	Poison B	UN1558	Poison	173.364	173.366	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenic sulfide and a chlorate, mixtures of	Forbidden									
E	Arsenic sulfide, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	NA1557	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Keep dry
E	Arsenic trichloride, liquid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1560	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
E	Arsenic trioxide, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1561	Poison	173.364	173.368 173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Arsenic trisulfide (*RQ-5000/2270*)	Poison B	NA1557	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	2	
E	Arsenic, white, solid. *See* Arsenic trioxide, solid										
E	Arsenious acid, solid. *See* Arsenic trioxide, solid										
	Arsenious and mercuric iodide solution	Poison B	NA2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Segregation same as for flammable gases
	Arsine	Poison A	UN2188	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Asbestos	ORM-C		None	173.1090	173.1090	No limit	No limit	1,2	1,2	Stow and handle to avoid airborne particles.
	Ascaridole (organic peroxide)	Forbidden									
W	Asphalt, *at or above its flashpoint*	ORM-C	NA1999	None	None	None	Forbidden	Forbidden	1	5	When applicable, no fire or residue thereof may be present in the furnace heating the substance while the vehicle is on board a cargo vehicle
	Asphalt, cut back	Flammable liquid	NA1999	Flammable liquid	173.118	173.131	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Asphalt, cut back	Combustible liquid	NA1999	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	

Automobile, motorcycle, tractor, or other self-propelled vehicle. See Motor vehicle	Forbidden													
Automobile, motorcycle, tractor, or other self-propelled vehicle, engine, or other mechanical apparatus, with charged electric storage battery, wet. See Motor vehicle	Forbidden													
Azauridic acid (salt of) (dry)	Forbidden													
3-Azido-1,2-Propylene glycol dinitrate	Forbidden													
5-Azido-1-hydroxy tetrazole	Forbidden													
Azidodithiocarbonic acid	Forbidden													
Azidoethyl nitrate	Forbidden													
Azido guanidine picrate (dry)	Forbidden													
Azido hydroxy tetrazole (mercury and silver salts)	Forbidden													
E Azinphos methyl (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	4		
E Azinphos methyl mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	1 pint	1 quart	1.2	5		
1-Aziridinyl phosphine oxide (tris). *See* Tris-(1-aziridinyl) phosphine oxide											
Azoteraxade (dry)	Forbidden										
Bags, burlap, used, must be classed for the hazardous material previously contained in bag. See 171.28, 173.29											
Bags, sodium nitrate, empty and unwashed	Flammable solid	UN1359	Flammable solid	None	173.155	Forbidden	25 pounds	1.2	1.2		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
Barium azide, wet, *50% or more water*	Flammable solid	UN1571	Flammable solid	None	173.239	Forbidden	1 pound	1.2	1.2		Stow away from heavy metals
Barium chlorate	Oxidizer	UN1445	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
Barium chlorate, wet	Oxidizer	NA1445	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
E Barium cyanide, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1565	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Stow away from acids
Barium nitrate	Oxidizer	UN1446	Oxidizer	173.153	173.162	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		
A Barium oxide	ORM-B	UN1884	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1.2			
Barium perchlorate	Oxidizer	UN1447	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		Stow away from powdered metals
Barium permanganate	Oxidizer	UN1448	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
Barium peroxide	Oxidizer	UN1449	Oxidizer	173.153	173.156	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		Keep dry
Barrel, empty. *See* Drum, empty											
Battery charger with electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid	Corrosive material	NA2794	Corrosive	None	173.259	Forbidden	5 pints	1.2	1.2		
Battery, dry. Not subject to Parts 170-189 of this subchapter											
Battery, electric storage, wet	Corrosive material	NA2794	Corrosive	173.260	173.260	Forbidden	No limit	1.2	1.2		Keep dry
Battery, electric storage, wet, with automobile, auto parts, engine (*or other specifically named mechanical apparatus*)	Corrosive material	NA2794	Corrosive	173.250	173.260	No limit	No limit	1.2	1.2		
Battery, electric storage, wet, with containers of electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid	Corrosive material	NA2794	Corrosive	None	173.258	Forbidden	2 gallons	1.2	1.2		
Battery fluid. See Electrolyte (acid) *or* Alkaline battery fluid											
Battery, lithium. See 173.206(f)											
W Battery parts (*plates, grids, etc. unwashed, exhausted*)	ORM-C		None	173.505	173.915			1.2	4		
Benzaldehyde	Combustible liquid	NA1990	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Benzene (*benzol*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1114	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Benzene diazonium chloride (dry)	Forbidden									
	Benzene diazonium nitrate (dry)	Forbidden									
	Benzene phosphorus dichloride	Corrosive material	UN2798	Corrosive	None	173.250a	Forbidden	5 pints	1	5	
	Benzene phosphorus thiodichloride	Corrosive material	UN2799	Corrosive	None	173.250a	Forbidden	5 pints	1	5	
	Benzene triozonide	Forbidden									
	Benzidine	Poison B	UN1885	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1	
	Benzine	Flammable liquid	UN1115	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Benzoic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA0094	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Benzoic derivative pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2770	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Benzoic derivative pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2769	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Benzoic derivative pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2769	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Benzonitrile (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN2224	None	173.118b	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Benzoxidiazoles (dry)	Forbidden									
	Benzoyl azide	Forbidden									
E	Benzoyl chloride(*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1736	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Benzoyl peroxide	Organic peroxide	NA2085	Organic peroxide	None	173.157 173.158	Forbidden	25 pounds	1,2	1	
	Benzoyl peroxide, *more than 77% but less than 95% with water. See* Benzoyl peroxide.		UN2088								
	Benzoyl peroxide, *not less than 30% but not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2089								
	Benzoyl peroxide, *not more than 72% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2087								
	Benzoyl peroxide, *not more than 77% with water. See* Benzoyl peroxide.		UN2090								
	Benzoyl peroxide, *technically pure or* Benzoyl peroxide, *more than 52% with inert solid. See* Benzoyl peroxide.		UN2085								
	Benzyl bromide (*bromotoluene, alpha*)	Corrosive material	UN1737	Corrosive	None	173.281	Forbidden	5 pints	1	5	Keep dry

E	Benzyl chloride (*RQ-100/45.4*)	Corrosive material	UN1738	Corrosive	173.244	173.285	Forbidden	1 quart	1	4	Keep dry
	Benzyl chloroformate (*benzyl chlorocarbonate*)	Corrosive material	UN1739	Corrosive	None	173.285	Forbidden	5 pints	1	5	Keep dry
F	Beryllium chloride (*RQ-5000/2270*)	Poison B	NA1566	Poison	173.364	173.385	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Beryllium compound, n.o.s.	Poison B	UN1566	Poison	173.364	173.385	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Beryllium fluoride (*RQ-5000/2270*)	Poison B	NA1566	Poison	173.364	173.385	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Beryllium nitrate (*RQ-5000/2270*)	Oxidizer	UN2464	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Bicyclohexyl 1-diazonide	Forbidden									
	Bipyridilium pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*).	Flammable liquid	UN2782	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Bipyridilium pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*).	Poison B	UN2781	Poison	173.346	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Bipyridilium pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*).	Poison B	UN2781	Poison	173.364	173.385	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Black powder	Class A explosive		Explosive A	None	173.60	Forbidden	Forbidden	6	6	
	Black powder igniter with empty cartridge bag	Class C explosive		Explosive C	None	173.196	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Blasting agent, n.o.s.	Blasting agent		Blasting agent	None	173.114a	Forbidden	100 pounds	1,3	1,3	
	Blasting caps. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Blasting caps, electric. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Blasting caps, percussion actuated. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Blasting caps with detonating cord. See Detonators, Class A *or* Class C explosives and Detonating primers, Class A *or* Class C explosives.										
	Blasting caps with metal clad mild detonating fuze. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Blasting caps with safety fuse. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Blasting caps with shock tube. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Blasting gelatin. See High explosive										
	Blasting powder. See Black powder										
W	Bleaching powder, *containing 39% or less available chlorine*	ORM-C	UN2208	None	173.345	173.920			1,2	1,2	Keep dry. Stow separate from flammable liquids and acids (blow away from oils, grease, and similar organic materials.
	Boiler compound, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Bomb, explosive. See Explosive bomb										
	Bomb, explosive with gas, smoke, or incendiary material. See Explosive bomb										
	Bomb, fireworks. See Fireworks, special										
	Bomb, gas, smoke, or incendiary, nonexplosive. See Chemical ammunition, nonexplosive										
	Bomb, incendiary, or smoke without bursting charge. See Fireworks, special										
	Bomb, practice, with electric primer or electric squib (non-explosive). See 173.55										
	Bomb, sand-loaded or empty (non-explosive). See 173.55										
A	Bone oil	ORM-A		None	173.345	173.510	No limit	No limit			

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+ / E / A / W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Booster, explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.69	Forbidden	Forbidden	6	6	
	Bordeaux arsenite, liquid	Poison B	NA2759	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Bordeaux arsenite, solid	Poison B	NA2759	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Boron tribromide	Corrosive material	UN2692	Corrosive	None	173.251	Forbidden	1 quart	1	5	
	Boron trichloride	Corrosive material	UN1741	Corrosive	None	173.251	Fobidden	1 quart	1,2	5	Stow in well ventilated space. Shade from radiant heat. Segregation same as for nonflammable gases.
+	Boron trifluoride	Nonflammable gas	UN1008	Nonflammable gas and Poison	None	173.302	Forbidden	Forbidden	1	5	Stow away from living quarters and foodstuffs
	Boron trifluoride-acetic acid complex	Corrosive material	UN1742	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
W	*Bottles, having previously contained a hazardous material and not cleaned. See 173.29* Box toe board (*nitrocellulose base*)	ORM-C		None	173.505	173.925			1,3	1,3	Provide cool stowage in a compartment having a temperature not exceeding 130 deg F., well away from any sources of heat, and in position to protect or shove, even to jettison in event of fire. Separate from explosives, flammable liquids or gases, oxidizing materials, organic peroxides, or corrosive liquids.
	Box toe gum	Combustible liquid	UN2060	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Box toe gum	Flammable liquid	UN2059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Bromine	Corrosive material	UN1744	Corrosive	None	173.252	Forbidden	1 quart	1	5	Keep cool
	Bromine azide	Forbidden									
	Bromine pentafluoride	Oxidizer	UN1745	Oxidizer	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1	5	Shade from radiant heat. Segregation same as for corrosives
	Bromine trifluoride	Oxidizer	UN1746	Oxidizer and Poison	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1	5	Shade from radiant heat. Segregation same as for corrosives
	4-Bromo-1,2-dinitrobenzene (unstable at 59 deg C.)	Forbidden									
	1-Bromo-2-nitrobenzene (unstable at 59 deg C.)	Forbidden									
	Bromoacetic acid, solid	Corrosive material	UN1938	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry

	Bromoacetic acid solution	Corrosive material Poison A Combustible liquid ORM-A Forbidden	UN1938	Corrosive	173.244	173.245	1 quart Forbidden No limit	1 quart Forbidden No limit	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permited under deck Segregation same as for flammable liquids
	Bromoacetone, liquid		UN1569 UN2514	Poison gas None	None 173.118a	173.328 None			1 1,2	5 1,2	
A	Bromochloromethane	ORM-A Forbidden	UN1887	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons			
	Bromoform										
	Bromotoluene, alpha. See Benzyl bromide										
	Brucine, solid (*dimethoxy strychnine*)	Poison B	UN1570	Poison	173.364	173.365	50 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
W	Burlap bags, cleaned (*vacuum cleaned, wheel cleaned, or otherwise mechanically brushed*). *See* Burlap cloth										
W	Burlap bags, new. *See* Burlap cloth										
AW	Burlap bags, used and unwashed, *or* not cleaned	ORM-C		None	173.505	173.930	No limit	No limit	1	1	Keep cool
W	Burlap cloth (*hessian*)	ORM-C		None	173.505	173.931			1,2	1,2	Keep dry. Stow away from organic liquids
	Burnt cotton, not repicked	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.159	Forbidden	Forbidden	1	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Burnt fiber	Flammable solid Class A explosive	NA1372	Flammable solid Explosive A	None	173.169	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides.
	Bursts, explosive				None	173.89	Forbidden	Forbidden	6	6	
+	Butadiene, inhibited	Flammable gas	UN1010	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	Stow away from living quarters
	Butane *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
	1,2,4-Butanetriol trinitrate										
	tert-Butoxycarbonyl azide	Forbidden									
	n-Butyl-4,4-di-(tert-butylperoxy)valerate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Forbidden	UN2140								
	n-Butyl-4,4-di-(tert-butylperoxy)valerate, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2141								
E	Butyl acetate (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1123	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	n-Butyl acid phosphate. *See* Acid butyl phosphate										
	Butyl alcohol	Flammable liquid	NA1120	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Butylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1125	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Butyl bromide, *normal*	Flammable liquid	UN1126	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Butyl chloride	Flammable liquid	UN1127	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	tert-Butyl cumyl peroxide, *technically pure or* tert-Butyl cumene peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2091								
	Butyl ether	Flammable liquid	UN1149	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Butyl formate	Flammable liquid	UN1128	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	tert-Butyl hydroperoxide, *more than 72% but not more than 90% with water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3064								
	tert-Butyl hydroperoxide, *not more than 72% with water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3103								
	tert-Butyl hydroperoxide, *not more than 80% in di-tert-butyl peroxide and solvent. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3102								
	tert-Butyl hydroperoxide, *not more than 80% in di-tert-butyl peroxide or solvent. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3103								
	tert-Butyl hydroperoxide, more than 90% with water	Forbidden									
	n-Butyl isocyanate	Flammable liquid	UN2485	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	tert-Butyl isopropyl benzene hydroperoxide	Organic peroxide	NA3001	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Butyl mercaptan	Flammable liquid	UN2347	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2143								
	tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *not more than 30% with 2,2-Di-(tert-butylperoxy)butane, not more than 15%, with not less than 35% phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3066								
	tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *not more than 12% with 2,2-Di-(tert-butylperoxy)butane, not more than 14% with not less than 14% phlegmatizer and 60% inert inorganic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN3087								

tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *not more than 50% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2888	
tert-Butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoate *or tert*-Butyl peroxyisononanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2104	
3-*tert*-Butyl peroxy-3-phenylphthalide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2096	
tert-Butyl peroxyacetate, *not more than 76% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2095	
tert-Butyl peroxyacetate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2096	
tert-Butyl peroxyacetate, *more than 76% in solution*	Forbidden		
tert-Butyl peroxybenzoate, *not more than 75% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2098	
tert-Butyl peroxybenzoate, *not more than 50% with inert inorganic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2890	
tert-Butyl peroxybenzoate, *technically pure or tert*-Butyl peroxybenzoate, *more than 75% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2097	
tert-Butyl peroxycrotonate, *not more than 76% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2163	
n-Butyl peroxydicarbonate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2169	
n-Butyl peroxydicarbonate, *not more than 27% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2170	
n-Butyl peroxydicarbonate, *more than 52% in solution*	Forbidden		
tert-Butyl peroxydiethylacetate, *33% with tert*-Butyl peroxybenzoate, *33%, and solvent. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2551	
tert-Butyl peroxydiethylacetate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2144	
tert-Butyl peroxyisobutyrate, *more than 52% but not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2142	
tert-Butyl peroxyisobutyrate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2692	
tert-Butyl peroxyisobutyrate, *more than 77% in solution*	Forbidden		

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	tert-Butyl peroxyisopropyl carbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2103								
	tert-Butyl peroxymaleate, *not more than 55% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2100								
	tert-Butyl peroxymaleate, *not more than 55% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2101								
	tert-Butyl peroxymaleate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2099								
	tert-Butyl peroxyneodecanoate, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2177								
	tert-Butyl peroxyneodecanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2594								
	tert-Butyl peroxyphthalate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2105								
	tert-Butyl peroxypivalate, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2110								
	Butyl phosphoric acid. *See* Acid butyl phosphate										
E	n-Butyl phthalate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9095	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Butyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1747	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Butyraldehyde	Flammable liquid	UN1129	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Butyric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2820	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Cabazide	Forbidden									
E	Cadmium acetate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2570	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cadmium bromide (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2570	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cadmium chloride (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2570	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Calcium arsenate, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1573	Poison	173.364	173.367 173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
E	Calcium arsenite, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA1574	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Calcium bisulfite solution. *See* Calcium hydrogen sulfite solution										

E	Calcium carbide (*RQ-5000/2270*)	Flammable solid	UN1402	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.178	Forbidden	25 pounds	3,2	1,2	Keep dry. Stow away from copper, its alloys, and salts
	Calcium chlorate	Oxidizer	UN1452	Oxidizer	173.153	173.168	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals and cyanide
	Calcium chlorite	Oxidizer	UN1453	Oxidizer	None	173.180	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds, powdered materials, and cyanides
E	Calcium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-B	NA9096	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
AW	Calcium cyanamide, not hydrated (*containing more than 0.1% calcium carbide*)	ORM-C	UN1403	None	None	173.945	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Calcium cyanide, solid *or* Calcium cyanide mixture, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1575	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from corrosive liquids. Keep dry
E	Calcium dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9097	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Calcium hydrogen sulfite solution	Corrosive material	NA2693	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
E	Calcium hypochlorite, hydrated (*minimum 5.5% but not more than 10% water, and containing more than 39% available chlorine*) (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN2880	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Calcium hypochlorite mixture, *dry, (Containing more than 39% available chlorine)* (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1748	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep cool and dry
	Calcium, metal	Flammable solid	UN1401	Flammable solid and Dangerous when wet	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Keep cool and dry. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Calcium, metal, crystalline	Flammable solid	NA1401	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.231	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Keep cool and dry. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Calcium nitrate (*See 173.182(a) Note*)	Oxidizer	UN1454	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
AW	Calcium oxide	ORM-B	UN1910	None	173.505	173.850	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from explosives, acids, combustible materials, and ammonium salts
	Calcium permanganate	Oxidizer	UN1456	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Calcium peroxide	Oxidizer	UN1457	Oxidizer	173.153	173.156	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Calcium phosphide	Flammable solid	UN1360	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.161	Forbidden	25 pounds	1	5	Keep cool and dry. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Calcium resinate	Flammable solid	UN1313	Flammable solid	None	173.166	Forbidden	125 pounds	1	5	
	Calcium resinate, fused	Flammable solid	UN1314	Flammable solid	None	173.166	Forbidden	125 pounds	1	5	
AW	Camphene	ORM-A	NA9011	None	173.505	173.610	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Camphor oil	Combustible liquid	UN1130	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs and living quarters
	Cannon primer	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,2	5	
	Caprylyl peroxide solution	Organic peroxide	NA2129	Organic peroxide	173.153	173.221	1 quart	1 quart	1,2	4	Keep cool. Stow separate from combustible materials, explosives, or acids
	Caps, blasting. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Caps, toy. See Toy caps										
E	Captan (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	NA9099	None	None	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*).	Flammable liquid	UN2758	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2757	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Carbamate pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2757	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
BA	Carbaryl (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2757	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Carbofuran (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2757	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Carbofuran mixture, liquid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2757	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
+E	Carbolic acid. *See* Phenol										
E	Carbolic acid, liquid (*liquid tar acid containing over 50% phenol*). *See* Phenol, liquid										
E	Carbon bisulfide, *or* Carbon disulfide (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1131	Flammable liquid	None	173.121	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool. Not permitted on any vessel transporting explosives
	Carbon dioxide, liquefied	Nonflammable gas	UN2187	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Carbon dioxide-nitrous oxide mixture	Nonflammable gas	UN1015	Nonflammable gas	173.306	173..304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Carbon dioxide-oxygen mixture	Nonflammable gas	UN1014	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
AW	Carbon dioxide, solid, *or* Dry ice, *or* Carbonice	ORM-A	UN1845	None	None	173.615	440 pounds	440 pounds	1	1	Stow away from open ventilators. Stow away from cyanides or cyanide mixtures, liquid or dry
+	Carbon monoxide	Flammable gas	UN1016	Flammable gas	173.306	173.302	Forbidden	150 pounds	1	4	
	Carbon remover, liquid	Flammable liquid	UN1132	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
EAW	Carbon tetrachloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	UN1846	None	173.505	173.620	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from living quarters
	Carbonyl chloride. *See* Phosgene										
	Carboys, empty, must be classed for the hazardous material previously contained in carboy. See 173.29										
	Cartridge bags, empty, with black powder igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Cartridge cases, empty, primed	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Cartridge, practice ammunition	Class C explosive		Explosive C	None	173.101a	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Case oil. *See* Gasoline *or* Naptha										
	Casinghead gasoline. *See* Gasoline										

W	Castor Beans	ORM-A		None	173.505	173.952			1.2	1.2		Stow away from living quarters and foodstuffs. Bulk shipments permitted in tight vans or containers only (in cargo vessels (Castor beans only)
W	Castor pomace. *See* Castor beans												
E	Caustic, potash, dry, solid, flake, bead, *or* granular. *See* Potassium hydroxide, dry, etc.												
E	Caustic potash, liquid *or* solution. *See* Potassium hydroxide solution												
E	Caustic soda, dry, solid, flake, bead, *or* granular. *See* Sodium hydroxide, dry, etc.												
E	Caustic soda, liquid *or* solution. *See* Sodium hydroxide solution												
W	*Cellosolve.* *See* Ethylene glycol monoethyl ether												
W	*Cellosolve acetate.* *See* Ethylene glycol monoethyl ether acetate												
	Cement, adhesive, n.o.s. *See* Cement, liquid, n.o.s.												
	Cement, container, linoleum, tile, *or* wallboard, liquid	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1.2	1.2	1		
	Cement, leather	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Cement, liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1133	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2			
	Cement, liquid, n.o.s.	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Cement, pyroxylin	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1.2	1			
	Cement, roofing, liquid	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Cement, rubber	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1.2	1			
	Cesium metal	Flammable solid	UN1407	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	.5		Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Charcoal, activated	Flammable solid	UN1362	Flammable solid	173.162	173.162	25 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Charcoal briquettes *or* briquets	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.162	173.162	50 pounds	50 pounds	1.2	1.2			
	Charcoal screenings, made from 'pinon' wood	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.162	173.162	25 pounds	200 pounds	1.2	1.			
	Charcoal screenings, wet	Forbidden											
	Charcoal, shell	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.162	173.162	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2			
	Charcoal, wet	Forbidden											
	Charcoal, wood, ground, crushed, granulated, *or* pulverized	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.162	173.162	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2			
	Charcoal, wood, lump	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.162	173.162	50 pounds	50 pounds	1.2	1.2			
	Charcoal wood screenings, other than 'pinon' wood screenings	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	None	173.162	Forbidden	Forbidden	1	1			
	Charged oil well jet perforating gun (*total explosive contents in guns 20 pounds or more per motor vehicle*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.53 173.80	Forbidden	Forbidden					Forbidden

60-159 O—81——7

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Charged oil well jet perforating gun (*total explosive contents in guns not exceeding 20 pounds per motor vehicle or special offshore down hole tool pallet*)	Class C explosive		Explosive C	None	173.53 173.110	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Forbidden
	Chemical ammunition, explosive. See Ammunition, chemical, explosive, with ...										
	Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison B material*)	Poison B	UN2016	Poison	173.345	173.350	Forbidden	55 gallons			See correct shipping name of applicable Poison B material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Chemical ammunition, nonexplosive (*containing an irritating material*)	Irritating material	UN2017	Irritant	None	173.383	Forbidden	20 pounds			See correct shipping name of applicable Irritant material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A material*)	Poison A	UN2016	Poison gas	None	173.330	Forbidden	Forbidden			See correct shipping name of applicable Poison A material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Chemical kit	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.286		1 quart	1 quart	1,3	1,3	
	Chlorate and borate mixture (*containing more than 28% chlorate*)	Oxidizer	UN1458	Oxidizer	173.153	173.229	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds and away from powdered metals
	Chlorate and magnesium chloride mixture (*containing more than 28% chlorate*)	Oxidizer	UN1459	Oxidizer	173.153	173.229	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds, and away from powdered metals
	Chlorate explosive, dry. See High explosive										
	Chlorate, n.o.s.	Oxidizer	UN1461	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds and away from powdered metals
	Chlorate, n.o.s., wet	Oxidizer	NA1461	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	200 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds and away from powdered metals
	Chlorate of potash. *See* Potassium chlorate										
	Chlorate of soda. *See* Sodium chlorate										
	Chlorate powder. *See* High explosive										
F	Chlordane, liquid (*RQ-1/0.454*)	Flammable liquid	NA2762	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
B	Chlordane, liquid (*RQ-1/0.454*)	Combustible liquid	NA2762	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Chloric acid	Oxidizer	NA2626	Oxidizer and Poison	None	173.237	Forbidden	Forbidden			Forbidden
	Chloride of phosphorus. *See* Phosphorus trichloride										
	Chloride of sulfur. *See* Sulfur chloride										
W	Chlorinated lime (*chloride of lime.*) *See* Bleaching powder										

+E	Chlorine (RQ-10/4.54)	Nonflammable gas	UN1017	Nonflammable gas and Poison	None	173.304 173.314 173.315	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Stow in a well-ventilated space. Stow away from organic materials	
	Chlorine azide	Forbidden Oxidizer	NA1951	Oxidizer and Poison	None	173.237	Forbidden	Forbidden			Forbidden	
	Chlorine dioxide (not hydrate)	Forbidden Oxidizer	UN1749	Oxidizer and Poison	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1,3	5	Stow in well ventilated area away from organic material	
	Chlorine trifluoride	Corrosive material	UN1750	Corrosive	173.244	173.294	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck	
	Chloroacetic acid, liquid or solution	Corrosive material	UN1751	Corrosive	173.244	173.2425	25 pounds	100 pounds	1,2	1,3	Keep dry	
	Chloroacetic acid, solid	Irritating material	UN1697	Irritant	None	173.382	Forbidden	25 pounds	1	5		
	Chloroacetophenone, gas, liquid, or solid (CN)	Corrosive material	UN1752	Corrosive	None	173.253	Forbidden	1 quart	1	5	Keep dry	
E	Chloroacetyl chloride	Flammable liquid	UN1134	Flammable liquid	173.119	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2		
	Chlorobenzene (RQ-100/45.4)	Organic peroxide	UN2113	Organic peroxide	None	173.157 173.158	Forbidden	25 pounds	1	1		
E	Chlorobenzol. *See* Chlorobenzene											
	p-Chlorobenzoyl peroxide		UN2113									
	p-Chlorobenzoyl peroxide, *not more than 75% with water. See* p-Chlorobenzoyl peroxide.		UN2114									
	p-Chlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2115									
	p-Chlorobenzoyl peroxide, *not more than 32% in solution. See* Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.											
	Chlorodinitrobenzene. See Dinitrochlorobenzene											
EAW	Chloroform (RQ-5000/2270)	ORM-A	UN1888	None	173.505	173.530	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from living quarters and foodstuffs	
+	4-Chloro-o-toluidine hydrochloride	Poison B	UN1579	Poison	None	173.362	Forbidden	1 quart	1,2	1,2		
	3-Chloroperoxybenzoic acid, *not more than 86% with 3-chlorobenzoic acid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2755									
	Chlorophenyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1758	Corrosive	None	173.290	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry	
+	Chloropicrin, absorbed	Poison B	NA1583	Poison	None	173.357	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool	
+	Chloropicrin and methyl chloride mixture	Poison A	UN1582	Poison gas and Flammable gas	None	173.329	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool. Segregation same as for flammable gases.	
+	Chloropicrin and nonflammable, nonliquefied compressed gas mixture	Poison A	NA1955	Poison gas and Flammable gas	None	173.299	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool	
+	Chloropicrin, liquid	Poison B	UN1580	Poison	None	173.357	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool	
+	Chloropicrin mixture (*containing no compressed gas or Poison A liquid*)	Poison B	UN1583	Poison	None	173.357	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool	
A	Chloroplatinic acid, solid	ORM-B	UN2507	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,2	1		
	Chloroprene, *inhibited*	Flammable liquid	UN1991	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons				
	2-Chloropropene	Forbidden Flammable liquid	UN2456	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	5		

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Chlorosulfonic acid (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1754	Corrosive	173.244	173.254	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Chlorosulfonic acid-sulfur trioxide mixture (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1754	Corrosive	173.144	173.254	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
EA	Chlorpyrifos (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	
E	Chromic acetate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9101	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Chromic acid mixture, dry (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	NA1463	Oxidizer	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs
E	Chromic acid, solid (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	NA1463	Oxidizer	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs. Stow separate from flammable liquids and solids
E	Chromic acid solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1755	Corrosive	173.244	173.287	1 quart	1 gallon	1	1	
E	Chromic anhydride. *See* Chromic acid, solid										
	Chromic fluoride, solid	Corrosive material	UN1756	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Chromic fluoride solution	Corrosive material	UN1757	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
E	Chromic sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9100	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Chromic trioxide. *See* Chromic acid, solid										
	Chromium oxychloride *or* Chromyl chloride	Corrosive material	UN1758	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Chromous chloride (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9102	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cigar and cigarette lighter fluid. See Lighter fluid										
	Cigarette lighter (*or other similar ignition device*)	Flammable gas	UN1057	Flammable gas	173.21 175.10	173.308	21 ounces	25 pounds	1	1	
	Cigarette lighter (*or other similar ignition device*)	Flammable liquid	UN1226	Flammable liquid	173.21 175.10	173.118	Forbidden	Forbidden	1	1	
	Cigarette load	Class C explosive		Explosive C	None	173.114	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Cloud gas cylinder. See Chemical ammunition, nonexplosive										
	Coal briquettes, hot	Forbidden									
	Coal facings. *See* Coal ground bituminous, *etc.*										
	Coal gas. See Hydrocarbon gas, nonliquefied										
	Coal, ground bituminous, sea coal, coal facings, *etc.*	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.165		Forbidden	Forbidden	1	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Coal oil (*export shipment only*). *See* Kerosene										

Coal tar distillate	Combustible liquid	UN1137	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		
Coal tar distillate	Flammable liquid	UN1139	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	1	
Coal tar dye, liquid (*not otherwise specifically named in 172.101*)	Corrosive material	NA2801	Corrosive	173.244	173.244a	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	1,2	
Coal tar light oil	Combustible liquid	NA1137	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Coal tar light oil	Flammable liquid	NA1136	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	1	
Coal tar naphtha	Combustible liquid	NA2553	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Coal tar naphtha	Flammable liquid	NA2553	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	1	
Coal tar oil	Combustible liquid	NA1137	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Coal tar oil	Flammable liquid	NA1136	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	1,2	
Coating solution	Flammable liquid	UN1139	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1,2	1	1	
Cobaltous bromide (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9103	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Cobaltous formate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9104	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Cobaltous sulfamate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9106	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Cobalt resinate, precipitated	Flammable solid	UN1318	Flammable solid	None	173.166	Forbidden	125 pounds	1,2	1,2	1,2	
Cocculus, solid (*flakberry*)	Poison B	UN1584	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	4	Keep dry
Coconut meal pellets *containing at least 6% and not more than 13% moisture and not more than 10% residual fat content*	ORM-C		None	173.505	173.505			1,2	1,2		
Coir. *See* Fibers											
Coke, hot	Forbidden										
Collodion	Flammable liquid	NA9059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	1	
Cologne spirits (*alcohol*)	Flammable liquid	NA1170	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1	1	
Columbian spirits (*wood alcohol*)	Flammable liquid	NA1230	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1	1	
Combination fuze	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	1,3	
Combination primer	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	5	
Combustible liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	1,2	
Commercial shaped charge. See High explosive											
Common fireworks. *See* Fireworks, common											
Compound, cleaning, liquid	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	1	
Compound, cleaning, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	1,2	
Compound, cleaning, liquid	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	1,3	
Compound, cleaning, liquid (*containing phosphoric acid, acetic acid, sodium hydroxide or potassium hydroxide*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.244a	1 quart	1 quart	1,2	1,2	1,2	
Compound, cleaning, liquid (containing hydrochloric (muriatic) acid)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	1	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/ E/ A/ W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification numbers	(4) Label(s) required (if not exempted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Compound, cleaning, liquid (containing hydrofluoric acid)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	172.244	173.256	1 quart	1 gallon	1	4	
	Compound, enamel	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.120	1 quart	55 gallons	1.2	1	
	Compound, lacquer, paint, or varnish, removing, reducing, or thinning, liquid	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a				1.2	1.2	
	Compound, lacquer, paint, or varnish	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1.2	1.2	
	Compound, lacquer, paint, or varnish, removing, reducing, or thinning, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.120	1 quart	55 gallons	1.2	1	
	Compound, polishing, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.120	1 quart	55 gallons	1.2	1	
	Compound, rust preventing or Compound, rust removing	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1.2	1.2	
	Compound, tree or weed killing, liquid	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Compound, tree or weed killing, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1.2	1.2	
	Compound, tree or weed killing, liquid	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.118	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Compound, tree or weed killing, liquid	Poison B	NA2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2	
	Compound, tree or weed killing, solid	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds			
	Compound, vulcanizing, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1.2	1.2	
	Compound, vulcanizing, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Compound, water treatment, liquid. *See* Water treatment, liquid										
	Compressed gas, n.o.s.	Flammable gas	UN1954	Flammable gas	173.300	173.302 173.304 173.305	Forbidden	300 pounds	1	4	
	Compressed gas, n.o.s.	Nonflammable gas	UN1956	Nonflammable gas	173.306	173.302 173.304 173.305	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	
	Consumer commodity	ORM-D		None	173.500(b)	173.510 173.1200	65 pounds gross	65 pounds gross			Not subject to requirements of Part 176
	Container, reused or empty, must be classed for the hazardous material previously contained. See 173.28, 173.29										
	Copper acetoarsenite, solid (RQ-100/45.4)	Poison B	UN1585	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Copper acetylide	Forbidden									

	Copper amine azide	Forbidden									
	Copper arsenite, solid	Poison B	UN1586	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Copper based pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Flammable liquid	UN2776	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Copper based pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2775	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Copper based pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2775	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Copper chloride (*RQ-10/4.54*)	ORM-B	UN2802	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Copper cyanide	Poison B	UN1587	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
	Copper tetramine nitrate	Forbidden									
W	Copra	ORM-C	UN1363	None	173.505	173.960			1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Copra pellets. See Coconut meal pellets										
	Cordeau detonant fuse	Class C explosive		Explosive C	None	173.104	50 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Corrosive liquid, n.o.s.	Corrosive material	UN1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4	For material that meets only the corrosion to skin criteria of 49 CFR 173.240(a)(1), 'under deck' stowage is also authorized if the description includes the additional entry specified by 172.203(i)(2).
	Corrosive liquid, poisonous, n.o.s.	Corrosive material	UN2922	Corrosive and Poison	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1	4	
	Corrosive solid, n.o.s.	Corrosive material	UN1759	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1	4	For material that meets only the corrosion to skin criteria of 49 CFR 173.240(a)(1), 'under deck' stowage is also authorized if the description includes the additional entry specified by 172.203(i)(2).
	Cosmetics, liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Cosmetics, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cosmetics, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Cosmetics, n.o.s.	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Cosmetics, n.o.s.	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Cosmetics, solid, n.o.s.	Corrosive material	NA1759	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
W	Cotton	ORM-C		None	173.505	173.885			1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids. See 176.900 to 176.904
W	Cotton batting	ORM-C		None	173.505	173.870			1,2	1,2	Keep dry. Stow away from vegetable or animal oils. See 176.900 to 176.904
W	Cotton batting dross. *See* Cotton batting										
	Cotton, burnt. See Burnt cotton										
W	Cotton seed hull fiber *or* shavings, pulp, *or* cut linters. See Cotton batting										
	Cotton sweepings. *See* Cotton waste										
W	Cotton wadding. *See* Cotton batting										
W	Cotton waste	ORM-C		None	173.505	173.975			1,2	1,2	Keep dry. Stow away from vegetable or animal oils. See 176.900 to 176.904
	Cotton waste, oily (*with more than 5% of animal or vegetable oil*)	Flammable solid	UN1364	Flammable solid			Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
E	Coumaphos (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Coumaphos mixture, liquid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	½ pint	1 quart	1,2	1,2	
	Creosote, coal tar	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
P/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Creosote oil. See Creosote coal tar										
E	Cresol (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2076	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Crotonaldehyde (*RQ-100/45.4*)	Flammable liquid	UN1143	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119	1 quart	1 gallon	1,2	1	
	Crotonic acid	Corrosive material	UN2823	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Crotonylene	Flammable liquid	UN1144	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Crude nitrogen fertilizer solution (*more than 25.3 p.s.i.g.*)	Nonflammable gas	NA1043	Nonflammable gas	173.306	173.306 173.314	Forbidden	300 pounds	1,3	1,3	
	Crude oil, petroleum	Combustible liquid	UN1267	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Crude oil, petroleum	Flammable liquid	UN1267	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Cumene hydroperoxide	Organic peroxide	UN2116	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Cumene hydroperoxide, *technically pure. See* Cumene hydroperoxide.		UN2116								
E	Cupric acetate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9106	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cupric cyanide. See Copper cyanide										
E	Cupric nitrate (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Cupric oxalate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2449	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cupric sulfate (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	NA9103	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cupric sulfate, ammoniated (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9110	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cupric tartrate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9111	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cupriethylene-diamine solution	Corrosive material	UN1761	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Cyanide *or* cyanide mixture, dry	Poison B	UN1588	Poison	173.364	173.370	25 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from acids
	Cyanide solution, n.o.s.	Poison B	UN1935	Poison	173.345	173.352	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
	Cyanogen bromide	Poison B	UN1889	Poison	None	173.379	Forbidden	25 pounds	1	5	Shade from radiant heat. Segregation same as for corrosive materials
E	Cyanogen chloride *containing less than 0.9% water (RQ-10/4.54)*	Poison A	UN1589	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Cyanogen gas	Poison A	UN1026	Poison gas and flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gas
	Cyanuric triazide	Forbidden									

E	Cyclobexane (RQ-1000/454)	Flammable liquid	UN1145	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4			
	Cyclohexanone peroxide, 50 to 85% peroxide	Organic peroxide	UN3118	Organic peroxide	173.157	173.154	Forbidden	25 pounds	1	1			
	Cyclohexanone peroxide, as a paste with not more than 9% by weight active oxygen. See Cyclohexanone peroxide, 50 to 85% peroxide.		UN2896										
	Cyclohexanone peroxide, in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See Cyclohexanone peroxide, 50 to 85% peroxide		UN3118										
	Cyclohexanone peroxide, not over 30% peroxide	Organic peroxide	UN2896	Organic peroxide	173.158	173.154	2 pounds	25 pounds	1.2	1.2			
	Cyclohexanone peroxide and di-(1-hydroxy cyclohexyl) peroxide mixture. See appropriate cyclohexanone peroxide entry												Keep dry
	Cyclohexenyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1762	Corrosive	None	173.290	Forbidden	10 gallons	1	1			
	Cyclohexylamine	Flammable liquid	UN2357	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Cyclohexyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1763	Corrosive	None	173.290	Forbidden	10 gallons	1	1			Keep dry
	Cyclopentane	Flammable liquid	UN1146	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4			
	Cyclopentane, methyl	Flammable liquid	UN2298	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4			
	Cyclopropane	Flammable gas	UN1027	Flammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1.2	1			
	Cyclotetramethylene tetranitramine (dry) (HMX)	Forbidden											
	Cyclotetramethylene tetranitramine, wet with not less than 10% water. See High explosive.												
	Cyclotrimethylene trinitramine, desensitized. See High explosive												
	Cyclotrimethylene trinitramine, wet with not less than 10% water. See High explosive												
	Cylinder, empty, including ton tanks, must be classed for the hazardous material previously contained in cylinder. See 173.29												
EA	2,4-D. See 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid												
EA	DDT or Dichlorodiphenyltrichloroethane (RQ-1/0.454)	ORM-A	NA9261	None	173.505	173.540	No limit	No limit	1.2	1.2			
	Dead oil. See Creosote, coal tar												
	Decaborane	Flammable solid	UN1868	Flammable solid and Poison	None	173.236	Forbidden	25 pounds	1.2	1.2			
	Decahydronaphthalene	Combustible liquid	UN1147	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2			
	Decalin. See Decahydronaphthalene												
	Decanoyl peroxide, technically pure. See Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN3120										
	Delay connectors. See Detonators, Class A or Class C explosives and Detonating primers, Class A or Class C explosives	Class C explosive		Explosive C	None	173.186	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Delay electric igniter												

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+ / E / A / W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Denatured alcohol	Flammable liquid	NA1986	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Depth bomb. See Explosive bomb										
EA	2,4-D ester. *See* 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid ester										
	Detonating fuze, Class A, *with or without radioactive components*	Class A explosive		Explosive A	None	173.89	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Detonating fuze, Class C explosive	Class C explosive		Explosive C	None	173.113	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Detonating primers, Class A explosives. *See 173.53*	Class A explosive		Explosive A	None	173.68	Forbidden	Forbidden	6	5	Do not stow detonating primers, Class A explosives with any high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonating primers, Class C explosives. *See 173.100*	Class C explosive		Explosive C	None	173.68	173.103(d)	150 pounds	1,2	1,2	The maximum net quantity in one package for this material shipped aboard passenger vessel is limited to 50 pounds. Must not be stowed in portable magazine or metal locker. Do not stow detonating primers, Class C explosives with high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonators, Class A explosives. *See 173.53*	Class A explosive		Explosive A	None	173.66	Forbidden	Forbidden	6	--	Do not stow detonators, Class A with any high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonators, Class C explosives. *See 173.100*	Class C explosive		Explosive C	None	173.66	173.103(d)	150 pounds	1,2	1,2	The maximum net quantity in one package for this material shipped aboard passenger vessel is limited to 50 pounds. Must be stowed in portable magazine or metal locker. Do not stow detonators, Class C explosives with high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonators, commercial. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Di-(1-hydroxycyclohexyl) peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2148								
	Di-(1-hydroxytetrazole) (dry)	Forbidden									
	Di-(1-naphthoyl)peroxide	Forbidden									
	Di-(2-ethylhexyl) peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2122								

Di-(2-ethylhexyl) peroxydicarbonate, *not more than 67% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2123		173.225	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
Di-(2-ethylhexyl) phosphoric acid	Corrosive material	NA 1902	Corrosive	173.244						
Di-(2-methylbenzoyl)peroxide, *not more than 87% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2593								
1,3-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene, *technically pure or more than 40% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2112								
1,3-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene and 1,4-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene mixture, *technically pure or more than 40% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2112								
1,4-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene, *technically pure or more than 40% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2112								
Di-(3,5,5-trimethyl-1,2-dioxolanyl-3)peroxide, *not more than 50% as a paste, with phlegmatizer. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2697								
2,2-Di-(4,4-di-tert-butylperoxycyclohexyl)propane, *not more than 42% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2168								
2,2-Di-(4,4-di-tert-butylperoxycyclohexyl) propane, *more than 42% with inert solid*	Forbidden									
Di-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2154								
Di-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonate, *not more than 42%, stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2894								
Diacetone alcohol	Flammable liquid	UN1148	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
Diacetone alcohol peroxide, *not more than 57% in solution with not more than 9% hydrogen peroxide, not less than 26% diacetone alcohol and not less than 9% water; total active oxygen content not more than 9%. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2163								
Diacetone alcohol peroxides, more than 57% in solution with more than 9% hydrogen peroxide, less than 26% diacetone alcohol and less than 9% water; total active oxygen content more than 9% by weight	Forbidden									
Diacetyl	Flammable liquid	UN2346	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
p-Diazidobenzene	Forbidden									

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	1,2-Diazidoethane	Forbidden									
SA	Diazinon (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	1,1'-Diazoaminonaphthalene	Forbidden									
	Diazoaminotetrazole (dry)	Forbidden									
	Diazodinitrophenol. *See* Initiating explosive										
	Diazodinitrophenol (dry)	Forbidden									
	Diazodiphenylmethane	Forbidden									
	Diazonium nitrates (dry)	Forbidden									
	Diazonium perchlorates (dry)	Forbidden									
	1,3-Diazopropane	Forbidden									
	Dibenzyl peroxydicarbonate, *not more than 87% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2149								
	Dibenzyl peroxydicarbonate, more than 87% with water	Forbidden									
	Di-(beta-nitroxpethyl)ammonium nitrate	Forbidden									
+	Diborane *or* diborane mixtures	Flammable gas	UN1911	Flammable gas and Poison	None	173.302	Forbidden	Forbidden	1	5	Separate from Chlorine and materials bearing the oxidizer label.
	Dibromoacetylene	Forbidden									
A	Dibromodifluoromethane	ORM-A	UN1941	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons			
EW	1,2-Dibromoethane. *See* Ethylene dibromide										
E	Dicamba (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA2769	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Dicetyl peroxydicarbonate, *not more than 42%, stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2895								
	Dicetyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2164								
E	Dichlobenil (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA2769	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Dichlone (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	N,N'-Dichlorazodicarbonamidine (salts of), (dry)	Forbidden									
E	*1,1-Dichloro-2,2-bis(parachlorophenyl) ethane. See* TDE										
	Dichloroacetic acid	Corrosive material	UN1764	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Dichloroacetyl chloride	Corrosive material	UN1765	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	4	Keep dry
	Dichloroacetylene	Forbidden									

EA	Dichlorobenzene, ortho, liquid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	UN1591	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
EA	Dichlorobenzene, para, solid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	UN1592	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *not more than 75% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2137									
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2138									
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.											
	1,4-Dichlorobenzoyl peroxide, more than 75% with water	Forbidden	NA2924	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		
	Dichlorobutene	Flammable liquid	NA2924	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		
	Dichlorobutene	Corrosive material	NA2924	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1	4		
A	Dichlorodifluoroethylene	ORM-A	NA9018	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2		
	Dichlorodifluoromethane	Nonflammable gas	UN1028	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2			
	Dichlorodifluoromethane and difluoroethane mixture (*constant boiling mixture*)	Nonflammable gas	UN2602	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
	Dichlorodifluoromethane-dichlorotetrafluoroethane mixture	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
	Dichlorodifluoromethane-monochlorodifluoromethane mixture	Nonflammable gas	NA1958	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
	Dichlorodifluoromethane-trichloromonofluoromethane mixture	Nonflammable gas	NA1958	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
	Dichlorodifluoromethane-trichloromonofluoromethane-mono-chlorodifluoromethane mixture	Nonflammable gas	NA1958	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
	Dichlorodifluoromethane-trichlorotrifluoroethane mixture	Nonflammable gas	NA1958	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.316	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
EA	Dichlorodiphenyltrichloroethane. *See* DDT											
	Dichloroethylene	Flammable liquid	UN1150	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		
	Dichloroisopropyl ether	Corrosive material	UN2490	Corrosive	173.244	173.244	1 quart	10 gallons	1,2	1,2		
A	Dichloromethane *or* Methylene chloride	ORM-A	UN1593	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2		
	Dichloropentane	Flammable liquid	UN1152	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2			
EA	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2765	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2		
E	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid ester (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2765	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Dichlorophenyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1766	Corrosive	None	173.240	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry	
E	Dichloropropane. *See* Propylene dichloride											
E	Dichloropropene (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN2047	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) (c) Other requirements
	Dichloropropene and propylene dichloride mixture	Flammable liquid	NA2047	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	2,2-Dichloropropionic acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Dichlorvos (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	Forbidden	1 quart	1,2	1,2	
E	Dichlorvos mixture dry (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Dicumyl peroxide *50% solution*	Organic peroxide	NA2121	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Dicumyl peroxide, *technically pure or* Dicumyl peroxide, *with inert solid. See* Dicumyl peroxide, dry.		UN2121								
	Dicumyl peroxide, dry	Organic peroxide	UN2121	Organic peroxide	173.153	173.154	2 pounds	25 pounds	1,2	1,2	
	Dicyclohexyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2152								
	Dicyclohexyl peroxydicarbonate, *not more than 91% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2153								
EA	Dieldrin (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Diesel fuel. *See* Fuel oil										
	Diethanol nitrosamine dinitrate (dry)	Forbidden									
E	Diethylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1154	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	5 pints	1,3	4	
	Diethyl cellosolve. *See* Ethylene glycol diethyl ether										
	Diethyl dichlorosilane	Flammable liquid	UN1767	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry. Segregation same as for corrosives
	Diethylene glycol dinitrate. See 173.51	Forbidden									
	Diethylgold bromide	Forbidden									
	Diethyl ketone	Flammable liquid	UN1156	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Diethyl peroxydicarbonate, *not more than 27% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2175								
	Diethyl peroxydicarbonate, more than 27% in solution	Forbidden									
	Diethylzinc. See Pyrophic liquid, n.o.s.										
	1,1-Difluoro-1-chloroethane. *See* Difluoromonochloroethane										

+												
	Difluoroethane	Flammable gas	UN1030	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1		
+	Difluoromonochloroethane	Flammable gas	UN2517	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1		
	Difluorophosphoric acid, anhydrous	Corrosive material	UN1768	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2		
	2,2-Dihydroperoxy propane, not more than 27% with inert organic solid. See Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2178									
	Dihydropyran	Flammable liquid	UN2376	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4		
	1,8-Dihydroxy-2,4,5,7-tetranitroanthraquinone (chrysamminic acid)	Forbidden										
	Diisobutylene	Forbidden										
	Diisobutyl ketone	Combustible liquid	UN1157	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Diisobutyryl peroxide, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Forbidden	UN2182									
	Diisooctyl acid phosphate	Corrosive material	UN1902	Corrosive	173.244	173.266	1 quart	1 quart	1,2	1,2		
	Diisopropylamine	Flammable liquid	UN1158	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		
	Diisopropylbenzene hydroperoxide solution, *not over 72% peroxide*	Organic peroxide	UN2171	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4		
	Diisopropylbenzene hydroperoxide, *not more than 72% in solution. See* Diisopropylbenzene hydroperoxide solution, *not more than 72% peroxide.*	Forbidden	UN2171									
	Diisopropylbenzene hydroperoxide, more than 72% in solution											
	Diisopropyl ether	Flammable liquid	UN1159	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4		
	Diisotridecyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2889									
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(2-ethylhexanoylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2167									
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2172									
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexane, *not more than 82% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2173									
	2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy hexane, *not more than 82% with water. See* Dimethylhexane dihydroperoxide, *with 18% or more water.*		UN2174									
	2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy hexane, more than 82% with water	Forbidden										

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2155								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexane, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid n.o.s.		UN2156								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexyne-3, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2158								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexyne-3, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2159								
+E	Dimethylamine, anhydrous (*RQ-1000/454*)	Flammable gas	UN1032	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	
E	Dimethylamine, aqueous solution (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1160	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	2,3-Dimethylbutane	Flammable liquid	UN2457	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Dimethyl carbonate	Flammable liquid	UN1161	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Dimethyl chlorothiophosphate	Corrosive material	NA2922	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	1,4-Dimethylcyclohexane	Flammable liquid	UN2263	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Dimethyldichlorosilane	Flammable liquid	UN1162	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	5 pints	1,2	1	
+	Dimethyl ether	Flammable gas	UN1033	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	
	Dimethylhexane dihydroperoxide (dry)	Forbidden									
	Dimethylhexane dihydroperoxide, (with 18% or more water)	Organic peroxide	UN2174	Organic peroxide	None	173.157	Forbidden	25 pounds	1	1	
	Dimethylhydrazine, unsymmetrical (*UDMH*)	Flammable liquid	UN1163	Flammable liquid and Poison	None	173.145	Forbidden	5 pints	1,2	1	Keep dry. Separate from corrosive and oxidizing materials, and organic peroxides.

Dimethyl phosphorochloridothioate. *See* Dimethyl chlorothiophosphate.	Corrosive material	UN1455	Corrosive	None	173.255	Forbidden	1 quart	1	5	Keep cool.
Dimethyl sulfate	Flammable liquid	UN1163	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1 Q	5	
Dinoseb. *See* Organic pesticide, solid, n.o.s.		UN2765								
Dinoseb acetate. *See* Organic pesticide, solid, n.o.s.		UN2765								
Dinoseb salts. *See* Organic pesticide, solid, n.o.s.		UN2765								
Dinoterb. *See* Organic pesticide, solid, n.o.s.		UN2765								
Dinoterb acetate. *See* Organic pesticide, solid, n.o.s.		UN2765								
Dinoterb salts. *See* Organic pesticide, solid, n.o.s.		UN2765								
Dinoxylyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2598								
Dinoxylyl peroxydicarbonate, *not more than 27% stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2892								
1,4-Dinitro-1,1,4,4-tetramethylolbutanetetranitrate (dry)	Forbidden									
2,4-Dinitro-1,3,5-trimethylbenzene	Forbidden									
1,3-Dinitro-4,5-dinitrosobenzene	Forbidden									
1,3-Dinitro-5,5-dimethyl hydantoin	Forbidden									
Dinitro-7,8-dimethylglycoluril (dry)	Forbidden									
E Dinitrobenzene, solid, *or* Dinitrobenzol, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1597	Poison	173.3864	173.3171	50 pounds	2000 pounds	1 Q	1 Q	
E Dinitrobenzene solution (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1597	Poison	173.3845	173.3846	1 quart	55 gallons	1 Q	1 Q	
Dinitrochlorobenzene	Poison B	UN1577	Poison	173.3854	173.3855	50 pounds	2000 pounds	1 Q	1 Q	
A Dinitrocyclohexylphenol	ORM-A	NA9026	None	173.5405	173.5349	No limit	No limit			
1,2-Dinitroethane	Forbidden									
1,1-Dinitroethane (dry)	Forbidden									
Dinitroglycoluril	Forbidden									
Dinitromethane	Forbidden									
E Dinitrophenol solution (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1599	Poison	173.3845	173.3862a	1 quart	65 pounds	1 Q	1 Q	Stow away from heavy metals and their compounds. If flash point is 141 deg F or less segregation same as for flammable liquids
Dinitropropylene glycol	Forbidden									
2,4-Dinitroresorcinol (heavy metal salts of). (dry)	Forbidden									
4,6-Dinitroresorcinol (heavy metal salts of). (dry)	Forbidden									
3,5-Dinitrosalicylic acid (lead salt), (dry)	Forbidden									
Dinitrosobenzylamidine and salts of (dry)	Forbidden									
2,2-Dinitrostilbene	Forbidden									
E Dinitrotoluene, liquid (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN1600	None	None	173.510	No limit	No limit	1 Q	1 Q	
E Dinitrotoluene, solid (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN2038	None	None	173.510	No limit	No limit	1 Q	1 Q	
a,a'-Di-(nitroxy)methylether	Forbidden									
1,5-Dinitroxy pentamethylene-2,4,6,8-tetramine (dry)	Forbidden									
Di-n-propyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid, n.o.s.		UN2176								
Dioxane	Flammable liquid	UN1165	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1 Q	1	
Dioxolane	Flammable liquid	UN1166	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1 Q	1	
Diphenylamine chloroarsine (*DM*)	Irritating material	UN1698	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	5	
Diphenyl dichlorosilane	Corrosive material	UN1769	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	
Diphenyl methyl bromide, solid	Corrosive material	UN1770	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1	1	
Diphenyl methyl bromide solution	Corrosive material	UN1770	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1 Q	1 Q	
Diphosgene. See Phosgene										

60-159 O—81——8

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Diquat (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA2781	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Di-sec-butyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2150								
	Di-sec-butyl peroxydicarbonate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2151								
	Disinfectant, liquid	Corrosive material	UN1903	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1	4	
	Disinfectant, liquid	Poison B	UN1601	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Disinfectant, liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Disinfectant, solid	Poison B	UN1601	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1	
	Dispersant gas *or* Refrigerant gas. *See 173.314 NOTE 13 and 173.315 NOTE 9*										
	Distearyl peroxydicarbonate, *not more than 85% with stearyl alcohol. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2592								
E	Disulfoton (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1,2	5	
E	Disulfoton mixture, dry(*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.377	173.377	Forbidden	200pounds	1,2	4	
E	Disulfoton mixture, liquid(*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.385(b)(7)	173.359	1pint	1quart	1,2	5	
	Di-tert-butyl peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2102								
	1,1-Di-(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethyl cyclohexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution n.o.s.		UN2145								
	1,1-Di-(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethyl cyclohexane, *not more than 57% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2146								
	1,1-Di-(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethyl cyclohexane, *not more than 58% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2147								
	2,2-Di-(tert-butylperoxy)butane, *not more than 55% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2141								
	2,2-Di-(tert-butylperoxy) butane, more than 55% in solution	Forbidden									

1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2179														
1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2180														
2,2-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2181														
1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 40% with inert inorganic solid, with not less than 13% phlegmatizer. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2885														
1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 50% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2807														
Di-(tert-butylperoxy) phthalate, more than 55% in solution	Forbidden															
Di-(tert-butylperoxy)phthalate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2106														
Di-(tert-butylperoxy)phthalate, *not more than 55% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2107														
Di-(tert-butylperoxy)phthalate, *not more than 55% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2108														
2,2-Di-(tert-butylperoxy)propane, *not more than 50% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2083														
2,2-Di-(tert-butylperoxy)propane, *not more than 40% with inert inorganic solid with not less than 13% phlegmatizer. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2884														
Dithiocarbamate pesticide, liquid, n.o.s. *(compounds and preparations)*	Flammable liquid	UN2772	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	1							
Dithiocarbamate pesticide, liquid, n.o.s. *(compounds and preparations)*	Poison B	UN2771	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2							
Dithiocarbamate pesticide, solid, n.o.s. *(compounds and preparations)*	Poison B	UN2771	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2							
Diuron *(RQ-100/45.4)*	ORM-E	NA2767	None	None	173.510	No limit	No limit	1.3	1.3							
Divinyl ether	Flammable liquid	UN1167	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	6							
Dodecylbenzenesulfonic acid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA2584	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2							
Dodecyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1771	Corrosive	None	173.240	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry						
Dressing, leather	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2							
Dressing, leather	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1							
Drier. See Paint drier, liquid. *Drill cartridge. See 173.55*																
Drugs, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2							
Drugs, n.o.s.	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2							
Drugs, n.o.s.	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2							

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Drugs, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Drugs, liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Drugs, liquid, n.o.s.	Poison B	NA2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,3	1	
	Drugs, solid, n.o.s.	Corrosive material	NA1759	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Drugs, solid, n.o.s.	Poison B	NA2811	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,3	1,3	
	Drums, empty, must be classed for the hazardous material previously contained in drum. See 173.29										
	Dry ice. *See* Carbon dioxide, solid										
	Dye intermediate, liquid	Corrosive material	UN2801	Corrosive	173.244	173.249a	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs and living quarters
	Dynamite. See High explosive										
E	EDTA. *See* Ethylenediaminetetraacetic acid										
	Electric blasting caps. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Electric squib	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Electric storage battery, wet. *See* Battery, electric storage, wet										
	Electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid, packed with dry-storage battery	Corrosive material	NA2797	Corrosive	None	173.258	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
	Electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid, packed with battery charger, radio current supply device, *or* electronic equipment and actuating device.	Corrosive material	NA2797	Corrosive	None	173.259	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
E	Electrolyte (acid) battery fluid (*not over 47% acid*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2796	Corrosive	173.244	173.257	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Empty cartridge bag with black powder igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Enamel. *See* Paint, Enamel, Lacquer, *etc.*										
E	Endosulfan (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.365	1 pound	10 pounds	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
E	Endosulfan mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
E	Endrin (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.365	1 pounds	10 pounds	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
E	Endrin mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Engine, internal combustion				173.120						

	Engine starting fluid	Flammable gas	UN1960	Flammable gas	None	173.304	Forbidden	60 pounds	1,2	5			
E	Epichlorohydrin (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN2023	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2			
	Eradicator, paint or grease, liquid	Flammable liquid	UN1650	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Escape or Evacuation slide, inflatable. *See* Life rafts, inflatable												
E	Etching acid, liquid, n.o.s. (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	None	173.298	Forbidden	10 pounds	1	6			
+	Ethane	Flammable gas	UN1035	Flammable gas	173.308	173.304	Forbidden	300 pounds	1,2	4			
	Ethanol amine dinitrate	Forbidden	NA9703	Poison	173.345	173.346	Forbidden	1 quart	1,2	1,2			
E	Ethion (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2			
E	Ethion mixture, dry (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN2re4										
	Ethyl-3,3-di-(tert-butylperoxy)butyrate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.												
	Ethyl-3,3-di-(tert-butylperoxy)butyrate, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2185										
	Ethyl-3,3-di-(tert-butylperoxy)butyrate, *not more than 50% with inert inorganic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2588										
	Ethyl acetate	Flammable liquid	UN1173	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl acrylate, inhibited	Flammable liquid	UN1917	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl alcohol	Flammable liquid	UN1170	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1			
E	Ethyl aldehyde. *See* Acetaldehyde												
E	Ethyl benzene (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1175	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl borate	Flammable liquid	UN1176	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	Keep dry		
	Ethyl butyl acetate	Combustible liquid	UN1177	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2			
	Ethyl butyl ether	Flammable liquid	UN1179	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl butyraldehyde	Flammable liquid	UN1178	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl butyrate	Flammable liquid	UN1180	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2			
	Ethyl chloride	Flammable liquid	UN1037	Flammable liquid	None	173.128	Forbidden	See 173.123	1,2	1	Segregation same as for flammable gases		
	Ethyl chloroacetate	Combustible liquid	UN1181	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2			
	Ethyl chloroformate (*chlorocarbonate*)	Flammable liquid	UN1182	Flammable liquid and Poison	None	173.298	Forbidden	5 pints	1,2	1			
	Ethyl chlorothioformate	Corrosive material	UN2826	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1,2	1			
	Ethyl crotonate	Flammable liquid	UN1862	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl dichlorosilane	Flammable liquid	UN1183	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	5 pints	1,2	1			
+	Ethylene	Flammable gas	UN1962	Flammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1,2	4			

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Ethylene chlorohydrin	Poison B	UN1135	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	Segregation same as for flammable liquids
E	Ethylenediamine (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1604	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Ethylene diamine diperchlorate	Forbidden									
E	Ethylenediaminetetraacetic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9117	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EAW	Ethylene dibromide (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1605	None	173.505	173.620	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from living quarters
E	Ethylene dichloride (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1184	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Ethylene glycol diethyl ether (*diethyl 'Cellosolve'*)	Combustible liquid	UN1153	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol dinitrate	Forbidden									
	Ethylene glycol monoethyl ether (*'Cellosolve'*)	Combustible liquid	UN1171	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol monoethyl ether acetate (*'Cellosolve acetate'*)	Combustible liquid	UN1172	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol monomethyl ether (*methyl 'Cellosolve'*)	Combustible liquid	UN1188	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol monomethyl ether acetate (*methyl 'Cellosolve acetate'*)	Combustible liquid	UN1189	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene imine, inhibited	Flammable liquid	UN1185	Flammable liquid and Poison	None	173.139	Forbidden	5 pints	1,2	1	
	Ethylene oxide	Flammable liquid	UN1040	Flammable liquid	None	173.124	Forbidden	See 173.124	1,2	1	Segregation same as for flammable gases
	Ethyl ether	Flammable liquid	UN1155	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Ethyl formate	Flammable liquid	UN1190	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Ethylhexaldehyde	Combustible liquid	UN1191	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethyl hydroperoxide (explodes above 100 deg C)	Forbidden									
	Ethyl lactate	Combustible liquid	UN1192	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethyl mercaptan	Flammable liquid	UN2363	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Ethyl methyl ether	Flammable liquid	UN1039	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	1	Segregation same as for flammable gases
	Ethyl methyl ketone	Flammable liquid	UN1193	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

Ethyl nitrate (*nitric ether*)	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	Forbidden	1.2	1	
Ethyl nitrite (nitrous ether)	Flammable liquid	UN1194	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	Forbidden	1.3	5	
Ethyl perchlorate	Forbidden									
Ethyl phenyl dichlorosilane	Corrosive material	UN2435	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	5	
Ethyl phosphonothioic dichloride, anhydrous	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4	
Ethyl phosphonous dichloride, anhydrous	Corrosive material	NA2845	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4	
Ethyl phosphorodichloridate	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4	
Ethyl propionate	Flammable liquid	UN1195	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
Ethyl silicate (*tetraethyl orthosilicate*)	Combustible liquid	UN1292	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.3	1.2	
Ethyl trichlorosilane	Flammable liquid	UN1196	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	5 pints	1.2	1	
Etiologic agent, n.o.s.	Etiologic agent	NA2814	Etiologic agent	173.386	173.387	See 173.388	4 liters			Not permitted except under specific conditions approved by the Department
Excelsior (shredded wood) *when dry, clear, and free from oil*	ORM-C		None	173.505	173.880			1.3	1.3	Stow away from organic, corrosive, or oxidizing materials
Explosive auto alarm	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	50 pounds	150 pounds	1.2	1.2	
Explosive bomb	Class A explosive		Explosive A	None	173.66	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with these items
Explosive cable cutter	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3	
Explosive, forbidden. See Sec. 173.51	Forbidden									
Explosive mine	Class A explosive		Explosive A	None	173.66	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with these items
Explosive, new approval, and evaluation. See 173.86										
Explosive power device, Class B	Class B explosive		Explosive B	None	173.94	Forbidden	150 pounds	1.2	5	
Explosive power device, Class C	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3	
Explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with this material
Explosive release device	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3	
Explosive rivet	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1.3	1.2	
Explosive, sample for laboratory examination				173.86		Forbidden	See 173.86			
Explosive torpedo	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with this material
Extract, liquid, flavoring	Flammable liquid	UN1197	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
Fabric with animal or vegetable oil. See										
Fibers *or fabric*, containing not more than 5% animal *or* vegetable fat										

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
AW	Feed, wet, mixed	ORM-C		None	173.505	173.980	Forbidden	Forbidden	3	3	Stow in cool, dry, well ventilated compartment. Do not stow bags over ten tiers high without flooring off. Do not overstow
W	Felt, waste. *See* Cotton waste										
	Felt, waste, wet. *See* Waste wool, wet										
E	Ferric ammonium citrate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9118	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ferric ammonium oxalate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9119	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ferric arsenate, solid	Poison B	UN1606	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Ferric arsenite, solid	Poison B	UN1607	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Ferric chloride, solid, *anhydrous* (*RQ-1000/454*)	ORM-B	UN1773	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Ferric chloride solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2582	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 quarts	1,2	1,2	
E	Ferric fluoride (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9120	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ferric nitrate (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN1466	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Ferric sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9121	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
W	Ferrochrome, exothermic	ORM-C		None	173.505	173.985			1	1	
W	Ferromanganese, exothermic. *See* Ferrochrome, exothermic										
W	Ferrophosphorus	ORM-A		None	173.505	173.635			1,2	1,2	Keep dry. Stow away from living quarters
AW	Ferrosilicon, *containing 30% or more but not more than 70% silicon*	ORM-A	UN1408	None	173.505	173.645	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from living quarters. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Ferrous ammonium sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9122	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ferrous arsenate, solid	Poison B	UN1608	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Ferrous chloride, solid (*RQ-100/45.4*)	ORM-B	NA1759	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ferrous chloride, solution (*RQ-100/45.4*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
E	Ferrous sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9125	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Fertilizer ammoniating solution *containing free ammonia (more than 25.3 p.s.i.g.)*	Nonflammable gas	UN1043	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1,2	4	
	Fertilizer, tankage. *See* Garbage, tankage										
	Fibers or fabric, containing not more than 5% animal or vegetable oil	Flammable solid	NA1373	Flammable solid	None	173.170	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
W	Fibers (*jute, hemp, flax, sisal, coir, kapok, and similar vegetable fibers*)	ORM-C	NA1372	None	173.505	173.965			1,2	1,2	Stow away from animal or vegetable oils. Segregation same as for flammable solids
	Fibers, burnt	Flammable solid	NA1372	Flammable solid	None	173.169	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Film (*nitrocellulose*)	Flammable solid	NA1324	Flammable solid	None	173.177	50 pounds	200 pounds	1,3	1,3	Stow away from other flammable cargo or substances

Film, photographic, (including scrap film), safety, nonflammable, or slow burning. Not subject to requirements of this subchapter													
Firecracker. See Fireworks, common or special													
Firecracker salute. See Fireworks, common or special													
Fire extinguisher	Nonflammable gas	UN1044	Nonflammable gas	173.306			150 pounds	300 pounds	1,2	1,2			
Fire extinguisher charge containing not more than 50 grains of propellant explosive per unit. Not subject to requirements of this subchapter.													
Fire extinguisher charge containing sulfuric acid	Corrosive material	UN1777	Corrosive	173.281			1 quart	1 gallon	1,2	1,2			
Fireworks, common	Class C explosive		Explosive C	None	173.100 173.88	173.114a	250 pounds	300 pounds	1,3	1,3			Passenger vessels in metal lockers only
Fireworks, exhibition display piece. See Fireworks, special													
Fireworks, special	Class B explosive		Explosive B	None	173.88 173.91		Forbidden	300 pounds	3	3			Passenger vessels in metal lockers only. Toy torpedoes must not be packed with other special fireworks.
Fish meal *or* fish scrap containing 6% to 12% water	ORM-E	NA2216	None	173.505	173.1905				1,2	1,2			Segregation same as for flammable solids. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides. *Use double strip stowage* for cargo 6-12 percent moisture containing not more than 12 percent fat. *Use single strip stowage* for cargo 6-12 percent moisture containing 12-15 percent fat
Fish meal *or* fish scrap containing less than 6% or more than 12% water	Flammable solid	NA1374	Flammable solid	None	173.174		Forbidden	Forbidden	1,2	1,2			Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
Fissile radioactive material. *See* Radioactive material, fissile													
Flame retardant compound liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.288		1 quart	10 gallons	1,2	1,2			
Flammable gas n.o.s. *See* Compressed gas, n.o.s.													
Flammable liquid, corrosive, n.o.s.	Flammable liquid	UN2924	Flammable liquid and Corrosive	173.118	173.119		1 quart	1 quart	1,2	1			
Flammable liquid, n.o.s.	Flammable liquid	UN1993	Flammable liquid	173.118	173.119		1 quart	10 gallons	1,2	1			
Flammable liquid, poisonous, n.o.s.	Flammable liquid	UN1992	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119		1 quart	10 gallons	1,2	1			
Flammable solid, corrosive, n.o.s.	Flammable solid	UN2925	Flammable solid and Corrosive	173.153	173.154		25 pounds	25 pounds	1	4			
Flammable solid, n.o.s.	Flammable solid	UN1325	Flammable solid	173.153	173.154		25 pounds	25 pounds	1,2	1,2			
Flammable solid, poisonous, n.o.s.	Flammable solid	UN2926	Flammable solid and Poison	173.153	173.154		25 pounds	25 pounds	1,2	1			
Flare. See Fireworks, common													
Flare, airplane. See Fireworks, special													
Flash cartridge. See Fireworks, special *or* Low explosives													

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Flash cracker. See Fireworks, common *or* special										
	Flash powder. See Fireworks, special *or* Low explosives										
	Flax. See Fibers										
	Flexible linear shaped charge, metal clad	Class C explosive		Explosive C	None	173.104	50 pounds	300 pounds	1,3	1,3	
	Flowers of sulfur. *See* Sulfur										
	Flue dust, poisonous	Poison B	NA2811	Poison	173.364	173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Fluoboric acid	Corrosive material	UN1775	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
E	Fluoric acid. *See* Hydrofluoric acid										
	Fluorine	Nonflammable gas	UN1045	Poison and Oxidizer	None	173.302	Forbidden	Forbidden	1	5	Stow in well ventilated space away from organic materials
	Fluorophosphoric acid, anhydrous. *See* Monofluorophosphoric acid, anhydrous										
	Fluorosilicic acid. *See* Hydrofluorosilicic acid										
	Fluorosulfonic acid *or* Fluosulfonic acid	Corrosive material	UN1777	Corrosive	None	173.274	Forbidden	1 gallon	1	5	Keep dry
	Forbidden explosives. See 173.51	Forbidden									
	Forbidden materials. See 173.21	Forbidden									
RAW	Formaldehyde solution (*flash point more than 141 deg F.; in containers of 110 gallons or less*) (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN2209	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons	1,2	4	
E	Formaldehyde solution (*flash point not more than 141 deg F.; in containers over 110 gallons*) (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN1198	None	173.118a	None	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
RAW	Formaldehyde solution (*flash point not more than 141 deg F.; in containers of 110 gallons or less*) (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1198	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons	1,2	4	
E	Formaldehyde solution (*flash point more than 141 deg F.; in containers over 110 gallons*) (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN2209	None	173.118a	None	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
	Formalin. *See* Formaldehyde solution										
E	Formic acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1779	Corrosive	173.244	173.245 173.289	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
E	Formic acid solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1779	Corrosive	173.244	173.245 173.289	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Fuel, aviation, turbine engine	Flammable liquid	UN1863	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

Fuel, aviation, turbine engine	Combustible liquid	UN1863	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Fuel oil	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Fuel oil, diesel. *See* Fuel oil											
Fuel oil, No. 1, 2, 4, 5 or 6	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Fulminate of mercury (dry)	Forbidden										
Fulminate of mercury, wet. See Initiating explosive	Forbidden										
Fulminating gold	Forbidden										
Fulminating mercury	Forbidden										
Fulminating platinum	Forbidden										
Fulminating silver	Forbidden										
Fulminic acid	Forbidden										
Fumaric acid (*RQ-5000/2270*)	OHM-E	NA9126	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
Fumaryl chloride	Corrosive material	UN1780	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1	1	Glass carboys not permitted	
Fumigant. See 173.132(a) Note 1											
Furan	Flammable liquid	UN2389	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Furfural (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN1199	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1		
Fusee (*railway or highway*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.154a	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3		
Fuse igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Fuse, instantaneous	Class C explosive		Explosive C	173.100		50 pounds	150 pounds	1.2	1.2		
Fuse lighter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Fusel oil	Combustible liquid	UN1201	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Fuse, mild detonating, metal clad	Class C explosive		Explosive C	None	173.104	50 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
Fuse, safety	Class C explosive		Explosive C	173.100	173.100	50 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
Fuze, combination	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Fuze, detonating	Class A explosive		Explosive A	None	173.60	Forbidden	Forbidden	6	5		
Fuze, detonating, Class C explosive	Class C explosive		Explosive C	None	173.113	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Fuze, detonating, radioactive	Class A explosive		Explosive A	None	173.60	Forbidden	Forbidden	6	5		
Fuze, percussion	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Fuze, time	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Fuze, tracer	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Galactsan trinitrate	Forbidden										
Gallium metal, liquid	ORM-B	UN2803	None	None	173.241	Forbidden	Forbidden	1	5	None	
Gallium metal, solid	ORM-B	UN2803	None	None	173.242	40 pounds	40 pounds	1.2	1	Shade from radiant heat	
Garbage tankage *containing 8% or more water*	ORM-C		None	None	173.505			1.2	1.2		
Garbage tankage, *containing less than 8% water*	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.209	Forbidden	Forbidden	1	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	

(1) + / E / A / W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Gas cylinder, empty. *See* Cylinder, empty										
	Gas drips, hydrocarbon	Combustible liquid	UN1864	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Gas drips, hydrocarbon	Flammable liquid	UN1864	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Gas identification set	Poison A	NA9035	Poison gas	None	173.331	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Gas identification set	Irritating material	NA9035	Irritant	None	173.331	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Gas mine. *See* Explosive mine										
	Gasohol *(gasoline mixed with ethyl alcohol).* *See* Gasoline										
	Gas oil. *See* Fuel oil										
	Gasoline *(including casing-head and natural)*	Flammable liquid	UN1203	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4	
	Gelatine Dynamite. *See* High explosive										
	Germane	Poison A	UN2192	Poison gas and Flammable gas	None	173.332	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases
	Glycerol-1,3-dinitrate	Forbidden									
	Glycerol monogluconate trinitrate	Forbidden									
	Glycerol monolactate trinitrate	Forbidden									
	Grenade *without bursting charge. (With incendiary material)*	Class B explosive		Explosive B	None	173.91	Forbidden	Forbidden	3	3	Passenger vessels in metal lockers only
	Grenade *without bursting charge. (With smoke charge)* (Smoke grenade)	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Grenade *without bursting charge. (With Poison A gas charge)*	Poison A	NA3016	Poison gas	None	173.330	Forbidden	Forbidden			*See* correct shipping name of applicable Poison A material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Grenade *without bursting charge. (With Poison B charge)*	Poison B	NA2016	Poison	None	173.350	Forbidden	Forbidden			*See* correct shipping name of applicable Poison B material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Grenade, empty, primed	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Grenade, hand *or* rifle, explosive *(with or without gas, smoke, or incendiary material)*	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1,2	5	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Grenade, tear gas	Irritating material	NA2017	Irritant	None	173.385	Forbidden	75 pounds	1,2	1	
	Guanidine nitrate	Oxidizer	UN1467	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from nitro-compounds, chlorates, and acids

		Forbidden											
	Guanyl nitrosamino guanylidene hydrazine. See Initiating explosive												
	Guanyl nitrosamino guanylidene hydrazine (dry)												
	Guanyl nitrosamino guanyl tetrazene. See Initiating explosive												
	Guided missile, without warhead. See Rocket motor, Class A explosive *or* Rocket motor, Class B explosive												
	Guided missile with warhead. See Rocket ammunition with explosive, illuminating, gas, incendiary, *or* smoke projectile												
E	*Guncotton. See* High explosive												
E	Guthion. *See* Azinphos methyl												
E	Guthion mixture, liquid. *See* Azinphos methyl mixture, liquid												
	Hafnium metal, dry. (*See 173.214 Note 3*)	Flammable solid	UN2545	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	75 pounds	1	5		
		Flammable solid	UN1326	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	150 pounds	1.2	5		
	Hair, wet	Flammable solid	NA1372	Flammable solid	None	173.172	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
	Hand signal device	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		
W	Hay	ORM-C	UN1327	None	173.505	173.1005			1.2	1.2	Segregation same as for flammable solids. Stow away from animal or vegetable oils	
W	Hay or straw (*loose, wet, or damp*)		UN1327								Forbidden for water shipment	
E	Hazardous substance, liquid *or* solid, n.o.s.	ORM-B	NA9188	None	None	173.1300	No limit	No limit	1.2	1.2		
E	Hazardous waste, liquid *or* solid, n.o.s.	ORM-E	NA9189	None	None	173.1300	Forbidden	550 pounds	1.2	1.2		
	Hazardous waste, meeting the definition of a hazard class other than ORM-E. See 172.101(c)(10)												
	Heater for refrigerator car, liquid fuel type (*containing fuel*)	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.146		Forbidden	Forbidden	1.2	1		
	Helium	Nonflammable gas	UN1046	Nonflammable gas	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
	Helium-oxygen mixture	Nonflammable gas	NA1980	Nonflammable gas	173.306	173.302	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
E	Heptachlor (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.	
	Heptane	Flammable liquid	UN1206	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
W	*Hessian. See* Burlap cloth												
E	Hexachlorocyclopentadiene (*RQ-1/0.454*)	Corrosive material	UN2646	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
W	Hexachloroethane	ORM-A	NA9037	None	173.505	173.510			1.2	1.2		
	Hexadecyltrichlorosilane	Corrosive material	UN2781	Corrosive	None	173.240	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry	
	Hexadiene	Flammable liquid	UN2458	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.2	1.2		
	Hexaethyl tetraphosphate and compressed gas mixture	Poison A	UN1612	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat	
	Hexaethyl tetraphosphate, liquid	Poison B	UN1611	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1	4		
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, dry (*containing more than 2% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1.2	1.2		

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, dry (*containing not more than 2% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	NA2783	Poison	173.377	173.377	50 pounds	300 pounds	1,2	4	
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, liquid (*containing more than 25% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1,2	5	
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, liquid (*containing not more than 25% hexaethyl tetraphophate*)	Poison B	UN2783	Poison	173.359	173.359	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Hexafluorophosphoric acid	Corrosive material	UN1782	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	
	Hexafluoropropylene	Nonflammable gas	UN1858	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1	4	
	Hexafluoropropylene oxide	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Hexaldehyde	Flammable liquid	UN1207	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	3,3,6,6,9,9-Hexamethyl-1,2,4,5-tetraoxocyclononane, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2165								
	3,3,6,6,9,9-Hexamethyl-1,2,4,5-tetraoxocyclononane, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2166								
	3,3,6,6,9,9-Hexamethyl-1,2,4,5-tetraoxocyclononane, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2167								
	Hexamethylenediamine, solid	Corrosive material	UN2280	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Hexamethylenediamine, solution	Corrosive material	UN1783	Corrosive	173.244	173.202	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Hexamethyleneimine	Corrosive material	UN2493	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Hexamethylene triperoxide diamine (dry)	Forbidden									
	Hexamethylol benzene hexanitrate	Forbidden									
	Hexane	Flammable liquid	UN1208	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	2,2',4,4',6,6'-Hexanitro-3,3'-dihydroxyazobenzene (dry)	Forbidden									

Hexanitrooxy benzene	Forbidden											
2,2',3',4,4',6-Hexanitrodiphenylamine	Forbidden											
2,3',4,4',6,6'-Hexanitrodiphenylether	Forbidden											
N,N'-(hexanitrodiphenyl)-ethylene dinitramine (dry)	Forbidden											
Hexanitrodiphenyl urea	Forbidden											
Hexanitrostilbene	Forbidden											
Hexanitrooxanilide	Forbidden											
Hexanoic acid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2			
Hexyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1784	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry		
High explosive	Class A explosive		Explosive A	173.855	173.61 to 173.87	Forbidden	Forbidden	6	5			
High explosive, liquid	Class A explosive		Explosive A	None	173.62	Forbidden	Forbidden	6	5			
Hydraulic accumulator. *See* Accumulator, pressurized												
Hydrazine, anhydrous	Flammable liquid	UN2029	Flammable liquid and Poison	None	173.276	Forbidden	5 pints	1	5	Segregation same as for corrosives		
Hydrazine, aqueous solution	Corrosive material	UN3030	Corrosive	None	173.276	Forbidden	5 pints	1	5			
Hydrazine azide	Forbidden											
Hydrazine chlorate	Forbidden											
Hydrazine dicarboxylic acid diazide	Forbidden											
Hydrazine perchlorate	Forbidden											
Hydrazine selenate	Forbidden											
Hydriodic acid	Corrosive material	UN1787	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
Hydrobromic acid, *more than 49% strength*	Corrosive material	UN1788	Corrosive	None	173.262	Forbidden	Forbidden	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
Hydrobromic acid, anhydrous. *See* Hydrogen bromide												
Hydrobromic acid not more than 49% strength	Corrosive material	UN1788	Corrosive	173.244	173.262	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
+ Hydrocarbon gas, liquefied	Flammable gas	UN1965	Flammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1,2	1			
+ Hydrocarbon gas, nonliquefied	Flammable gas	UN1964	Flammable gas	173.306	173.302	Forbidden	300 pounds	1,2	1			
E Hydrochloric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
E Hydrochloric acid, anhydrous. *See* Hydrogen chloride												
E Hydrochloric acid mixture (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
E Hydrochloric acid solution, inhibited (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
E Hydrocyanic acid (*prussic*) solution (*5% or more hydrocyanic acid*) (*RQ-10/4.54*)	Poison A	UN1613	Poison gas and Flammable gas	None	173.332	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Aqueous solutions containing more than 30 percent hydrogen cyanide are not permitted in transportation by water. Segregation same as for flammable gases.		
E Hydrocyanic acid, liquefied (*RQ-10/4.54*)	Poison A	NA1051	Poison gas and Flammable gas	None	173.332	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases.		
Hydrocyanic acid (prussic), unstabilized	Forbidden											

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
+E	Hydrocyanic acid solution, less than 5% hydrocyanic acid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1613	Poison	None	173.351	Forbidden	25 pounds	1	5	Shade from radiant heat
E	Hydrofluoric acid, anhydrous. *See* Hydrogen fluoride										
E	Hydrofluoric acid solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1790	Corrosive	173.244	173.264	1 quart	1 gallon	1	4	
E	Hydrofluoric and sulfuric acid mixture (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1786	Corrosive	None	173.290	Forbidden	1 gallon	1	5	
	Hydrofluoroboric acid. *See* Fluoboric acid										
	Hydrofluorosilicic acid	Corrosive material	NA1778	Corrosive	None	173.265	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
+	Hydrogen	Flammable gas	UN1049	Flammable gas	173.306	173.302 173.314	Forbidden	300 pounds	1,2	54	
	Hydrogen bromide	Nonflammable gas	UN1048	Nonflammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Hydrogen chloride (*RQ-5000/2270*)	Nonflammable gas	UN1050	Nonflammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Hydrogen fluoride (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1052	Corrosive	None	173.264	Forbidden	110 pounds	1	5	Segregation same as for nonflammable gases
	Hydrogen iodide solution. *See* Hydriodic acid										
+	Hydrogen, liquefied	Flammable gas	UN1966	Flammable gas	None	173.316	Forbidden	Forbidden			Forbidden
	Hydrogen peroxide solution (*40% to 52% peroxide*)	Oxidizer	UN2014	Oxidizer	173.244	173.266	Forbidden	Forbidden	1	4	Shade from radiant heat. Separate from permanganates. Keep away from powdered metals
	Hydrogen peroxide solution (*8% to 40% peroxide*)	Oxidizer	UN2014	Oxidizer	173.244	173.266	1 quart	1 gallon	1,2	1	Shade from radiant heat. Separate from permanganates. Keep away from powdered metals
	Hydrogen peroxide solution (*over 52% peroxide*)	Oxidizer	UN2015	Oxidizer and Corrosive	None	173.266	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Separate from permanganates. Keep away from powdered metals. Concentrations greater than 60% hydrogen peroxide not permitted on any vessel except under conditions approved by the Department
+	Hydrogen selenide	Flammable gas	UN2202	Flammable gas and Poison	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	
E	Hydrogen sulfate. *See* Sulfuric acid										

+R	Hydrogen sulfide (RQ-100/45.4)	Flammable gas	UN1053	Flammable gas and Poison	None	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1	5	
	Hydrosilicofluoric acid. See Hydrofluorosilicic acid										
	Hydroxyl amine iodide	Forbidden									
E	Hypochlorite solution *containing more than 7% available chlorine by weight (RQ-100/45.4)*	Corrosive material	UN1791	Corrosive	173.244	173.277	1 quart	4 gallons	1.2	1	Glass carboys in hampers not permitted under deck
EA	Hypochlorite solution containing not more than 7% available chlorine by weight (RQ-100/45.4)	ORM-B	NA1791	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Hyponitrous acid	Forbidden									
	Igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3	
	Igniter cord	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3	
	Igniter fuse, metal clad	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3	
	Igniter, jet thrust (jato)	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Igniter, jet thrust (jato)	Class B explosive		Explosive B	None	173.92	Forbidden	550 pounds	1.3	5	
	Igniter, rocket motor	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Igniter, rocket motor	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	550 pounds	1.3	5	
	Illuminating projectile. See Fireworks, special										
	Imanobispropylamine	Corrosive material	UN2269 UN2811	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	
	Infectious substance, human, n.o.s. *See* Etiologic agent, n.o.s.										
	Initiating explosive (*diazodinitrophenol*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.70	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*fulminate of mercury*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.71	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*guanyl nitrosamino guanylidene hydrazine*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.72	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*lead azide, dextrinated type only*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.73	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*lead mononitroresorcinate*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.70	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*lead styphnate (lead trinitroresorcinate)*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.74	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*nitro mannite*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.75	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*nitroguanidine*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.78	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*pentaerythrite tetranitrate*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.77	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (*tetrazene (guanyl nitrosamine guanyl tetrazene)*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.78	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosives (dry)	Forbidden									
	Ink	Combustible liquid	UN2667	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Ink	Flammable liquid	UN1210	Flammable liquid	173.118	173.144	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Inositol hexanitrate (dry)	Forbidden									
	Insecticide, dry, n.o.s.	Poison B	NA2588	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	

60-159 O—81——9

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Insecticide, liquefied gas (*containing no Poison A or B material*)	Nonflammable gas	NA1968	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,3	1,3	
	Insecticide, liquefied gas, containing Poison A material *or* Poison B material	Poison A	NA1967	Poison gas	None	173.329 173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Insecticide, liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Insecticide, liquid, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Insecticide, liquid, n.o.s.	Poison B	NA2902	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
W	Insulation tape (*varnished cloth type*). *See* Oiled material										
	Inulin trinitrate (dry)	Forbidden									
	Iodine azide (dry)	Forbidden									
	Iodine monochloride	Corrosive material	UN1792	Corrosive	None	173.263	Forbidden	1 quart	1	5	Keep dry
	Iodine pentafluoride	Oxidizer	UN2495	Oxidizer and Poison	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1	1	Keep dry
	Iodoxy compounds (dry)	Forbidden									
	Iridium nitratopentamine iridium nitrate	Forbidden									
E	Iron chloride, solid. *See* Ferric chloride, solid										
	Iron mass *or* sponge, *not properly oxidized*	Flammable solid	NA1389	Flammable solid	None	173.174	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Iron mass *or* sponge, spent	Flammable solid	UN1376	Flammable solid	None	173.174	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Iron oxide, spent. *See* Iron mass *or* sponge, spent										
E	Iron sesquichloride, solid. *See* Ferric chloride										
	Irritating agent, n.o.s.	Irritating material	NA1693	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	1	Stow away from living quarters
	Isobutane *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
E	Isobutyl acetate (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1213	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Isobutylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1214	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Isobutylene *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
E	Isobutyric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2529	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	

Isobutyric anhydride	Corrosive material	UN2530	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.3		
Isononanyl peroxide, *technically pure or* Isononanyl peroxide, *in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2129									
Isooctane	Flammable liquid	UN1262	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	1		
Isooctene	Flammable liquid	UN1216	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4		
Isopentane	Flammable liquid	UN1265	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	4		
Isopentanoic acid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
E Isoprene (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1218	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	4		
Isopropanol	Flammable liquid	UN1219	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1.2	1		
E Isopropanolamine dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9127	None	None	173.510	No limit	No limit	1.3	1.2		
Isopropyl acetate	Flammable liquid	UN1220	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Isopropyl acid phosphate, solid	Corrosive material	UN1793	Corrosive	173.244	173.245a	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		
Isopropyl alcohol. *See* Isopropanol											
Isopropylamine	Flammable liquid	UN1221	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	5		
Isopropyl mercaptan	Flammable liquid	UN2703	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1.3	5		
Isopropyl nitrate	Flammable liquid	UN1222	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Isopropyl percarbonate, stabilized	Organic peroxide	NA2164	Organic peroxide	None	173.202	Forbidden	Forbidden	5	5		
Isopropyl percarbonate, unstabilized	Organic peroxide	NA2135	Organic peroxide	None	173.218	Forbidden	Forbidden	5	5		
Isopropyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Isopropyl percarbonate, unstabilized		UN2135									
Isopropyl peroxydicarbonate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2134									
Isopropyl phosphoric acid, solid. *See Isohexyenic acid (polymerization hazard)*											
Jet thrust igniter. *See* Igniter, jet thrust											
Jet thrust unit (*jato*)	Forbidden		Class A explosive	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	6		
Jet thrust unit (*jato*)	Class B explosive		Explosive B	None	173.92	Forbidden	550 pounds	1.3	5		
W *Jute. See* Fibers											
W *Kapok. See* Fibers											
E Keltbane (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
E Kepone (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
Kerosene	Combustible liquid	UN1223	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Lacquer. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, *etc.*											

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Lacquer base *or* Lacquer chips, plastic (*wet with alcohol or solvent*)	Flammable liquid	UN1263	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,2	1	
	Lacquer base, *or* Lacquer chips, dry	Flammable solid	NA2557	Flammable solid	173.153	173.175	25 pounds	100 pounds	1	1	
	Lacquer base, liquid. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, *etc.*										
	Lacquer removing, reducing, *or* thinning compound. *See* Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing *or* thinning liquid										
	Lauroyl peroxide	Organic peroxide	UN2124	Organic peroxide	173.153	173.167 173.158	2 pounds	25 pounds	1,2	1	
	Lauroyl peroxide, *not more than 42%, stable dispersion, in water.* *See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2893								
	Lauroyl peroxide, *technically pure.* *See* Lauroyl peroxide.		UN2124								
E	Lead acetate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN1616	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Lead arsenate, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1617	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Lead arsenite, solid	Poison B	UN1618	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Lead azide. *See* Initiating explosive										
	Lead azide (dry)	Forbidden									
EA	Lead chloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2291	None	173.505	173.600	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Lead cyanide	Poison B	UN1620	Poison	173.370		25 pounds	No limit	1,2	1,2	Stow away from acids
W	Lead dross (*containing 3% or more free acid*)	ORM-C	NA1794	None	173.505	173.1040			1,2	1,2	Segregation same as for corrosive materials
EA	Lead fluoborate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2291	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Lead fluoride (*RQ-5000/454*)	ORM-B	NA2811	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Lead iodide (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2811	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Lead mononitroresorcinate. *See* Initiating explosive										
	Lead mononitroresorcinate (dry)	Forbidden									
E	Lead nitrate (*RQ-5000/2270*)	Oxidizer	UN1469	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs
	Lead peroxide	Oxidizer	UN1872	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs
	Lead picrate (dry)	Forbidden									
W	Lead scrap. *See* Lead dross										
E	Lead stearate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2811	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Lead styphnate (dry)	Forbidden									
	Lead styphnate (lead trinitroresorcinate). *See* Initiating explosive										
E	Lead Sulfate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2291	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Lead sulfate, solid (*containing more than 3% free acid*) (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1794	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	

E	Lead sulfide (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2291	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
E	Lead thiocyanate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2291	None	None	173.510	No limit	No limit	1,3	1,3		
	Leather bleach *or* dressing	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	1		
	Leather bleach *or* dressing	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Life raft, inflatable	ORM-C		None	None	173.906	1 per inaccessible cargo compartment	No limit	1,2	1,2		
	Lighter fluid	Flammable liquid	UN1226	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		
	Lime—nitrogen. See Calcium cyanamide, not hydrated											
	Lime, unslaked. *See* Calcium oxide											
EA	Lindane (*RQ-1/.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
+	Liquefied hydrocarbon gas. *See* Hydrocarbon gas, liquefied											
	Liquefied nonflammable gas (*charged with nitrogen, carbon dioxide, or air*)	Nonflammable gas	NA1058	Nonflammable gas	173.306	173.304	300 pounds	300 pounds	1,2	1,2		
+	Liquefied petroleum gas	Flammable gas	UN1075	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1		
	Liquid other than one classed as flammable, corrosive, poison or irritant, charged with nitrogen, carbon dioxide, or air. See Compressed gas n.o.s.											
	Lithium acetylide-ethylene diamine complex	Flammable solid	NA2813	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.308	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	
	Lithium aluminum hydride	Flammable solid	UN1410	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.305	Forbidden	25 pounds	1,2	6	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	
	Lithium aluminum hydride, ethereal	Flammable liquid	UN1411	Flammable liquid	None	173.187	Forbidden	1 quart	1	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Lithium amide, powdered	Flammable solid	UN1412	Flammable solid	173.153	173.168	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Lithium battery. See 173.206(f).											
	Lithium borohydride	Flammable solid	UN1413	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Lithium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9154	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Lithium ferrosilicon	Flammable solid	UN2830	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Lithium hydride	Flammable solid	UN1414	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Lithium hydride in fused solid form	Flammable solid	UN2805	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	100 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium hypochlorite compound, dry (*containing more than 39% available chlorine*)	Oxidizer	UN1471	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Lithium metal	Flammable solid	UN1415	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium metal, in cartridges	Flammable solid	UN1415	Flammable solid and Dangerous when wet	173.206	173.206	1 pound	25 pounds	1,2	4	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium nitride	Flammable solid	UN2806	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium peroxide	Oxidizer	UN1472	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Lithium silicon	Flammable solid	UN1417	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	London purple, solid	Poison B	UN1621	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Low blasting explosive. See Low explosive										
	Low explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.60	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Lye. See Sodium hydroxide, solid										
	Magnesium aluminum phosphide	Flammable solid	UN1419	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
+	Magnesium arsenate, solid	Poison B	UN1622	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Magnesium dross, wet or hot. See 173.173	Forbidden									
	Magnesium, metal (*powdered, pellets, turnings, or ribbons*)	Flammable solid	UN1869	Flammable solid and Dangerous when wet	173.153	173.220	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Magnesium nitrate	Oxidizer	UN1474	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Magnesium perchlorate	Oxidizer	UN1475	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals

	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	ID No.	Label(s) required (if not excepted)	Special provisions	Packaging (§173.***) Exceptions	Packaging (§173.***) Non-bulk	Packaging (§173.***) Bulk	Quantity limitations Passenger aircraft/rail	Quantity limitations Cargo aircraft only	Vessel stowage
	Magnesium peroxide, solid	Oxidizer	UN1476	Oxidizer		173.153	None	173.920	25 pounds	100 pounds	1,2
	Magnesium scrap (*borings, clippings, shavings, sheet, turnings, or scalpings*)	Flammable solid	NA1869	Flammable solid and Dangerous when wet		173.153			Forbidden	Forbidden	1,2
A	Magnetized material	ORM-C	UN2807	Magnetized material			None	173.1920	No limit	No limit	
EA	Malathion (*RQ-10/4.54*)	ORM-A	NA2783	None		173.505	173.510	173.510	No limit	No limit	1,2
EA	Maleic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA2215	None		173.505	173.510	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2
RAW	Maleic anhydride (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	UN2215	None		173.505	173.510	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2
	Mandrax tetranitrate	Forbidden									
	Matches, block. See Matches, strike anywhere										
	Matches, safety, *book, card, or strike-on-box*	Flammable solid	UN1944	Flammable solid		173.176	173.176	173.176	50 pounds	50 pounds	1,2
	Matches, strike anywhere	Flammable solid	UN1331	Flammable solid		173.176	None	173.176	Forbidden	Forbidden	1,2
E	Matting acid, *See* Sulfuric acid										
	Medicines, n.o.s.	Combustible liquid	UN1851	None		173.118a	None	None	No limit	No limit	1,2
	Medicines, n.o.s.	Flammable liquid	UN1851	Flammable liquid		173.118	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2
	Medicines, n.o.s.	Flammable solid	UN1851	Flammable solid		173.153	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2
	Medicines, n.o.s.	Oxidizer	UN1851	Oxidizer		173.153	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2
	Medicines, liquid, n.o.s.	Corrosive material	UN1851	Corrosive		173.244	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2
	Medicines, liquid, n.o.s.	Poison B	UN1851	Poison		173.345	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2
	Medicines, solid, n.o.s.	Corrosive material	UN1851	Corrosive		173.244	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2
	Medicines, solid, n.o.s.	Poison B	UN1851	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
	Menthetrihydro phthalic anhydride	Corrosive material	NA1760	Corrosive			None	173.299	Forbidden	1 quart	1,2
	p-Menthane hydroperoxide, *technically pure. See* Peramenthane hydroperoxide		UN2125								
	Mercaptan mixture, aliphatic	Flammable liquid	NA1228	Flammable liquid		None	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2
	Mercaptan mixture, aliphatic (*in containers over 110 gallons*)	Combustible liquid	NA1228	None		173.118a	None	None	Forbidden	10 gallons	1,2
AW	Mercaptan mixture, aliphatic (*in containers of 110 gallons or less*). *See 173.141(b)*	ORM-A	NA1228	None		173.505	173.505	173.510	Forbidden	10 gallons	1,2
E	Mercaptodimethur (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA3757	None		173.364	None	173.510	No limit	No limit	1,2
+	Mercuric acetate	Poison B	UN1629	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
+	Mercuric ammonium chloride, solid	Poison B	UN1630	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
+	Mercuric benzoate, solid	Poison B	UN1631	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
+	Mercuric bromide, solid	Poison B	UN1634	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
	Mercuric chloride, solid	Poison B	UN1624	Poison		173.364	173.364	173.372	Forbidden	25 pounds	1,2
+E	Mercuric cyanide, solid (*RQ-1/.454*)	Poison B	UN1636	Poison		173.364	173.370	173.370	Forbidden	25 pounds	1,2
	Mercuric iodide, solid	Poison B	UN1638	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
E	Mercuric nitrate (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1625	Oxidizer		173.153	173.153	173.345	1 quart	55 gallons	1,2
	Mercuric nitrate, solution	Poison B	UN1627	Poison		173.345	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2
+	Mercuric oleate, solid	Poison B	UN1640	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
+	Mercuric oxide, solid	Poison B	UN1641	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2
+	Mercuric oxycyanide, solid (desensitized)	Poison B	UN1642	Poison		173.364	173.364	173.365	25 pounds	200 pounds	1,2
+	Mercuric potassium cyanide, solid	Poison B	UN1626	Poison		173.364	173.364	173.365	25 pounds	200 pounds	1,2
								173.370			
+	Mercuric potassium iodide, solid	Poison B	UN1643	Poison		173.364	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2

Keep dry Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	1,2 1,2
Keep tightly closed. Stow away from foodstuffs	1,2 1,2 1,2
	1
	1
	1,2
	1
	1,2
	1,2 1,2
Keep dry	1 1,2
	1,2 1
	5
	1,2
Stow in well ventilated space away from living quarters	5
Stow away from acids	1,2 1,2 1,2 1,2 1,2 1,2 1,2 1,2
If stowed under deck, must be stowed in a nonoverable location.	1,2 1,2 1,2 1,2
Stow away from acids Stow away from acids	1,2 1,2

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
+	Mercuric salicylate solid	Poison B	UN1644	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercuric subsulfate, solid	Poison B	NA2025	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+E	Mercuric sulfate, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1645	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+E	Mercuric sulfocyanate, solid *or* Mercuric thiocyanate, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1646	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurol *or* Mercury nucleate, solid	Poison B	UN1639	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous acetate, solid	Poison B	UN1629	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercurous azide	Forbidden									
+	Mercurous bromide, solid	Poison B	UN1634	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous gluconate, solid	Poison B	UN1637	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous iodide, solid	Poison B	UN1638	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Mercurous nitrate, solid (*RQ-10/4.54*)	Oxidizer	UN1627	Oxidizer	173.153	173.154	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous oxide, black, solid	Poison B	UN1641	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous sulfate, solid	Poison B	UN1628	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercury acetylide	Forbidden									
	Mercury based pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2778	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Mercury based pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2777	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Mercury based pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2777	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercury compound, solid, n.o.s.	Poison B	UN2025	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercury fulminate. See Initiating explosive										
	Mercury iodide aquabasic ammonobasic (Iodide of Million's base)	Forbidden									
A	Mercury, metallic	ORM-B	NA2809	None	None	173.860	173.860	See 173.860			
	Mercury nitride	Forbidden									
	Mercury oxycyanide	Forbidden									
	Mesityl oxide	Flammable liquid	UN1229	Flammable liquid	None	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Metal alkyl, solution, n.o.s.	Flammable liquid	NA9195	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	1 gallon	1,2	1	
W	Metal borings, shavings, turnings, *or* cuttings (*ferrous metals only, except stainless steel*)	ORM-C	UN2793	None	173.505	173.1025			1,2	1,2	Keep dry, not permitted if temperature of material is at or above 130 deg F
	Metal salts of methyl nitramine (dry)	Forbidden									
+	Methane	Flammable gas	UN1971	Flammable gas	173.306	173.302	Forbidden	300 pounds	1,2	4	
	Methanol. *See* Methyl alcohol										
	Methazoic acid	Forbidden									
E	Methoxychlor (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

	Methyl acetate	Flammable liquid	UN1231	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Methyl acetone	Flammable liquid	UN1232	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
+	Methylacetylene-propadiene, stabilized	Flammable gas	UN1060	Flammable gas	172.206	172.304 172.314 172.315	Forbidden	300 pounds	1.2	1			
	Methyl acrylate, inhibited	Flammable liquid	UN1919	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Methylal	Flammable liquid	UN1234	Flammable liquid	None	172.119	Forbidden	10 gallons	1.3	5			
	Methyl alcohol	Flammable liquid	UN1230	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
+E	Methylamine, anhydrous (*RQ-1000/454*)	Flammable gas	UN1061	Flammable gas	172.206	172.304 172.314 172.315	Forbidden	300 pounds	1	4			
E	Methylamine, aqueous solution (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1235	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.3	4	Stow away from mercury and its compounds		
	Methylamine dinitramine and dry salts thereof	Forbidden											
	Methylamine nitroform	Forbidden											
	Methylamine perchlorate (dry)	Forbidden											
	Methylamyl acetate	Flammable liquid	UN1233	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2			
	Methyl amyl ketone	Combustible liquid	UN1110	None	172.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2			
+	Methyl bromide and more than 2% chloropicrin mixture, liquid	Poison B	NA1581	Poison	None	172.353	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat		
+	Methyl bromide and nonflammable, nonliquefied compressed gas mixture, liquid (*including up to 2% chloropicrin*)	Poison B	NA1955	Poison	None	172.353a	Forbidden	300 pounds	1	5	Stow away from living quarters		
+E	Methyl bromide - ethylene dibromide mixture, liquid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1647	Poison	None	172.353	Forbidden	55 gallons	1	1			
+	Methyl bromide, liquid (*including up to 2% chloropicrin*)	Poison B	UN1062	Poison	None	172.353	Forbidden	55 gallons	1	5	Stow away from living quarters. Segregation same as for nonflammable gas.		
	Methyl butene	Flammable liquid	UN2460	Flammable liquid	None	172.119	Forbidden	10 gallons	1.2	5			
	Methyl butyrate	Flammable liquid	UN1237	Flammable liquid	172.118	172.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Methyl cellosolve. See Ethylene glycol monomethyl ether												
	Methyl cellosolve acetate. See Ethylene glycol monomethyl ether acetate												
+	Methyl chloride	Flammable gas	UN1063	Flammable gas	172.206	172.304 172.314 172.315	Forbidden	300 pounds	1.2	4			
+	Methyl chloride-methylene chloride mixture	Flammable gas	UN1912	Flammable gas	172.206	172.304 172.314	Forbidden	300 pounds	1.2	4			
	Methyl chloroacetate. *See* Methyl chloroformate												
A	Methyl chloroform. *See* 1,1,1-Trichloroethane												
	Methyl chloroformate	Flammable liquid	UN1238	Flammable liquid and Poison	None	172.206	Forbidden	5 pints	1.2	1			
	Methylchloromethyl ether, anhydrous	Flammable liquid	UN1239	Flammable liquid and Poison	None	172.143	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat		

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Methylcyclohexane	Flammable liquid	UN2296	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Methylcyclopentane	Flammable liquid	UN2298	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Methyl dichloroacetate	Corrosive material	UN2299	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Methyldichloroarsine	Poison A	NA1556	Poison gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Methyl dichlorosilane	Flammable liquid	UN1242	Flammable liquid	None	173.136	Forbidden	5 pints	1,2	1	
	Methylene chloride. *See* Dichloromethane										
	Methylene glycol dinitrate	Forbidden									
	Methyl ethyl ether. *See* Ethyl methyl ether										
	Methyl ethyl ketone	Flammable liquid	UN1193	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Methyl ethyl ketone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Organic peroxide, liquid, *or* solution, n.o.s.		UN2550								
	Methyl ethyl ketone peroxide, in solution with more than 9% by weight active oxygen	Forbidden									
	Methyl ethyl pyridine	Corrosive material	UN2300	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Methyl formate	Flammable liquid	UN1243	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	4	
	Methylfuran	Flammable liquid	UN2301	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	a-Methylglucoside tetranitrate	Forbidden									
	a-Methylglycerol trinitrate	Forbidden									
	Methylhydrazine	Flammable liquid	UN1244	Flammable liquid and Poison	None	173.145	Forbidden	5 pints	1,2	1	Stow separate from oxidizing materials and corrosives
	Methyl isobutyl ketone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2126								
	Methyl isobutyl ketone peroxide, in solution with more than 9% by weight active oxygen	Forbidden									
	Methyl isopropenyl ketone, inhibited	Flammable liquid	UN1246	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Methyl magnesium bromide in ethyl ether *not over 40% concentration*	Flammable liquid	UN1928	Flammable liquid	None	173.149	Forbidden	Forbidden	1	1	Segregation same as for flammable solids. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides

+E	Methyl mercaptan (*RQ-100/45.4*)	Flammable gas	UN1064	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	1	
E	Methyl methacrylate monomer, inhibited (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1247	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
E	Methyl methacrylate monomer, uninhibited (*high-purity, if acceptable under 173.21 of this subchapter*) (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	NA1247	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	Forbidden	1.2	1	
	Methyl nitrate	Forbidden									
	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine (*not exceeding 25 grams in one outside packaging*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.179	Forbidden	Forbidden	4	5	
	Methyl norbornene dicarboxylic anhydride. See Mcmicrahydro phthalic anhydride										
E	Methyl parathion, liquid (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1.2	1.2	
E	Methyl parathion mixture, dry (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
E	Methyl parathion mixture, liquid, (containing 25% or less methyl parathion) (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	1/2 pint	1 quart	1.2	1.2	
E	Methyl parathion mixture, liquid, (*containing over 25% methyl parathion*) (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1.2	1.2	
	Methylpentadiene	Flammable liquid	UN2461	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Methyl pentane	Flammable liquid	UN2462	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Methyl phosphonothioic dichloride, anhydrous	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4	
	Methyl phosphonous dichloride	Corrosive material	NA2845	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4	
	Methyl picric acid (heavy metal salts of)	Forbidden									
	Methyl propionate	Flammable liquid	UN1248	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Methyl propyl ketone	Flammable liquid	UN1249	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Methyl sulfate. See Dimethyl sulfate										
	Methyl sulfide. See Dimethyl sulfide										
	Methyltrichlorosilane	Flammable liquid	UN1250	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	10 gallons	1.2	1	
	Methyl trimethylol methane trinitrate	Forbidden									
	Methyl vinyl ketone, inhibited	Flammable liquid	UN1251	Flammable liquid	173.147	173.147	4 ounces	10 gallons	1.2	1	
E	Mevinphos (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1.2	5	
E	Mevinphos mixture, dry (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1.2	4	
E	Mevinphos mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	1 pint	1 quart	1.2	5	
E	Mexacarbate (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA2757	Poison	None	173.364	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Mild detonating fuse, metal clad. See Fuse, mild detonating, metal clad										
	Mine, empty. See 171.55										
	Mine, explosive, with gaseous material. See Explosive mine										
	Mine rescue equipment containing carbon dioxide	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306		150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	
	Mining reagent, liquid (*containing 20% or more cresylic acid*)	Corrosive material	NA2022	Corrosive	173.244	173.245a	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	
A	Mipafox	ORM-A	UN2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
E	Mixed acid. *See* Nitrating acid										

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
A	Molybdenum pentachloride	ORM-B	UN2508	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds			
	Monobromotrifluoromethane	Nonflammable gas	UN1009	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochloroacetone, stabilized *or* inhibited	Irritating material	UN1695	Irritant	None	173.384	Forbidden	5 gallons	1	1	Stow away from living quarters
	Monochloroacetone (unstabilized)	Forbidden									
	Monochlorodifluoromethane	Nonflammable gas	UN1018	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochloroethylene. *See* Vinyl chloride										
	Monochloropentafluoroethane	Nonflammable gas	UN1020	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochlorotetrafluoroethane	Nonflammable gas	UN1021	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochlorotrifluoromethane	Nonflammable gas	UN1022	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monoethanolamine	Corrosive material	UN2491	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Monoethylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1036	Flammable liquid	None	173.148	Forbidden	5 pints	1,2	5	Segregation same as for flammable gas
	Monofluorophosphoric acid, anhydrous	Corrosive material	UN1776	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	Keep dry
	Morpholine	Flammable liquid	UN2054	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Morpholine, aqueous, mixture	Flammable liquid	NA2054	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Morpholine, aqueous, mixture	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1	4	
	Mortar stain, liquid	Combustible liquid	UN1263	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Mortar stain, liquid	Flammable liquid	UN1263	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Moth balls. See Naphthalene										
	Motion picture film. See Film										
E	Motor fuel antiknock compound *or* Antiknock compound *(these materials may contain various hazardous substances for which the appropriate RQ applies)*	Poison B	UN1649	Poison	None	173.354	Forbidden	55 gallons	1	5	If flashpoint less than 141 deg F, segregation same as for flammable liquids
	Motor fuel, n.o.s.	Combustible liquid	NA1203	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Motor fuel, n.o.s.	Flammable liquid	NA1203	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

	Motor, internal combustion				173.120									
	Motor vehicle, etc., including automobile, motorcycle, truck, tractor, and other self-propelled vehicle or equipment powered by internal combustion engine, when offered new or used for transportation and which contain fuel in the engine or fuel tank or the electric storage battery is connected to either terminal of the electrical system	ORM-C		None	173.120 173.220 173.257 173.306 175.305 176.905									
E	Muriatic acid. See Hydrochloric acid													
E	Naled (RQ-10/4.54)	ORM-E	NA9288	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2				
	Naphtha	Combustible liquid	UN2553	None	None	173.118a	None	No limit		1,2				
		Flammable liquid	UN2553	Flammable liquid	173.119	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	1			
	Naphtha distillate	Combustible liquid	NA1288	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2				
	Naphtha distillate	Flammable liquid	NA1296	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1				
EAW	Naphthalene or Naphthalin (RQ-5000/2270)	ORM-A	UN1334	None	173.505	173.655	25 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids			
	Naphtha petroleum. See Petroleum naphtha	Forbidden												
	Naphtha, solvent	Combustible liquid	UN1256	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2				
	Naphtha, solvent	Flammable liquid	UN1256	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1				
E	Naphthenic acid (RQ-100/45.4)	ORM-E	NA9137	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2				
	Naphthyl aminoperchlorate	Forbidden												
	Natural gasoline. See Gasoline													
	Neohexane	Flammable liquid	UN1208	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4				
	Neon	Nonflammable gas	UN1065	Nonflammable gas	173.306	173.302	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2				
	New explosive or explosive device. See 173.51 and 173.86													
E	Nickel ammonium sulfate (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9138	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	Not permitted on a vessel carrying explosives. Shade from radiant heat. Segregation same as for flammable liquids 1a.*			
	Nickel carbonyl	Flammable liquid	UN1259	Flammable liquid and Poison	None	173.1246	Forbidden	Forbidden	1	5				
	Nickel catalyst, wet, *finely divided, activated, or spent. With not less than 40% water or other suitable liquid*	Flammable solid	UN1378	Flammable solid	None	173.233	Forbidden	100 pounds	1,2	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides			
E	Nickel chloride (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9139	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	Keep away from acids			
+	Nickel cyanide, solid	Poison B	UN1653	Poison	173.220		25 pounds	200 pounds	1,2	1,2				
E	Nickel hydroxide (RQ-1000/454)	ORM-E	NA9140	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2				
E	Nickel nitrate (RQ-5000/2270)	Oxidizer	UN2725	Oxidizer	173.158	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2				
E	*Nickel picrate*	Forbidden												
E	Nickel sulfate (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9141	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2				
	Nicotine hydrochloride	Poison B	UN1656	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2				
	Nicotine, liquid	Poison B	UN1654	Poison	None	173.346	Forbidden	55 gallons	1,2	1,2				
	Nicotine salicylate	Poison B	UN1657	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2				
+	Nicotine sulfate, liquid	Poison A	UN1658	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2				
+	Nicotine sulfate, solid	Poison B	UN1658	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,3	1,2				
	Nicotine tartrate	Poison B	UN1659	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2				
	Nitrated paper (unstable)	Forbidden												
	Nitrate, n.o.s.	Oxidizer	NA1477	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2				
	Nitrate of ammonia explosives. See High explosive													

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Nitrates of diazonium compounds	Forbidden									
E	Nitrating acid (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	NA1796	Oxidizer	None	173.267	Forbidden	1 quart	1	5	Segregation same as for corrosive materials
E	Nitrating acid, spent (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1826	Corrosive	None	173.248	Forbidden	1 quart	1	5	
E	Nitric acid (*over 40%*) (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN2031	Oxidizer and Corrosive	None	173.268	Forbidden	5 pints	1	5	Segregation same as for corrosive materials. Stow away from hydrazine, separate from diethylenetriamine
E	Nitric acid, 40% or less (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	None	173.266	Forbidden	5 pints	1	5	Stow away from hydrazine, separate from diethylenetriamine
E	Nitric acid, fuming (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN2032	Oxidizer and Poison	None	173.268	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for corrosive materials. Stow away from hydrazine, separate from diethylenetriamine
	Nitric ether. See Ethyl nitrate										
	Nitric oxide	Poison A	UN1660	Poison gas	None	173.337	Forbidden	Forbidden	1	5	
	2-Nitro-2-methylpropanol nitrate	Forbidden									
	6-Nitro-4-diazotoluene-3-sulfonic acid (dry)	Forbidden									
	p-Nitroaniline. *See* Nitroaniline										
	N-Nitroaniline	Forbidden									
+	Nitroaniline	Poison B	UN1661	Poison	173.364	173.378	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	m-Nitrobenzene diazonium perchlorate	Forbidden									
E	Nitrobenzene, liquid *or* Nitrobenzol, liquid (*oil of mirbane*) (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1662	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Nitro carbonitrate. See Blasting agent, n.o.s.										
	Nitrocellulose, colloided, granular *or* flake, wet with not less than 20% alcohol *or* solvent, *or* block, wet with not less than 25% alcohol	Flammable liquid	NA2059	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,3	1	
	Nitrocellulose, colloided, granular *or* flake, wet with not less than 20% water	Flammable solid	NA2555	Flammable solid	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,3	1	
	Nitrocellulose, dry. See High explosive										
	Nitrocellulose, wet with not less than 30% alcohol *or* solvent	Flammable liquid	NA2556	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,3	1	
	Nitrocellulose, wet with not less than 20% water	Flammable solid	NA2555	Flammable solid	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,3	1	
+	Nitrochlorobenzene, meta *or* para, solid	Poison B	UN1578	Poison	173.364	173.374	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Nitrochlorobenzene, ortho, liquid	Poison B	UN1578	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Nitroethylene polymer	Forbidden									
	Nitroethyl nitrate	Forbidden									
	Nitrogen	Nonflammable gas	UN1066	Nonflammable gas	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	

E	Nitrogen dioxide, liquid (RQ-1000/454)	Poison A	UN1067	Poison gas and Oxidizer	None	173.336	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for nonflammable gases. Store away from organic materials
	Nitrogen fertilizer solution	Nonflammable gas	NA1043	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1.3	1.3	
	Nitrogen peroxide, liquid	Poison A	NA1067	Poison gas and Oxidizer	None	173.336	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for nonflammable gas. Store away from organic materials
	Nitrogen, pressurized liquid	Nonflammable gas	UN1977	Nonflammable gas	None	173.304	Forbidden	300 pounds	1.3	1.3	
	Nitrogen tetroxide, liquid	Poison A	NA1067	Poison gas and Oxidizer	None	173.336	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for nonflammable gases. Store away from organic materials
	Nitrogen trichloride Nitrogen trifluoride	Forbidden Nonflammable gas	UN2451	Nonflammable gas	None	173.302	Forbidden	300 pounds	1	5	Store away from living quarters and organic materials
	Nitrogen triiodide *Nitrogen triiodide monoamine* *Nitroglycerin, liquid, desensitized. See* High explosive, liquid	Forbidden Forbidden									
	Nitroglycerin, liquid, not desensitized. See 173.51	Forbidden									
	Nitroglycerin, spirits of. See Spirits of nitroglycerin										
	Nitroguanidine, dry. See High explosive										
	Nitroguanidine nitrate	Forbidden									
	Nitroguanidine, wet with not less than 20% water	Flammable solid	UN1336	Flammable solid	173.153	173.184	25 pounds	100 pounds	1.3	4	
	1-Nitro hydantoin	Forbidden									
E	Nitrohydrochloric acid (RQ-1000/454)	Corrosive material	UN1798	Corrosive	None	173.278	Forbidden	5 pints	1	5	
E	Nitrohydrochloric acid, diluted (RQ-1000/454)	Corrosive material	UN1798	Corrosive	None	173.278	Forbidden	5 pints	1	6	
	Nitro isobutane triol trinitrate	Forbidden									
	Nitromannite. See High explosive										
	Nitromannite (dry)	Forbidden									
	Nitromethane	Flammable liquid	UN1261	Flammable liquid	173.118	173.149a	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	
E	Nitromuriatic acid. See Nitrohydrochloric acid										
	N-Nitro-N-methylurethane nitrate	Forbidden									
E	Nitrophenol (RQ-1000/454)	ORM-E	UN1663	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Nitrophenol pesticide substituted, liquid or solid, n.o.s. (*compounds and preparations*). See Substituted nitrophenol pesticide, liquid or solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)										
	m-Nitrophenylsulfuric methane	Forbidden									
	Nitroso guanidine. See Initiating explosive										
	Nitrostarch, dry. See High explosive										
	Nitrostarch, wet with not less than 30% alcohol or solvent	Flammable liquid	UN1337	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1.2	1	
	Nitrostarch, wet with not less than 20% water	Flammable solid	UN1337	Flammable solid	173.153	173.184	25 pounds	100 pounds	1	4	
	Nitrosugars (dry)	Forbidden									
	Nitrosyl chloride	Nonflammable gas	UN1069	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Nitrotoluene (RQ-1000/454)	ORM-E	UN1664	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	

(1) +/ B/ A/ W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Nitrourea. See High explosive										
	Nitrous oxide	Nonflammable gas	UN1070	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Under deck stowage must be in well-ventilated space
+	Nitroxylol	Poison B	NA1665	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Nonflammable gas, n.o.s. *See* Compressed gas, n.o.s.										
+	Nonliquefied hydrocarbon gas. *See* Hydrocarbon gas, nonliquefied										
	Nonyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1799	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
E	Nordhausen acid. *See* Sulfuric acid										
W	Oakum	ORM-C		None	173.505	173.1030			1,2	1,2	
	Octadecyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1800	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	1,7-Octadiene-3,5-diyne-1,8-dimethoxy-9-octadecynoic acid	Forbidden									
	Octane	Flammable liquid	UN1262	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	n-Octanoyl peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2129								
	Octyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1801	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Oil, *described as oil,* Oil, n.o.s., Petroleum oil, *or* Petroleum oil, n.o.s.	Combustible liquid	NA1270	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Oil, *described as oil,* Oil, n.o.s., Petroleum oil, *or* Petroleum oil, n.o.s.	Flammable liquid	NA1270	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Oiled clothing (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material										
AW	Oiled material (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*)	ORM-C	NA9053	None	173.505	173.1035	No limit	No limit	1,3	1,3	
	Oiled paper (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material										
	Oil of mirbane. See Nitrobenzene, liquid										
	Oil of vitriol. See Sulfuric acid										
	Oil well cartridge	Class C explosive		Class C explosive	None	173.112	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
E	Oleum (*fuming sulfuric acid*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1831	Corrosive	None	173.272	Forbidden	5 pints	1,2	1	Under deck stowage must be in metal drums only. Keep dry.

Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid and Organic peroxide	None	173.119	Forbidden	1 quart	1,2	5	Show separate from combustible materials, explosives, or acids
Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.	Organic peroxide	NA9188	Organic peroxide	173.153	173.223	Forbidden	1 quart	1,2	1,2	Show separate from combustible materials, explosives, or acids.
Organic peroxide, mixture. *See* Organic peroxide, solid, n.o.s. *or* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s., *as appropriate.*		UN2756								
Organic peroxide, sample, n.o.s. *See* Organic peroxide, solid, n.o.s. *or* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s., *as appropriate.*		UN2255								
Organic peroxide, solid, n.o.s.	Organic peroxide	NA9187	Organic peroxide	173.153	173.154	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Show separate from combustible materials, explosives, or acids.
Organic peroxide, trial quantity, n.o.s. *See* Organic peroxide, solid, n.o.s. *or* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s., *as appropriate.*		UN2899								
Organic phosphate mixture, Organic phosphate compound mixture, *or* Organic phosphorus compound mixture; liquid	Poison B	NA2783	Poison	173.959	173.359	1/2 pint	1 quart	1,2	5	
Organic phosphate mixture, Organic phosphate compound mixture, *or* Organic phosphorus compound mixture; solid *or* dry	Poison B	NA2783	Poison	173.977	173.377	50 pounds	200 pounds	1,2	4	
Organic phosphate, Organic phosphate compound, *or* Organic phosphorus compound, mixed with compressed gas	Poison A	NA1955	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
Organic phosphate, Organic phosphate compound, *or* Organic phosphorus compound; liquid	Poison B	NA2783	Poison	None	173.356	Forbidden	1 quart	1,2	6	
Organic phosphate, Organic phosphate compound, *or* Organic phosphorus compound; solid *or* dry	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1,2	4	
Organochlorine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2762	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
Organochlorine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2761	Poison	173.845	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
Organochlorine pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2761	Poison	173.864	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
Organophosphorus pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2784	Flammable liquid	None	173.118	Forbidden	1 quart	1,2	5	
Organophosphorus pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2783	Poison	173.959	173.359	Forbidden	1 quart	1,2	5	
Organophosphorus pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2783	Poison	173.977	173.377	Forbidden	200 pounds	1,2	4	
Organotin pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2787	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
Organotin pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2788	Poison	173.845	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
Organotin pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison	UN2786	Poison	173.864	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
ORM-A, n.o.s.	ORM-A	NA1693	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
ORM-B, n.o.s.	ORM-B	NA1760	None	173.506	173.510	No limit	No limit			
ORM-C. See 171.500 and 176.900										
Orthonitroaniline. *See* Nitroaniline										

60-159 O—81——10

(1) + / S / A / W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Oxidizer, corrosive, liquid, n.o.s.	Oxidizer	NA9193	Oxidizer and Corrosive	None	173.245	Forbidden	1 quart	1	5	
	Oxidizer, corrosive, solid, n.o.s.	Oxidizer	NA9194	Oxidizer and Corrosive	173.153	173.154	25 pounds	25 pounds	1	4	
	Oxidizer material packed with other articles. See 173.152										
	Oxidizer, n.o.s. *or* Oxidizing material, n.o.s.	Oxidizer	UN1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	25 pounds	1,2	1,2	
	Oxidizer, poisonous, liquid, n.o.s.	Oxidizer	NA9199	Oxidizer and Poison	None	173.154	Forbidden	1 quart	1	5	
	Oxidizer, poisonous, solid, n.o.s.	Oxidizer	NA9200	Oxidizer and Poison	173.153	173.154	25 pounds	25 pounds	1,2	4	
	Oxygen	Nonflammable gas	UN1072	Oxidizer	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Under deck stowage must be in well ventilated space
	Oxygen, pressurized liquid	Nonflammable gas	UN1073	Oxidizer	None	173.304	Forbidden	Forbidden	1,3	1,3	Stow separate from acetylene. Do not overstow with other cargo
	Paint drier, liquid	Combustible liquid	UN1168	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Paint drier, liquid	Flammable liquid	UN1168	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, *or* Varnish; Aluminum, Bronze, Gold, Wood filler, liquid *or* Lacquer base, liquid	Combustible liquid	UN1263	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, *or* Varnish; Aluminum, Bronze, Gold, Wood filler, liquid *or* Lacquer base, liquid	Flammable liquid	UN1263	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Paint, reducing or thinning compound. See Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing *or* thinning, liquid										
	Paper caps. See Toy caps										
W	Paper scrap (*when dry, clean, and free from oil*)	ORM-C		None	173.505	173.1075			1,2	1,2	
	Paper stock, wet	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.185	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Paper waste (*when dry, clean, and free from oil*). *See* Paper scrap										
	Paper waste, wet. *See* Waste Paper, wet										
EAW	Paraformaldehyde (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN2213	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Paraldehyde	Flammable liquid	UN1264	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

	Paramenthane hydroperoxide	Organic peroxide	UN2125	Organic peroxide	173.158	173.224	1 quart	1 quart	1,3	4		
	Paranitroaniline, solid. *See* Nitroaniline											
S	Parathion and compressed gas mixture (*RQ-1/.454*)	Poison A	NA1967	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1,3	5		
	Parathion, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1,3	1,3		
R	Parathion mixture, dry (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	50 pounds	300 pounds	1,3	1,3		
R	Parathion mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1,3	1,3		
R	Paris green, solid. *See* Copper acetoarsenite, solid											
R	PCB. *See* Polychlorinated biphenyls											
	Pelargonoyl peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.	Flammable liquid	UN1550	Flammable liquid and Poison	None	173.198	Forbidden	Forbidden	1	6	Segregation same as for flammable solids. Segregate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
	Pentachlorophenol (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	NA2020	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
S	*Pentaerythrite tetranitrate, desensitized, wet. See* High explosive											
	Pentaerythrite tetranitrate (dry)	Forbidden										
	Pentane	Flammable liquid	UN1265	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	4		
	Pentanitroaniline (dry)	Forbidden										
	Pentolite, dry. See High explosive											
	Peracetic acid solution, *not over 43% peracetic acid and not over 6% hydrogen peroxide*	Organic peroxide	NA2131	Organic peroxide	173.223	173.225	1 pint	5 pints	1	4	Shade from radiant heat	
	Perchloric, n.o.s.	Oxidizer	NA1481	Oxidizer	173.158	173.154	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Store away from powdered metals	
	Perchloric acid, *exceeding 50% but not exceeding 72% strength*	Oxidizer	UN1873	Oxidizer	None	173.269	Forbidden	6 pints	1	5	Segregation same as for corrosive materials. Store away from hydrazine.	
	Perchloric acid exceeding 72% strength	Forbidden										
	Perchloric acid, not over 50% acid	Oxidizer	UN1802	Oxidizer	173.244	173.268	Forbidden	5 pints	1	1	Segregation same as for corrosive materials. Store away from hydrazine	
+	Perchloromethyl mercaptan	Poison B	UN1670	Poison	173.345	173.360	Forbidden	10 pounds	1	4		
	Percussion cap	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3		
	Percussion fuze	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3		
A	Perfluoro-2-butene	ORM-A	NA2422	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds, hydrogen peroxide, and acids	
	Permanganate, n.o.s.	Oxidizer	NA1482	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2			
S	*Permanganate of potash. See* Potassium permanganate											
	Peroxide, organic. See Organic Peroxide											
	Peroxyacetic acid, *not more than 43% and with not more than 6% hydrogen peroxide. See* Peracetic acid solution, *not over 43% peracetic acid and not over 6% hydrogen peroxide*		UN2131									
	Peroxyacetic acid, more than 43% and with more than 6% hydrogen peroxide	Forbidden										
W	Pesticide, water reactive, *including but not limited to fungicides, and herbicides, etc., which contain manganese ethylenebisdithiocarbamate*	ORM-C	NA2210	None	173.505	173.1040			2	2	Keep dry	

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
W	Petroleum coke (*uncalcined*)	ORM-C		None	173.505	173.1045			1,2	1,2	Not permitted if temperature of material is at or above 130 deg F
	Petroleum crude. See Crude oil										
	Petroleum distillate	Combustible liquid	UN1268	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Petroleum distillate	Flammable liquid	UN1268	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Petroleum ether	Flammable liquid	UN1271	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Petroleum gas, liquefied. *See* Liquefied petroleum gas										
	Petroleum naphtha	Combustible liquid	UN1255	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Petroleum naphtha	Flammable liquid	UN1255	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
A	Phencapton	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
+E	Phenol (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1671	Poison	173.364	173.369	50 pounds	250 pounds	1,2	1,2	
E	Phenol, liquid *or* solution (*liquid tar acid containing over 50% phenol*) (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA2821	Poison	173.345	173.349	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phenoxy pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2766	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Phenoxy pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2765	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phenoxy pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2765	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
A	Phenylenediamine, meta *or* para, solid	ORM-A	UN1673	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Phenyldichloroarsine	Poison B	NA1556	Poison	None	173.355	Forbidden	30 gallons	1	5	
	m-Phenylene diaminediperchlorate (dry)	Forbidden									
	Phenyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1804	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Phenylurea pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2768	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Phenylurea pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2767	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phenylurea pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2767	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Phosgene (*diphosgene*) (*RQ-5000/2270*)	Poison A	UN1076	Poison gas	None	173.333	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases
	Phosphine	Poison A	UN2199	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	

E	Phosphoric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1805	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Phosphoric acid triethylenemimine. *See* Tris-(1-aziridyl) phosphine oxide										
	Phosphoric anhydride (*phosphorus pentoxide*)	Corrosive material	NA1807	Corrosive	None	173.188	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Glass bottles not permitted under deck
E	Phosphorus, amorphous, red (*RQ-1/0.454*)	Flammable solid	UN1338	Flammable solid	None	173.189	Forbidden	11 pounds	1,2	1,2	
	Phosphorus bromide. *See* Phosphorus tribromide										
E	Phosphorus chloride. *See* Phosphorus trichloride										
	Phosphorus heptasulfide	Flammable solid	UN1339	Flammable solid	None	173.225	Forbidden	10 pounds	1,2	1	Separate from oxidizing materials
	Phosphorus oxybromide	Corrosive material	UN1939	Corrosive	None	173.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Phosphorus oxychloride (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1810	Corrosive	None	173.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Phosphorus pentachloride, solid	Corrosive material	UN1806	Corrosive	None	173.191	Forbidden	5 pounds	1	1	Keep dry
E	Phosphorus pentasulfide (*RQ-1000/453.6*)	Flammable solid	UN1340	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.225	Forbidden	11 pounds	1,2	1,2	Separate from oxidizing material
	Phosphorus sesquisulfide	Flammable solid	UN1341	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.225	Forbidden	11 pounds	1,2	1	Separate from oxidizing materials
	Phosphorus tribromide	Corrosive material	UN1808	Corrosive	None	173.270	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Phosphorus trichloride (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1809	Corrosive	None	173.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Phosphorus trisulfide	Flammable solid	UN1343	Flammable solid	None	173.225	Forbidden	10 pounds	1,2	1	Separate from oxidizing materials
E	Phosphorus, white *or* yellow, dry (*RQ-1/0.454*)	Flammable solid	UN1381	Flammable solid and Poison	None	173.190	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
E	Phosphorus, white *or* yellow, in water (*RQ-1/0.454*)	Flammable solid	UN1381	Flammable solid and Poison	None	173.190	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Phosphorus (white or red) and a chlorate, mixtures of	Forbidden									
E	Phosphoryl chloride. *See* Phosphorus oxychloride										
	Photographic film. See Film										
	Photographic flash powder. See Fireworks, special *or* Low explosive										
	Phthalimide derivative pesticide, liquid, n.O.s. (*compounds and preparations*),	Flammable liquid	UN2774	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Phthalimide derivative pesticide, liquid, n.O.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2773	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phthalimide derivative pesticide, solid, n.O.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2773	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Picrate, dry. See High explosive										
	Picrate of ammonia. See High explosive										
	Picric acid, dry. See High explosive										

(1) + / E / A / W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) (c) Other requirements
	Picric acid, wet, with not less than 10% water	Flammable solid	NA1344	Flammable solid	173.192	173.193	1 pound	25 pounds	1	5	Under deck stowage permitted on cargo vessels if wet with more than 30% water. Stow away from heavy metals and their compounds
	Picric acid, wet with not less than 10% water, over 25 pounds. See High explosive										
	Pinane hydroperoxide, *technically pure.* See Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2162								
	Pinane hydroperoxide solution *not over 45% peroxide.*	Organic peroxide	UN2162	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Pinene	Flammable liquid	UN2368	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Pine oil	Combustible liquid	UN1272	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pinwheels. *See* Fireworks, common										
	Pivaloyl chloride. *See* Trimethylacetyl chloride										
	Plastic solvent, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Plastic solvent, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Plutonium nitrate, solution	Radioactive material	NA9165	Radioactive (See 172.403)	173.393	173.396			1,2	1,2	
	Poisonous liquid *or* gas, flammable, n.o.s.	Poison A	NA1953	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases
	Poisonous liquid *or* gas, n.o.s.	Poison A	NA1955	Poison gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Poisonous liquid, n.o.s. *or* Poison B, liquid, n.o.s.	Poison B	UN2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Poisonous solid, corrosive, n.o.s.	Poison B	UN2928	Poison and Corrosive	173.364	173.365	25 pounds	100 pounds	1	4	
	Poisonous solid, n.o.s. *or* Poison B, solid, n.o.s.	Poison B	UN2811	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1	
	Polish, metal, stove, furniture *or* wood, liquid	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Polish, metal, stove, furniture *or* wood, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.129	1 quart	55 gallons	1,2	1	

E	Polychlorinated biphenyls (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	UN2315	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	If stowedunder deck, must be stowed in a recoverable location.
	Polymerizable material. See 173.21										
E	Potassium arsenate, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1677	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Potassium arsenite, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1678	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Potassium bifluoride solution. *See* Potassium hydrogen fluoride solution										
	Potassium bromate	Oxidizer	UN1484	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals.
	Potassium carbonyl	Forbidden									
	Potassium chlorate (*potash chlorate*)	Oxidizer	UN1485	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals.
E	Potassium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9142	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Potassium cyanide, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1680	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
E	Potassium cyanide solution (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1680	Poison	173.345	173.352	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
	Potassium dichloro isocyanurate. See Potassium dichloro-s-triazinetrione										
	Potassium dichloro-s-triazinetrione, *dry (containing more than 39% available chlorine)*	Oxidizer	NA2465	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Potassium dichromate (*RQ-1000/454*)	ORM-A	NA1479	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
A	Potassium fluoride	ORM-B	UN1812	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Potassium fluoride solution	Corrosive material	UN1812	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
E	Potassium hydrate. *See* Potassium hydroxide										
	Potassium hydrogen fluoride solution	Corrosive material	NA1811	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
A	Potassium hydrogen sulfate, solid	ORM-B	UN2509	None	173.505	173.600	25 pounds	100 pounds			
E	Potassium hydroxide, dry solid, flake, bead, *or* granular (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1813	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Do not stow with metals or alloys such as brass, copper, tin, zinc, aluminum, solder, or lead
E	Potassium hydroxide, liquid *or* solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1814	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Potassium hypochlorite solution. *See* Hypochlorite solutions containing more than 7% available chlorine by weight										
A	Potassium metabisulfite	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Potassium, metal *or* metallic	Flammable solid	UN2257	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Potassium, metal liquid alloy	Flammable solid	UN1420	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.202	Forbidden	1 pound	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Potassium nitrate	Oxidizer	UN1486	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Potassium nitrate mixed (*fused*) with sodium nitrite. *See* Sodium nitrite mixed (*fused*) with potassium nitrate										
	Potassium nitrite	Oxidizer	UN1488	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and cyanides. Stow away from foodstuffs
	Potassium perchlorate	Oxidizer	UN1489	Oxidizer	173.153	173.219	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals
E	Potassium permanganate (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1490	Oxidizer	173.153	173.154 173.194	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Potassium peroxide	Oxidizer	UN1491	Oxidizer	None	173.154	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Potassium sulfide	Flammable solid	UN1382	Flammable solid	173.153	173.207	25 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Separate from liquid acids, flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides
	Pressurized product. See Compressed gas, n.o.s.										
	Primer. See Cannon primer, Combination primer, *or* Small-arms primer										
	Primers detonating. See Detonating Primers, Class A *or* Class C explosives										
	Projectile, explosive. See Explosive projectile										
	Projectile, gas, nonexplosive. See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A, Poison B or irritating material, as appropriate*)										
	Projectile, gas, smoke, or incendiary, with burster or booster with or without detonating fuze. See Explosive projectile										
	Projectile, illuminating, incendiary or smoke, with expelling charge but without bursting charge. See Fireworks, special										
	Projectile, sand-loaded, empty or solid. See 173.55										
	Propane *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
E	Propargite (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	NA2765	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Propargyl alcohol	Flammable liquid	NA1986	Flammable liquid and Poison	None	173.119	Forbidden	1 quart	1,2	5	
	Propellant explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.64	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Propellant explosive in water (*smokeless powder*)	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	Forbidden	1,3	5	Magazine stowage authorized
	Propellant explosive in water, unstable, condemned, *or* deteriorated (*smokeless powder*)	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	Forbidden	1,3	5	Magazine stowage authorized
	Propellant explosive, liquid	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	10 pounds	1,2	5	Magazine stowage authorized
	Propellant explosive, solid	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	10 pounds	1,3	5	Magazine stowage authorized
	Propionaldehyde	Flammable liquid	UN1275	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

E	Propionic acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1848	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Separated by a complete compartment or hold from organic peroxides
E	Propionic acid solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1848	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Separated by a complete compartment or hold from organic peroxides
E	Propionic anhydride (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2496	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1	Keep dry
	Propionyl peroxide, not more than 28% in solution. See Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.		UN3182								
	Propionyl peroxide, more than 28% in solution	Forbidden									
	Propyl acetate	Flammable liquid	UN1276	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Propyl alcohol	Flammable liquid	UN1274	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Propylamine	Flammable liquid	UN1277	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	5	
	Propyl chloride	Flammable liquid	UN1278	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	5	
	Propylene *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
	Propylenediamine	Flammable liquid	UN2258	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Propylene dichloride (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1279	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Propylenedmine, inhibited	Flammable liquid	UN1921	Flammable liquid	None	173.139	Forbidden	5 pints	1,2	1	
E	Propylene oxide (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1280	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	1 gallon	1,2	4	
	Propyl formate	Flammable liquid	UN1281	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Propyl mercaptan	Flammable liquid	UN2704	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2	5	
	Propyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1816	Corrosive	None	173.990	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Prussic acid. See Hydrocyanic acid, aqueous solutions										
E	Pyrethrins (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9184	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pyridine	Flammable liquid	UN1282	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Pyridine perchlorate	Forbidden									
	Pyrophoric liquid, n.o.s. *or* Pyroforic liquid, n.o.s.	Flammable liquid	UN2845	Flammable liquid	None	173.134	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Pyrosulfuryl chloride	Corrosive material	UN1817	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	4	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Pyroxylin plastic scrap	Flammable solid	NA9006	Flammable solid	None	173.195	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Pyroxylin plastics, rods, sheets, rolls, *or* tubes	Flammable solid	NA9006	Flammable solid	173.197	173.197	50 pounds	350 pounds	1,2	1	
	Pyroxylin solution	Combustible liquid	NA2059	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pyroxylin solution	Flammable liquid	NA2059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Pyroxylin solvent, n.o.s.	Combustible liquid	NA2059	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pyroxylin solvent, n.o.s.	Flammable liquid	NA2059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Pyrrolidine	Flammable liquid	UN1922	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Quebrachitol pentanitrate	Forbidden									
	Quicklime. *See* Calcium oxide										
E	Quinoline (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN2656	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Radioactive device, n.o.s.	Radioactive material	UN2911	None	173.391				1,2	1,2	
	Radioactive material, fissile, n.o.s.	Radioactive material	UN2918	Radioactive	173.393	173.396			1,2	1,2	
	Radioactive material, limited quantity, n.o.s.	Radioactive material	UN2910	None	173.391				1,2	1,2	
	Radioactive material, low specific activity *or* LSA, n.o.s.	Radioactive material	UN2912	Radioactive	173.392	173.393			1,2	1,2	
	Radioactive material, n.o.s.	Radioactive material	NA9191	Radioactive	173.393	173.395			1,2	1,2	
	Radioactive material, special form, n.o.s.	Radioactive material	NA9192	Radioactive	173.393	173.394			1,2	1,2	
	Rags, oily	Flammable solid	UN1856	Flammable solid	None	173.199	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Keep dry. Separate from flammable gases, or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Rags, wet	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.200	Forbidden	Forbidden	1	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Railway Fusee. See Fusee										
	Railway torpedo. *See* Torpedo, railway										
	Range oil. *See* Fuel oil										
	Reducing compound, paint, varnish, lacquer, etc. See Compound, lacquer, paint *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid										
	Refrigerant gas. *See* Dispersant Gas										
	Refrigerating machine	Nonflammable gas	UN2857	Nonflammable gas	173.306 173.307		No limit	No limit	1,3	1,3	
	Refrigerating machine	Flammable gas	NA1954	Flammable gas	173.306		No limit	No limit	1,3	1,3	
	Refrigerating machine	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.150 173.306		No limit	No limit	1,2	1	
	Removing compound, paint, varnish, lacquer, etc. See Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid										
	Resin solution (*resin compound, liquid*)	Combustible liquid	UN2868	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	

	Resin solution (*resin compound, liquid*)	Flammable liquid ORM-A	UN1866	Flammable liquid None	173.118	173.119	1 quart	55 gallons	1.2	1		
E	Resorcinol (*RQ-5000/2270*)		UN2678	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Rifle grenade. See Grenade, hand or rifle, explosive											
	Rifle powder. See Propellant explosive or Black powder											
	Road asphalt *or* tar, liquid *See* Asphalt, cut back											
	Road asphalt *or* tar (*when heated to or above its flash point*). *See* Asphalt											
	Road oil	Combustible liquid	NA1999	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Rocket ammunition with empty projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.90	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
	Rocket ammunition with explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with gas projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with illuminating projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with incendiary projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with inert loaded projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.90	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
	Rocket ammunition with smoke projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with solid projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.90	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
	Rocket body, with electric primer or electric squib. See 173.53										Magazine stowage authorized	
	Rocket engine, liquid	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	Forbidden	1.2	5		
	Rocket fireworks. See Fireworks, common											
	Rocket head. *See* Explosive projectile											
	Rocket motor	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket motor	Class B explosive		Explosive B	None	173.92	Forbidden	550 pounds	1.3	5		
	Roman candle. See Fireworks, common											
W	Rosin (*colophony*) *or* Resin	ORM-C		None	173.505	173.1060			1.3	1.2		
	Rough ammoniate tankage (*7% or more moisture content*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.210	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides. Temperature of tankage must not exceed 100 deg F.	
	Rough ammoniate tankage (*less than 7% moisture content*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.210	Forbidden	Forbidden	1	5		
W	Rubber curing compound (*solid*)	ORM-C		None	173.505	173.1065			1.2	1.2		
	Rubber scrap *or* Rubber buffings	Flammable solid	UN1345	Flammable solid	173.153	173.201	10 pounds	10 pounds	1.2	1.2		
	Rubber shoddy *or* Rubber, regenerated *or* Rubber, reclaimed	Flammable solid	UN1345	Flammable solid	173.153	173.201	10 pounds	10 pounds	1.2	1.2		
	Rubidium metal	Flammable solid	UN1423	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	225 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Rubidium metal, in cartridges	Flammable solid	UN1423	Flammable solid and Dangerous when wet	173.206		1 pound	25 pounds	1,2	4	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet
	Rum, denatured	Flammable liquid	NA1986	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Rust preventive coating	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Safety fuse. *See* Fuse, safety										
	Safety squib	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Salute. See Fireworks common *or* special										
	Sand acid. *See* Hydrofluorosilicic acid										
W	Sawdust (*when dry, clean, and free from oil*)	ORM-C		None	173.505	173.1070			1,2	1,2	Keep dry
	Selenic acid, liquid	Corrosive material	UN1905	Corrosive	None	173.245	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
	Selenium nitride	Forbidden									
E	Selenium oxide (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA2811	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Self-lighting cigarette	Flammable solid	UN1867	Flammable solid	173.21		Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Keep dry
	Self propelled vehicle. *See* Motor vehicle										
	Shaped charge, commercial. See High explosive (*173.65(k)*)										
	Shaped charges (commercial) containing more than 8 ounces of explosives	Forbidden									
	Shellac. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish; *etc.*										
	Shell, fireworks. *See* Fireworks, common *or* special										
	Ship, distress signal. See Fireworks, special										
	Signal flare	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Silicofluoric acid. *See* Hydrofluorosilicic acid										
	Silicon chloride *or* Silicon tetrachloride	Corrosive material	UN1818	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Silicon chrome, exothermic. *See* Ferrochrome, exothermic										
+	Silicon tetrafluoride	Nonflammable gas	UN1859	Nonflammable gas	173.306	173.302	Forbidden	300 pounds	1	4	Stow away from foodstuffs
	Silver acetylide (dry)	Forbidden									
	Silver azide (dry)	Forbidden									

	Silver chlorate (dry)	Forbidden											
+	Silver cyanide	Poison B	UN1684	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	Stow away from acids		
	Silver fulminate (dry)	Forbidden											
R	Silver nitrate (*RQ: 1/0.454*)	Oxidizer	UN1493	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Stow away from foodstuffs		
	Silver oxalate (dry)	Forbidden											
	Silver picrate (dry)	Forbidden											
	Sisal. See Fibers												
	Sludge acid. *See* Acid, sludge												
	Small arms ammunition			None	173.101		50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Small arms ammunition, irritating (*tear gas*) cartridge	Class C explosive		Irritant	None	173.101	Forbidden	150 pounds	1.3	1.3			
	Small arms primer	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Smoke candle	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Smoke generator. See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A, Poison B, or irritating material, as appropriate*)												
	Smoke grenade	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Smokeless powder for cannon or small arms. See Propellant explosive, *Class A or B, as appropriate*												
	Smokeless powder for small arms (*100 pounds or less*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	173.86	173.197a	Forbidden	Forbidden	1.3	1.3	Segregation same as for explosives		
	Smoke pot	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Smoke projectile with bursting charge. See Explosive projectile												
	Smoke projectile with expelling charge but without bursting charge. See Fireworks, special												
	Smoke signal	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Soda amatol. See High explosive												
	Soda lime, solid	Corrosive material	UN1907	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry		
	Sodium acid sulfate, solid or solution. *See appropriate* Sodium hydrogen sulfate entry												
A	Sodium aluminate, solid	ORM-B	UN2812	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2			
	Sodium aluminate solution	Corrosive material	UN1819	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1.2	1.2			
	Sodium aluminum hydride	Flammable solid	UN2835	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.208	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet		
	Sodium amide	Flammable solid	UN1425	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.208	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet		
R	Sodium arsenate (*RQ: 1000/454*)	Poison B	UN1685	Poison	173.364	173.365 173.368	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2			
R	Sodium arsenite, liquid, (*solution*), (*RQ: 1000/454*)	Poison B	UN1686	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2			

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
+	Sodium azide	Poison B	UN1687	Poison	173.364	173.375	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from heavy metals, especially lead and its compounds. Stow separate from acids
E	Sodium bifluoride, solid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2439	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Sodium bifluoride, solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2439	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Sodium bisulfate, solid *or* solution. *See* Sodium hydrogen sulfate, solid *or* solution										
E	Sodium bisulfite, solid or solution. *See* Sodium hydrogen sulfite, solid *or* solution										
	Sodium bromate	Oxidizer	UN1494	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
	Sodium chlorate (*soda chlorate*)	Oxidizer	UN1495	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
	Sodium chlorite	Oxidizer	UN1496	Oxidizer	None	173.160	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
	Sodium chlorite solution (*not exceeding 42% sodium chlorite*)	Corrosive material	UN1908	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	4 gallons	1,2	1	Glass carboys in hampers not permitted under deck
E	Sodium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9145	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium cyanide, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1689	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
E	Sodium cyanide solution (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1689	Poison	173.345	173.352	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
	Sodium dichloroisocyanurate. *See* Sodium dichloro-s-triazinetrione										
	Sodium dichloro-s-triazinetrione (*dry, containing more than 39% available chlorine*)	Oxidizer	UN2465	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Sodium dichromate (*RQ-1000/454*)	ORM-A	NA1479	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9146	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	Sodium fluoride, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	UN1690	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium fluoride solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1690	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
E	Sodium hydrate. *See* Sodium hydroxide										
	Sodium hydride	Flammable solid	UN1427	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.198	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
A	Sodium hydrogen sulfate, solid	ORM-B	UN1821	None	173.505	173.509	25 pounds	100 pounds			
	Sodium hydrogen sulfate solution	Corrosive material	UN2837	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	

EA	Sodium hydrogen sulfite, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
E	Sodium hydrogen sulfite, solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2693	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		
E	Sodium hydrosulfide, solid (*with less than 25% water of crystallization*) (*RQ-5000/2270*)	Flammable solid	UN2318	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
E	Sodium hydrosulfide, solid (*with not less than 25% water of crystallization*) (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2923	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
E	Sodium hydrosulfide, solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2923	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		
	Sodium hydrosulfite (*sodium dithionite*)	Flammable solid	UN1384	Flammable solid	173.153	173.804	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Below deck stowage in metal drums only. Separate from flammable gases, liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
E	Sodium hydroxide, dry solid, flake, bead, or granular (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1823	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Keep dry	
E	Sodium hydroxide, liquid *or* solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1824	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		
E	*Sodium hypochlorite.* See Hypochlorite solution *or* Hypochlorite solution containing not more than 7% available chlorine											
A	Sodium metabisulfite	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.810	No limit	No limit	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Sodium, metal *or* metallic (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1428	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds				
E	Sodium, metal dispersion in organic solvent (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1429	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.230	Forbidden	10 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Sodium, metal liquid alloy (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	NA1421	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.202	Forbidden	1 pound	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Sodium methylate, alcohol mixture (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	NA1289	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		
E	Sodium methylate, alcohol mixture (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	NA1289	Flammable liquid	173.119	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1		
E	Sodium methylate, alcohol mixture (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1289	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2		
E	Sodium methylate, dry (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1431	Flammable solid	173.169	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Sodium monoxide, solid	Corrosive material	UN1825	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry	
	Sodium nitrate *Sodium nitrate bags.* See Bags, sodium nitrate, empty and unwashed	Oxidizer	UN1498	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
E	Sodium nitrite (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1500	Oxidizer	173.153	173.234	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and cyanides. Bagged material not permitted on passenger vessels	
E	Sodium nitrite mixed (*fused*) with potassium nitrate (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1487	Oxidizer	173.153	173.183	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and cyanides	
E	Sodium nitrite mixture (*sodium nitrate, sodium nitrite, and potassium nitrate*) (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	NA1487	Oxidizer	173.153	173.234	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and cyanides	
A	Sodium pentachlorophenate	ORM-A	UN2567	None	173.505	173.640	No limit	No limit				

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Sodium perchlorate	Oxidizer	UN1502	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals
	Sodium permanganate	Oxidizer	UN1503	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Sodium peroxide	Oxidizer	UN1504	Oxidizer	None	173.187	Forbidden	100 pounds	1,2	1	Keep dry. Stow away from powdered metals, permanganates, combustible packing of other cargo, and combustible foodstuffs
	Sodium phenolate, solid	Corrosive material	UN2497	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Sodium phosphate, dibasic (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9147	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium phosphate, tribasic (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9148	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Sodium phosphide	Flammable solid	UN1432	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.154	Forbidden	25 pounds	1	5	
	Sodium picramate, wet (*with at least 20% water*)	Flammable solid	UN1349	Flammable solid	None	173.205	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Stow away from heavy metals, especially lead, and its compounds
	Sodium picryl peroxide	Forbidden									
E	Sodium potassium alloy (liquid) (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1422	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	1 pound	1,2	5	Under deck stowage must be readily accessible. Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous when wet.
E	Sodium potassium alloy (solid) (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1422	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Under deck stowage must be readily accessible. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Sodium selenite (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN2630	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Sodium sulfide, anhydrous	Flammable solid	UN1385	Flammable solid	173.153	173.207	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow separate from liquid acids. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides
	Sodium tetranitride	Forbidden									
	Solvent, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Solvent, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Sparklers. See Fireworks, common										
	Spent iron mass. See Iron mass, spent										
	Spent iron sponge. See Iron sponge, spent										
	Spent mixed acid. See Nitrating acid, spent										
	Spent sulfuric acid. See Sulfuric acid, spent										
	Spirits of nitroglycerin, (*1 to 10%*)	Flammable liquid	NA1204	Flammable liquid	None	173.133	Forbidden	6 quarts	1,2	5	Segregation same as for explosives

		Flammable liquid		NA1204	Flammable liquid	173.118	173.183	1 quart	6 quarts	1.2	5		Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet
E	Spirits of nitroglycerin, not exceeding 1% nitroglycerin by weight												
	Spirits of salt. *See* Hydrochloric acid												
	Sporting powder. See Black powder *or* Propellant explosive, solid												
	Spray starting fluid. See Engine starting fluid												
	Spreader cartridge. See Fireworks, special												
	Squib, electric or safety. See Electric squib *or* Safety squib												
	Stain. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish, *etc*												
	Stannic phosphide	Flammable solid		UN1433	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.154	Forbidden	25 pounds	1	5		
A	Stannous chloride, solid	ORM-B		NA1759	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.3	5		
	Starter cartridge	Class B explosive			Explosive B	None	173.92	Forbidden	200 pounds	1.3			
		Class C explosive			Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Storage battery, wet. See Battery, electric storage, wet												
	Straw. *See* Hay												
	Strontium arsenite, solid	Poison B		UN1691	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Stow separate from ammonium compounds.
	Strontium chlorate	Oxidizer		UN1506	Oxidizer	173.153	173.161	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		Stow away from powdered metals
	Strontium chlorate, wet	Oxidizer		UN1506	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
E	Strontium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E		NA9149	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Strontium nitrate	Oxidizer		UN1507	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		
	Strontium peroxide	Oxidizer		UN1508	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		
E	Strychnine salt, solid	Poison B		UN1692	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		
	Strychnine, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B		UN1692	Poison	173.364	173.365	Forbidden	200 pounds	1.2	1.2		Keep dry
	Styphnate of lead. See Initiating explosive												
E	Styrene monomer, inhibited (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid		UN2055	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
	Substituted nitrophenol pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid		UN2780	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Substituted nitrophenol pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B		UN2779	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2		
	Substituted nitrophenol pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B		UN2770	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		
	Succinic acid peroxide	Organic peroxide		UN3185	Organic peroxide	173.159	173.157 173.158	Forbidden	25 pounds	1	1		
	Succinic acid peroxide, *technically pure. See* Succinic acid peroxide.			UN2135									
	Sucrose octanitrate (dry)	Forbidden											
	Sulfur and chlorate, loose mixtures of	Forbidden											
	Sulfur chloride (*di*)	Corrosive material		UN1828	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels.
E	Sulfur chloride (*mono*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material		UN1828	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Sulfur dioxide	Nonflammable gas		UN1079	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	4		Stow away from living quarters
	Sulfur flower. *See* Sulfur, solid												
	Sulfur hexafluoride	Nonflammable gas		UN1080	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2		

60-159 O—81——11

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+ / E / A / W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Sulfuric acid (*For fuming sulfuric acid, see* Oleum) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1830	Corrosive	173.244	173.272	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Under deck stowage is permitted on cargo vessels only in metal drums
E	Sulfuric acid, spent (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1832	Corrosive	None	173.248	Forbidden	1 quart	1	1	Under deck stowage is permitted on cargo vessels only in metal drums
	Sulfuric anhydride. *See* Sulfur trioxide										
	Sulfurous acid	Corrosive material	UN1833	Corrosive	173.244	173.245	2 gallons	2 gallons	1,2	1	Glass carboys in hampers not permitted under deck
W	Sulfur, solid	ORM-C	UN1350	None	173.505	173.1080			1,2	1,2	Protect from sparks and open flame. Stow separate from oxidizing materials. Segregation same as for flammable solids
	Sulfur trioxide	Corrosive material	UN1829	Corrosive	173.244	173.273	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	Keep dry. Glass bottles not permitted under deck
	Sulfuryl chloride	Corrosive material	UN1834	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Sulfuryl fluoride	Nonflammable gas	UN2191	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,3	1	
	Sulphur. *See* Sulfur, solid										
	Supplementary charge (explosive)	Class A explosive		Explosive A	None	173.65	Forbidden	Forbidden	6	5	
EA	2,4,5-T. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid.										
E	2,4,5-T amine, ester, *or* salt. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid, amine, ester, *or* salt										
	Tankage. See Garbage tankage										
	Tankage fertilizer	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.200	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep dry. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Tankage, rough ammoniate	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.210	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep dry. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Tank car, containing residual phosphorus and filled with water or inert gas. See 173.190										
	Tank car, empty (*previously used for a hazardous material*), *See 173.29*										
	Tank car, empty (*previously used for a Poison A material*), *See 172.510 and 173.29*										
	Tank, portable, empty (*previously used for a hazardous material*), *See 172.510, 172.514 and 173.29*										

	Tank truck, empty. *See 172.510, 172.514 and 173.29*	Combustible liquid	UN1999	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Tar, liquid	Flammable liquid	UN1999	Flammable liquid	173.118	173.181	1 quart	10 gallons	1.2	1		
EA	TDE (*1,1-Dichloro-2,2-bis(p-chlorophenyl) ethane*) (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.605	173.510	50 pounds	No limit	1.2	1.2		
	Tear gas ammunition. See Chemical ammunition, nonexplosive *(containing an irritant material)*											
	Tear gas candle	Irritating material	UN1700	Irritant	None	173.385	Forbidden	75 pounds	1	5	Stow away from living quarters	
	Tear gas cartridge. See Small arms ammunition, irritating *(tear gas)* cartridge											
	Tear gas device	Irritating material	NA1693	Irritant	None	173.385	Forbidden	75 pounds	1	5	Stow away from living quarters	
	Tear gas grenade. See Grenade, tear gas											
	Tertiary alcohol. See Alcohol, n.o.s.											
	Tetrazole benzene quinone											
AW	Tetrachlorocethane	Forbidden	UN1702	None	173.505	173.620	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
A	Tetrachloroethylene or Perchloroethylene	ORM-A	UN1897	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons	1.2			
	Tetradehydrammonium perchlorate (dry)	ORM-A										
	Tetraethyl dithiopyrophosphate and compressed gas mixture	Forbidden	UN1703	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from living quarters. Segregation same as for non-flammable gases	
	Tetraethyl dithiopyrophosphate, liquid	Poison A	UN1704	Poison	None	173.366	Forbidden	1 quart	1	6		
	Tetraethyl dithiopyrophosphate mixture, dry	Poison B	UN1704	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1	5		
	Tetraethyl dithiopyrophosphate mixture, liquid	Poison B	UN1704	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1	5		
B	Tetraethyl lead, liquid (*including flash point for export shipment by water*) (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA1649	Poison	None	173.354	Forbidden	55 gallons	1	5	If flash point is 141 deg F. or less, segregation must be the same as for flammable liquids	
E	Tetraethyl pyrophosphate and compressed gas mixture (*RQ-100/45.4*)	Poison A	UN1705	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from living quarters. Segregation same as for non-flammable gases	
E	Tetraethyl pyrophosphate, liquid (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1.2	5		
E	Tetraethyl pyrophosphate mixture, dry (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1.2	6		
E	Tetraethyl pyrophosphate mixture, liquid (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1.2	5		
+	Tetrafluoroethylene, inhibited	Flammable gas	UN1081	Flammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1.2	1.2	Stow away from living quarters	
	1,2,3,6-Tetrahydrobenzaldehyde	Corrosive material	UN2498	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
	Tetrahydrofuran	Flammable liquid	UN2056	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.2	6		
	Tetralin hydroperoxide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2186									
	Tetramethylammonium hydroxide, liquid	Corrosive material	UN1835	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
	1,1,3,3-Tetramethylbutyl hydroperoxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.		UN2169									

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	1,1,3,3-Tetramethylbutyl peroxy-2-ethylhexanoate, *technically pure*. See Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2161								
	Tetramethylene diperoxide dicarbamide	Forbidden									
A	Tetramethylmethylenediamine	ORM-A	NA9069	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Tetranitro diglycerin	Forbidden									
	Tetranitromethane	Oxidizer	UN1510	Oxidizer	None	173.263	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from foodstuffs
	2,3,4,6-Tetranitrophenol	Forbidden									
	2,3,4,6-Tetranitrophenyl methyl nitramine	Forbidden									
	2,3,4,6-Tetranitrophenylnitramine	Forbidden									
	Tetranitroresorcinol (dry)	Forbidden									
	2,3,5,6-Tetranitroso-1,4-dinitrobenzene	Forbidden									
	2,3,5,6-Tetranitroso nitrobenzene (dry)	Forbidden									
	Tetrazene (guanyl nitrosamino guanyltetrazene). See Initiating explosive										
	Tetrazine (dry)	Forbidden									
	Tetrazolyl azide (dry)	Forbidden									
	Tetryl. See High explosive										
	Textile treating compound *or* mixture, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245a	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Textile waste. *See* Cotton waste										
	Textile waste, wet	Flammable solid	UN1857	Flammable solid	None	173.211	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Thallium salt, solid, n.o.s.	Poison B	NA1707	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Thallium sulfate, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA1707	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Thinner for rust preventive coating. *See* Rust preventive coating										
	Thinning compound, paint, varnish, lacquer, etc. See Compound, lacquer, paint *or* varnish, removing, reducing *or* thinning, liquid										
	Thiocarbonylchloride. See Thiophosgene										
	Thioglycollic acid	Corrosive material	UN1940	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Thionyl chloride	Corrosive material	UN1836	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
		Poison B	UN2474	Poison	None	173.358	Forbidden	1 gallon	1	5	Shade from radiant heat
+	Thiophosgene	Corrosive material	UN1837	Corrosive	None	173.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Thiophosphonyl chloride										
A	Thiram	ORM-A	NA2771	None	173.505	173.510	No limit	No limit			

		Radioactive material	NA9170	Radioactive and Flammable solid	§ 173.228	§ 173.228				1.2	1.2		
	Thorium nitrate	Radioactive material	NA9171	Radioactive and Oxidizer	173.392	173.393				1.2	1.2		Separate longitudinally by a complete hold or compartment from explosives
	Time fuze. See Fuze, time												
	Tin chloride, fuming. *See* Tin tetrachloride, anhydrous												
	Tinning flux. *See* Zinc chloride solution												
	Tin perchloride. *See* Tin tetrachloride, anhydrous												
	Tin tetrachloride, anhydrous	Corrosive material	UN1827	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Titanium metal powder, dry *or* wet *with less than 20% water*	Flammable solid	UN9546	Flammable solid	None	173.208	Forbidden	25 pounds	1,2	5			
	Titanium metal powder, wet with 20% or more water	Flammable solid	UN1352	Flammable solid	None	173.208	Forbidden	100 pounds	1,2	5			
E	Titanium sulfate solution *containing not more than 45% sulfuric acid (RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	4			Shade from radiant heat. Keep dry
	Titanium tetrachloride	Corrosive material	UN1838	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	10 gallons	1	1			Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
B	Toluene (*toluol*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1294	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
A	Toluenediamine	ORM-A	NA1709	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,3	1,3			
+	Toluene diisocyanate	Poison B	UN2078	Poison	173.345	173.346	Forbidden	55 gallons	1,3	1,3			
	Toluene sulfonic acid, liquid	Corrosive material	UN2584	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2			Shade from radiant heat
	Torch. See Fireworks, common												
	Torpedo, railway	Class B explosive		Explosive B	None	173.91	Forbidden	200 pounds	1,2	1,2			Passenger vessels in metal lockers only
EA	Toxaphene (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2			
	Toy caps	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3			
	Toy propellant device	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3			
	Toy smoke device	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3			
E	*Toy torpedo. See* Fireworks, special												
	2,4,5-TP. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid												
E	2,4,5-TP ester. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid ester												
	Tracer	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3			
	Tracer fuze	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3			
	Tractor. *See* Motor vehicle												
	Trailer *or* truck body with refrigeration *or* heating equipment. *See* Motor vehicle												
	Treated paper (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material												
	Treated textile (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material.												

§172.101 Hazardous Materials Table

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Triazine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2704	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Triazine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2763	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Triazine pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2763	Poison	173.354	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Tri-(b-nitroxyethyl)ammonium nitrate	Forbidden									
EA	Trichlorfon (*RQ-1000/454*)	ORM-A	NA2789	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Trichloroacetic acid, solid	Corrosive material	UN1839	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1	
	Trichloroacetic acid solution	Corrosive material	UN2564	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
A	1,1,1-Trichloroethane	ORM-A	UN2831	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons			
EA	Trichloroethylene (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1710	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
	Trichloromethyl perchlorate	Forbidden									
EA	Trichlorophenol (*RQ-10/4.54*)	ORM-A	NA2020	None	173.505	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	
EA	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2765	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	
E	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid amine, ester, or salt (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2765	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2765	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	
E	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid ester (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2765	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Trichlorosilane	Flammable liquid	UN1295	Flammable liquid	None	173.126	Forbidden	10 gallons	1	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Trichloro-s-triazinetrione *dry, containing over 39% available chlorine* (mono-(Trichloro) tetra-(monopotassium dichloro)-penta-s-triazinetrione, dry (*containing over 39% available chlorine*)	Oxidizer	UN2468	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Keep dry
		Oxidizer	NA2468	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Keep dry
	Trick matches	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	Forbidden	Forbidden	1,3	1,3	
	Trick noise maker, explosive	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
E	Triethanolamine dodycylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9151	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Triethylamine (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1296	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
+	Trifluorochloroethylene	Flammable gas	UN1082	Flammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Triformoxime trinitrate	Forbidden									

	1,3,5-Trimethyl-2,4,6-trinitrobenzene	Forbidden									
	Trimethylacetyl chloride	Corrosive material	UN2438	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
E	Trimethylamine, anhydrous (*RQ-1000/454*)	Flammable gas	UN1083	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Trimethylamine, aqueous solution (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1297	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	Stow away from mercury and mercury compounds
	Trimethylchlorosilane	Flammable liquid	UN1298	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Trimethylene glycol diperchlorate	Forbidden									
	Trimethylol nitromethane trinitrate	Forbidden									
	2,4,6-Trinitro-1,3,5-triazido benzene (dry)	Forbidden									
	2,4,6-Trinitro-1,3-diazobenzene	Forbidden									
	Trinitroacetic acid	Forbidden									
	Trinitroacetonitrile	Forbidden									
	Trinitroamine cobalt	Forbidden									
	Trinitrobenzene, dry. See High explosive										
	Trinitrobenzene, wet *containing at least 10% water*	Flammable solid	UN1354	Flammable solid	173.212		1 pound	1 pound	1	4	Stow away from heavy metals and their compounds
	Trinitrobenzene, wet, containing at least 10% water, over 16 ounces in one outside packaging. See High explosive										
	Trinitrobenzoic acid, dry. See High explosive										
	Trinitrobenzoic acid, wet, *containing at least 10% water*	Flammable solid	UN1355	Flammable solid	173.102	173.193	1 pound	25 pounds	1	5	Stow away from heavy metals and their compounds
	Trinitrobenzoic acid, wet, containing at least 10% water, over 25 pounds in one outside packaging. See High explosives										
	Trinitroethanol	Forbidden									
	Trinitroethylnitrate	Forbidden									
	Trinitromethane	Forbidden									
	1,3,3-Trinitronaphthalene	Forbidden									
	2,4,6-Trinitrophenyl guanidine (dry)	Forbidden									
	2,4,6-Trinitrophenyl nitramine	Forbidden									
	2,4,6-Trinitrophenyl trimethylol methyl nitramine trinitrate (dry)	Forbidden									
	Trinitroresorcinol. See High explosive										
	2,4,6-Trinitroso-3-methyl nitraminoanisole	Forbidden									
	Trinitrotetramine cobalt nitrate	Forbidden									
	Trinitrotoluene, dry. See High explosive										
	Trinitrotoluene, wet *containing at least 10% water*	Flammable solid	UN1356	Flammable solid	173.212		1 pound	1 pound	1	4	Stow away from heavy metals and their compounds
	Trinitrotoluene, wet, containing at least 10% water, over 16 ounces in one outside packaging. See High explosive										
	Tris-(1-aziridinyl) phosphine oxide	Corrosive material	UN2501	Corrosive	173.244	173.299a	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Tris, bis-bifluoroamino diethoxy propane (TVOPA)	Forbidden									
	Tungsten hexafluoride	Corrosive material	UN2196	Corrosive	None	173.264	Forbidden	110 pounds	1	5	Segregation same as for nonflammable gases.
	Turpentine	Combustible liquid	UN1299	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Turpentine	Flammable liquid	UN1299	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Turpentine substitute	Combustible liquid	UN1300	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Turpentine substitute	Flammable liquid	UN1300	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
W	Twisted jute packing (*rope*) (*treated or untreated*). *See* Oakum										
	Uranium hexafluoride, fissile (*containing more than 0.7% U-235*)	Radioactive material	NA9173	Radioactive and Corrosive	173.393	173.398			1,2	1,2	
	Uranium hexafluoride, low specific activity (*containing 0.7% or less U-235*)	Radioactive material	NA9174	Radioactive and Corrosive	173.392	173.398			1,2	1,2	
	Uranium metal, pyrophoric	Radioactive material	NA9175	Radioactive and Flammable solid	173.392	173.393 173.396			1,2	1,2	
E	Uranyl acetate (*RQ-5000/2270*)	Radioactive material	NA9180	Radioactive material	173.391	173.395			1,2	1,2	
E	Uranyl nitrate hexahydrate solution (*RQ-5000/2270*)	Radioactive material	NA9178	Radioactive and Corrosive	173.392	173.393 173.395 173.396			1,2	1,2	
E	Uranyl nitrate, solid (*RQ-5000/2270*)	Radioactive material	NA9177	Radioactive and Oxidizer	173.392	173.393 173.396			1,2	1,2	Separate longitudinally by an intervening hold or compartment from explosives
	Urea nitrate, dry. See High explosive										
	Urea nitrate, wet *with 10% or more water*	Flammable solid	UN1357	Flammable solid	173.102	173.102	1 pound	25 pounds	1,2	1,2	
	Urea nitrate, wet with 10% or more water, over 25 pounds in one outside packaging. See High explosive										
	Urea peroxide	Organic peroxide	NA1511	Organic peroxide	173.153	173.227	2 pounds	25 pounds	1	4	Keep dry. Shade from radiant heat
	Valeric acid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Valeryl chloride	Corrosive material	UN2502	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Vanadium oxytrichloride	Corrosive material	UN2443	Corrosive	173.244	173.247a	Forbidden	1 quart	1	4	Shade from radiant heat
	Vanadium oxytrichloride and titanium tetrachloride mixture	Corrosive material	NA2443	Corrosive	None	173.245 173.245a	Forbidden	1 quart	1	4	Shade from radiant heat
E	Vanadium pentoxide (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN2862	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Vanadium tetrachloride	Corrosive material	UN2444	Corrosive	173.244	173.247a	Forbidden	1 quart	1	4	Shade from radiant heat

		ORM-E	NAS152	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Vanadyl sulfate (*RQ-1000/454*)	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1,3	1,3	
	Varnish. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish; *etc.*	Flammable liquid	UN1301	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Varnish drier. See Paint drier, liquid	Flammable gas	UN1089	Flammable gas	173.306	173.304 178.314 178.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	Stow away from living quarters
	Varnish remover or reducer. See Compound, lacquer, paint or varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid										
	Varnish thinning compound. See Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid	Flammable liquid	UN1302	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	1 gallon	1,3	5	
	Very signal cartridge	Flammable gas	UN1080	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Vinyl acetate (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1303	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Vinyl chloride	Flammable liquid	UN1304	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
+		Flammable gas	UN1087	Flammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	30 pounds	1,2	1	Stow away from living quarters
	Vinyl ethyl ether, inhibited	Forbidden									
	Vinyl fluoride, inhibited	Flammable liquid	UN1305	Flammable liquid	None	173.185	Forbidden	10 gallons	1,3	1	
E	Vinylidene chloride, inhibited (*RQ-5000/2270*)	Flammable gas									
	Vinyl isobutyl ether	Flammable liquid									
+	Vinyl methyl ether	Flammable gas									
	Vinyl nitrate polymer	Forbidden									
	Vinyl trichlorosilane	Flammable liquid									
	Vitriol, oil of. See Sulfuric acid										
	War head. See Explosive projectile										
	Waste, hazardous. See Hazardous waste, liquid *or* solid, n.o.s.										
	Waste paper, wet	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.186	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Waste textile, wet	Flammable solid	UN1857	Flammable solid	None	173.211	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Waste wool, wet	Flammable solid	UN1387	Flammable solid	None	173.218	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Water pump system *tank charged with compressed air or nitrogen*	Nonflammable gas	NA1956	None	173.306		Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	
	Water reactive solid, n.o.s.	Flammable solid	UN2813	Flammable solid and Dangerous when wet	173.153	173.154	Forbidden	25 pounds	1,2	4	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Water treatment compounds, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	10 gallons	1	1	
	Wax, liquid	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Wet hair. See Hair, wet										
	Wet textile waste. *See* Waste textile, wet										
E	White acid (*ammonium bifluoride and hydrofluoric acid mixture*) (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.264	1 quart	1 gallon	1	1	
	Wood filler, liquid. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish; *etc.*										

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Wood shavings (*when dry, clean and free from oil*). *See* Sawdust										
	Wool waste. *See* Cotton waste										
	Wool waste, wet. See Waste wool, wet										
	Xenon	Nonflammable gas	UN2036	Nonflammable gas	173.306	173.302	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	X-ray film. *See* Film										
E	Xylene (*xylol*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1307	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,	
EA	Xylenol (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN2261	None	173.505	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	
	Xylyl bromide	Irritating material	UN1701	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	5	Stow away from living quarters
	p-Xylyl diazide	Forbidden									
A	Yeast, active, *in liquid or pressed form*	ORM-C		None	None	173.1085	No limit	No limit			
E	Zinc acetate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9153	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc ammonium chloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9154	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Zinc ammonium nitrite	Oxidizer	UN1512	Oxidizer	None	173.228	25 pounds	100 pounds	1,3	5	This material may be forbidden in water transportation by certain countries
	Zinc arsenate	Poison B	UN1712	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Zinc arsenite, solid	Poison B	UN1712	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Zinc borate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9155	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc bromide (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9156	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc carbonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9157	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Zinc chlorate	Oxidizer	UN1513	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and away from powdered metals
E	Zinc chloride, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN2331	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc chloride solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1840	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
E	Zinc cyanide (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1713	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
	Zinc ethyl. See Pyrophoric liquid, n.o.s.										
E	Zinc fluoride (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9156	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc formate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9158	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	Zinc hydrosulfite (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1931	None	173.505	173.510	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from acids and oxidizers
E	Zinc muriate solution. *See* Zinc chloride solution										
E	Zinc nitrate (*RQ-5000/2270*)	Oxidizer	UN1514	Oxidizer	173.153	173.162	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Zinc permanganate	Oxidizer	UN1515	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Zinc peroxide	Oxidizer	UN1516	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
E	Zinc phenolsulfonate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9160	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc phosphide (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1714	Poison	173.364	173.365	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids and oxidizers
E	Zinc silicofluoride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN2855	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

E	Zinc sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9161	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Zirconium hydride	Flammable solid	UN1437	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	150 pounds	1,2				
	Zirconium metal, dry, chemically produced, finer than 20 mesh particle size	Flammable solid	UN2008	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	75 pounds	1	5		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides	
	Zirconium metal, dry, *mechanically produced, finer than 270 mesh particle size*	Flammable solid	UN2008	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	75 pounds	1	5		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides	
	Zirconium, metal, liquid, suspensions	Flammable liquid	UN1308	Flammable liquid	None	173.140	Forbidden	5 gallons	1	5			
	Zirconium metal, wet, chemically produced, finer than 20 mesh particle size	Flammable solid	UN1358	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	150 pounds	1,2	5			
	Zirconium metal, wet, *mechanically produced, finer than 270 mesh particle size*	Flammable solid	UN1358	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	150 pounds	1,2	5			
E	Zirconium nitrate (*RQ-5000/2270*)	Oxidizer	UN2728	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		Stow away from heavy metals and their salts	
	Zirconium picramate, *wet with at least 20% of water*	Flammable solid	UN1517	Flammable solid	None	173.218	Forbidden	25 pounds	1	1			
E	Zirconium potassium fluoride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9162	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2			
	Zirconium scrap (*borings, chippings, shavings, sheets, or turnings*)	Flammable solid	UN1932	Flammable solid	173.153	173.220	Forbidden	Forbidden	1	4		Segregate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
RA	Zirconium sulfate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA9163	None	None	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2			
E	Zirconium tetrachloride, solid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2503	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2			

[Amdt. 172-58, 45 FR 34588, May 22, 1980, as amended by Amdt. 172-58, 45 FR 46420, July 10, 1980; Amdt. 172-61, 45 FR 62080, Sept. 18, 1980; Amdt. 172-58, 45 FR 74649, Nov. 10, 1980]

of a different quantity by EPA. Section 103 (a) and (b) of CERCLA requires that all releases of an RQ of a hazardous substance into the environment be reported to the National Response Center. While the Department does not currently contemplate changing its general incident reporting requirements (49 CFR 171.15 and 171.16), EPA is currently developing a notice explaining how it will implement the requirements of Section 103 (a) and (b) of CERCLA. Shippers and transporters of materials listed in this rule should contact EPA (Mr. H. D. Van Cleave, Acting Director, Emergency Response Division (WH-548), Office of Hazardous Emergency Response, U.S. EPA, 401 M Street, SW., Washington, D.C. 20460, (202) 245-3045) for additional information regarding these reporting requirements.

With respect to those materials listed in this rule that are not already covered by the Hazardous Materials Regulations, the Department is aware that, since shipping papers are not required for these materials, carriers will not always be aware that CERCLA's release notification requirements apply to them. While this uncertainty is unfortunate, it is far preferable to the imposition of extensive new shipping paper and other regulatory requirements that would be necessary to provide carriers with certainty. Furthermore, this uncertainty is an interim consequence of the enactment of CERCLA; as EPA establishes RQs for these materials, the Department will begin to incorporate them into the Hazardous Materials Table as "hazardous substances" and assign RQs to them, at which point the Department's requirements of the Hazardous Materials Regulations will apply.

With respect to the release notification requirements for hazardous substances, (as defined in 49 CFR 171.8), it should be noted that, in addition to the requirements of 49 CFR 171.17 for releases "into or upon the navigable waters or adjoining shorelines," Section 103 (a) and (b) of CERCLA requires the reporting of such releases into the "environment," which is defined broadly to include surface water, ground water, land surface, and ambient air.

Regulatory Impact

The listing contained in this rulemaking, which is required by Section 306(a) of CERCLA to be promulgated within 90 days after the date of enactment of that Act, is essentially informational in nature since no new regulatory requirements are imposed as a result of the listing. Therefore, this rule does not constitute a "major rule" as defined in Executive Order 12291 and DOT implementing procedures (44 FR 11034).

With regard to the requirements of the Administrative Procedure Act (5 U.S.C. 553), the Department finds that notice and public procedure thereon are impracticable and unnecessary because this rule is required to be promulgated within 90 days after the enactment of CERCLA.

In consideration of the foregoing, Part 172 of Title 49 Code of Federal Regulations is amended as follows:

PART 172—HAZARDOUS MATERIALS TABLES AND HAZARDOUS MATERIALS COMMUNICATIONS REGULATIONS

1. Section 172.101 is amended by adding the following after the Hazardous Materials Table:

§ 172.101 Hazardous Materials Table.

* * * * *

CERCLA List

Note.—The following listing fulfills the requirement of Section 306(a) of the Comprehensive Environmental Response, Compensation, and Liability Act (CERCLA), that all "hazardous substances," as defined in that Act, shall be listed as hazardous materials under the Hazardous Materials Transportation Act. That definition includes substances listed under Section 311(b)(2)(A) of the Federal Water Pollution Control Act (FWPCA). Those materials have already been listed as hazardous substances in the Hazardous Materials Table of this section, and that listing is not repeated here. The definition of "hazardous substance" in CERCLA also includes substances designated under Section 307(a) of the FWPCA, Section 3001 of the Solid Waste Disposal Act, and Section 112 of the Clean Air Act. The following listing consists of materials designated under those authorities. Materials indicated in the listing by an asterisk (*) are also listed in the Hazardous Materials Table as hazardous substances. With respect to other materials in the following listing, those that are not forbidden materials or fall within a hazard class are not subject to the requirements of this Subchapter.

It should be noted that Section 306(b) of CERCLA provides that common and contract carriers may be held liable under that Act for the release of a "hazardous substance" as defined in that Act, after the effective date of the listing of that substance as a hazardous material under the Hazardous Materials Transportation Act.

Specific Chemical Wastes

EPA hazardous waste No.	Substance
U001	*Acetaldehyde (I)
U034	Acetaldehyde, trichloro-
U187	Acetamide, N-(4-ethoxyphenyl)-
U005	Acetamide, N-9H-fluoren-2-yl-
U112	Acetic acid, ethyl ester (I)
U144	*Acetic acid, lead salt
U214	Acetic acid, thallium (I) salt
U002	Acetone (I)
U003	Acetonitrile (I,T)
U004	Acetophenone
U005	2-Acetylaminofluorene
U006	*Acetyl Chloride (C,R,T)
U007	Acrylamide
U008	Acrylic acid (I)
U009	*Acrylonitrile
U150	Alanine, 3-[p-bis(2-chloroethyl)amino]phenyl-, L-
U011	Amitrole
U012	*Aniline (I,T)
U014	Auramine
U015	Azaserine
U010	Azirino(2',3':3,4)pyrrolo(1,2-a)indole-4,7-dione,6-amino-8-[[(aminocarbonyl)oxy]methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8a-methoxy-5-methyl-
U157	Benz[j]aceanthrylene,1,2-dihydro-3-methyl-
U016	Benz[c]acridine
U016	3,4-Benzacridine
U017	Benzalchloride
U018	Benz[a]anthracene
U018	1,2-Benzanthracene
U094	1,2-Benzanthracene,7,12-dimethyl-
U012	*Benzenamine (I,T)
U014	Benzenamine, 4,4-carbonimidoylbis(N,N-dimethyl-
U049	Benzenamine, 4-chloro-2-methyl-
U093	Benzenamine, N,N-dimethyl-4-phenylazo-
U158	Benzenamine, 4,4'-methylenebis(2-chloro-
U222	Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride
U181	Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-
U019	*Benzene (I,T)
U038	Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester
U030	Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-
U037	*Benzene, chloro-
U190	1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride
U028	1,2-Benzenedicarboxylic acid, [bis(2-ethylhexyl)] ester
U069	*1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester
U088	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester
U102	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester
U107	1,2-Benzenedicarboxylic acid, di-n-octyl ester
U070	*Benzene, 1,2-dichloro-
U071	*Benzene, 1,3-dichloro-
U072	*Benzene, 1,4-dichloro-
U017	Benzene, (dichloromethyl)-
U223	Benzene, 1,3-diisocyanatomethyl-(R,T)
U239	*Benzene, dimethyl-(I,T)
U201	*1,3-Benzenediol
U127	Benzene, hexachloro-
U056	*Benzene, hexahydro-(I)
U188	*Benzene, hydroxy-
U220	*Benzene, methyl-
U105	*Benzene, 1-methyl-2,4-dinitro-
U106	*Benzene, 1-methyl-2,6-dinitro-
U203	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-allyl-
U141	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propenyl-
U090	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propyl-
U055	Benzene, (1-methylethyl)-(I)
U169	*Benzene, nitro-(I,T)
U183	Benzene, pentachloro-
U185	Benzene, pentachloro-nitro-
U020	Benzenesulfonic acid chloride (C,R)
U020	Benzenesulfonyl chloride (C,R)
U207	Benzene, 1,2,4,5-Tetrachloro-
U023	Benzene, (trichloromethyl)-(C,R,T)
U234	Benzene, 1,3,5-trinitro-(R,T)
U021	Benzidine
U202	1,2-Benzisothiazolin-3-one, 1,1-dioxide
U120	Benzo[j,k] fluorene
U022	Benzo[a]pyrene
U022	3,4-Benzopyrene
U197	p-Benzoquinone
U023	Benzotrichloride (C,R,T)
U050	1,2-Benzphenanthrene
U085	2,2'-Bioxirane (I,T)
U021	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine
U073	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dichloro-
U091	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dimethoxy-
U095	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dimethyl-
U024	Bis(2-chloroethoxy) methane
U027	Bis(2-chloroisopropyl) ether
U244	Bis(dimethylthiocarbamoyl) disulfide
U028	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
U246	Bromine cyanide
U225	Bromoform

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
U030	4-Bromophenyl phenyl ether
U128	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4,-hexachloro-
U172	1-Butanamine, N-butyl-N-nitroso-
U035	Butanoic acid, 4-[Bis(2-chloroethyl) amino] benzene-
U031	1-Butanol (I)
U159	2-Butanone (I,T)
U160	2-Butanone peroxide (R,T)
U053	*2-Butenal
U074	2-Butene, 1,4,-dichloro-(I,T)
U031	n-Butyl alcohol (I)
U136	Cacodylic acid
U032	*Calcium chromate
U238	Carbamic acid, ethyl ester
U178	Carbamic acid, methylnitroso-, ethyl ester
U176	Carbamide, N-ethyl-N-nitroso-
U177	Carbamide, N-methyl-N-nitroso-
U219	Carbamide, thio-
U097	Carbamoyl chloride, dimethyl-
U215	Carbonic acid, dithallium(I) salt
U156	Carbonochloridic acid, methyl ester (I,T)
U033	Carbon oxyfluoride (R,T)
U211	*Carbon tetrachloride
U033	Carbonyl fluoride (R,T)
U034	Chloral
U035	Chlorambucil
U036	*Chlordane, technical
U026	Chlornaphazine
U037	*Chlorobenzene
U245	1-(p-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methylindole-3-acetic acid
U039	4-Chloro-m-cresol
U041	1-Chloro-2,3-epoxypropane
U042	2-Chloroethyl vinyl ether
U044	*Chloroform
U046	Chloromethyl methyl ether
U047	beta-Chloronaphthalene
U048	o-Chlorophenol
U049	4-Chloro-o-toluidine, hydrochloride
U032	*Chromic acid, calcium salt
U050	Chrysene
U051	Creosote
U052	*Cresols
U052	Cresylic acid
U053	*Crotonaldehyde
U055	Cumene (I)
U246	Cyanogen bromide
U197	1,4-Cyclohexadienedione
U056	*Cyclohexane (I)
U057	Cyclohexanone (I)
U130	*1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-hexachloro-
U058	Cyclophosphamide
U240	*2,4-D, salts and esters
U059	Daunomycin
U060	*DDD
U061	*DDT
U142	*Decachlorooctahydro-1,3,4-metheno-2H-cyclobuta [c,d]-pentalen-2-one
U062	Diallate
U133	Diamine (R,T)
U221	Diaminotoluene
U063	Dibenz [a,h] anthracene
U063	1,2:5,6-Dibenzanthracene
U064	1,2:7,8-Dibenzopyrene
U064	Dibenz [a,i] pyrene
U066	1,2-Dibramo-3-chloropropane
U069	*Dibutyl phthalate
U062	S-(2,3-Dichloroallyl) diisopropylthiocarbamate
U070	*o-Dichlorobenzene
U071	*m-Dichlorobenzene
U072	*p-Dichlorobenzene
U073	3,3'-Dichlorobenzidine
U074	1,4-Dichloro-2-butene (I,T)
U075	Dichlorodifluoromethane
U192	3,5-Dichloro-N-(1,1-dimethyl-2-propynyl) benzamide
U060	*Dichloro diphenyl dichloroethane
U061	*Dichloro diphenyl trichloroethane
U076	*1,1-Dichloroethylene
U079	1,2-Dichloroethylene
U025	Dichloroethyl ether
U081	2,4-Dichlorophenol
U082	2,6-Dichlorophenol
U240	*2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, salts and esters
U083	*1,2-Dichloropropane
U084	*1,3-Dichloropropane
U085	1,2:3,4-Diepoxybutane (I,T)
U108	1,4-Diethylene dioxide
U086	N,N-Diethylhydrazine
U087	O-O-Diethyl-S-methyl-dithiophosphate
U088	Diethyl phthalate
U089	Diethylstilbestrol
U148	1,2-Dihydro-3,6-pyradizinedione
U090	Dihydrosafrole
U091	3,3'-Dimethoxybenzidine
U092	*Dimethylamine (I)
U093	Dimethylaminoazobenzene
U094	7,12-Dimethylbenz[a] anthracene
U095	3,3'-Dimethylbenzidine
U096	alpha,alpha-Dimethylbenzylhydroperoxide (R)
U097	Dimethylcarbamoyl chloride
U098	1,1-Dimethylhydrazine
U099	1,2-Dimethylhydrazine
U101	*2,4-Dimethylphenol
U102	Dimethyl phthalate
U103	Dimethyl sulfate
U105	*2,4-Dinitrotoluene
U106	*2,6-Dinitrotoluene
U107	Di-n-octyl phthalate
U108	1,4-Dioxane
U109	1,2-Diphenylhydrazine
U110	Dipropylamine (I)
U111	Di-n-propylnitrosamine
U001	*Ethanal (I)
U174	Ethanamine, N-ethyl-N-nitroso-
U067	*Ethane, 1,2-dibromo-
U076	Ethane, 1,1-dichloro-
U077	*Ethane, 1,2-dichloro-
U114	1,2-Ethanediylbiscarbamodithioic acid
U131	Ethane, 1,1,1,2,2,2-hexachloro-
U024	Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis [2-chloro-
U003	*Ethanenitrile (I,T)
U117	Ethane, 1,1'-oxybis-(I)
U025	Ethane, 1,1'-oxybis [2-chloro-
U184	Ethane, pentachloro-
U208	Ethane, 1,1,1,2-tetrachloro-
U209	Ethane, 1,1,2,2-tetrachloro-
U218	Ethanethioamide
U227	Ethane, 1,1,2-trichloro-
U043	Ethene, chloro-
U042	Ethene, 2-chloroethoxy-
U078	*Ethene, 1,1-dichloro-
U079	Ethene, trans-1,2-dichloro-
U210	Ethene, 1,1,2,2-tetrachloro-
U173	Ethanol, 2,2'-(nitrosoimino)bis-
U004	Ethanone, 1-phenyl-
U006	*Ethanoyl chloride (C,R,T)
U112	Ethyl acetate (I)
U113	Ethyl acrylate (I)
U238	Ethyl carbamate (urethan)
U038	Ethyl 4,4'-dichlorobenzilate
U114	Ethylenebis(dithiocarbamic acid)
U067	*Ethylene dibromide
U077	*Ethylene dichloride
U115	Ethylene oxide (I,T)
U116	Ethylene thiourea
U117	Ethyl ether (I)
U076	Ethylidene dichloride
U118	Ethyl methacrylate
U119	Ethyl methanesulfonate
U139	Ferric dextran
U120	Fluoranthene
U122	*Formaldehyde
U123	*Formic acid (C,T)
U124	Furan (I)
U125	*2-Furancarboxaldehyde (I)
U147	*2,5-furandione
U213	Furan, tetrahydro- (I)
U125	*Furfural (I)
U124	Furfuran (I)
U206	D-Glucopyranose, 2-deoxy-2(3-methyl-3-nitrosoureido)-
U126	Glycidylaldehyde
U163	Guanidine, N-nitroso-N-methyl-N'-nitro-
U127	Hexachlorobenzene
U128	Hexachlorobutadiene
U129	*Hexachlorocyclohexane (gamma isomer)
U130	*Hexachlorocyclopentadiene
U131	Hexachloroethane
U132	Hexachlorophene
U243	Hexachloropropene
U133	Hydrazine (R,T)
U086	Hydrazine, 1,2-diethyl-
U098	Hydrazine, 1,1-dimethyl-
U099	Hydrazine, 1,2-dimethyl-
U109	Hydrazine, 1,2-diphenyl-
U134	*Hydrofluoric acid (C,T)
U134	*Hydrogen fluoride (C,T)
U135	Hydrogen sulfide
U096	Hydroperoxide, 1-methyl-1-phenylethyl- (R)
U136	Hydroxydimethylarsine oxide
U116	2-Imidazolidinethione
U137	Indeno (1,2,3-cd) pyrene
U245	Indomethacin
U139	Iron dextran
U140	Isobutyl alcohol (I,T)
U141	Isosafrole
U142	*Kepone
U143	Lasiocarpine
U144	*Lead acetate
U145	Lead phosphate
U146	Lead subacetate
U129	*Lindane
U147	*Maleic anhydride
U148	Maleic hydrazide
U149	Malononitrile
U150	Melphalan
U151	Mercury
U152	Methacrylonitrile (I,T)
U092	*Methanamine, N-methyl-(I)
U029	Methane, bromo-
U045	Methane, chloro-(I,T)
U046	Methane, chloromethoxy-
U068	Methane, dibromo-
U080	Methane, dichloro-
U075	Methane, dichlorodifluoro-
U138	Methane, iodo-
U119	Methanesulfonic acid, ethyl ester
U211	*Methane, tetrachloro-
U153	Methanethiol (I,T)
U225	Methane, tribromo-
U044	*Methane, trichloro-
U121	Methane, trichlorofluoro-
U123	*Methanoic acid (C,T)
U036	*4,7-Methanoindan, 1,2,4,5,6,7,8,8-octachloro-3a,4,- 7,7a-tetrahydro-
U154	Methanol (I)
U155	Methapyrilene
U154	Methyl alcohol (I)
U029	Methyl bromide
U186	1-Methylbutadiene (I)
U045	Methyl chloride (I,T)
U156	Methyl chlorocarbonate (I,T)
U226	Methyl chloroform
U157	3-Methylcholanthrene
U158	4,4'-Methylenebis(2-chloroaniline)
U132	2,2'-Methylenebis(3,4,6-trichlorophenol)
U068	Methylene bromide
U080	Methylene chloride
U122	*Methylene oxide
U159	Methyl ethyl ketone (I,T)
U160	Methyl ethyl ketone peroxide (R,T)
U138	Methyl iodide
U161	Methyl isobutyl ketone (I)
U162	*Methyl methacrylate (I,T)
U163	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine
U161	4-Methyl-2-pentanone (I)
U164	Methylthiouracil
U010	Mitomycin C
U059	5,12-Naphthacenedione, (8S-cis)-8-acetyl-10-[(3-amino-2,3,- 6-trideoxy-alpha-L-lyxo-hexopyranosyl) oxy]-7,8,9,10-tetrahydro-6,8,11-trihydroxy-1-methoxy-
U165	*Naphthalene
U047	Naphthalene, 2-chloro-
U166	1,4-Naphthalenedione
U236	2,7-Naphthalenedisulfonic acid, 3,3'-[(3,3'-dimethyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diyl)] bis(azo)bis(5-amino-4 hydroxy)-, tetrasodium salt
U166	1,4-Naphthaquinone
U167	1-Naphthylamine
U168	2-Naphthylamine
U167	alpha-Naphthylamine
U168	beta-Naphthylamine
U026	2-Naphthylamine, N,N'-bis(2-chloromethyl)-
U169	*Nitrobenzene (I,T)
U170	*p-Nitrophenol
U171	2-Nitropropane (I)
U172	N-Nitrosodi-n-butylamine
U173	N-Nitrosodiethanolamine
U174	N-Nitrosodiethylamine
U111	N-Nitrosodi-n-propylamine
U176	N-Nitroso-N-ethylurea
U177	N-Nitroso-N-methylurea
U178	N-Nitroso-N-methylurethane
U179	N-Nitrosopiperidine
U180	N-Nitrosopyrrolidine

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
U181	5-Nitro-o-toluidine
U193	1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide
U058	2H-1,3,2-Oxazaphosphorine, 2-[bis(2-chloroethyl) amino] tetrahydro-2-oxide
U115	Oxirane (I,T)
U041	*Oxirane, 2-(chloromethyl)-
U182	Paraldehyde
U183	Pentachlorobenzene
U184	Pentachloroethane
U185	Pentachloronitrobenzene
U242	*Pentachlorophenol
U186	1,3-Pentadiene (I)
U187	Phenacetin
U188	*Phenol
U048	Phenol, 2-chloro-
U039	Phenol, 4-chloro-3-methyl-
U081	Phenol, 2,4-dichloro-
U082	Phenol, 2,6-dichloro-
U101	*Phenol, 2,4-dimethyl-
U170	*Phenol, 4-nitro-
U242	*Phenol, pentachloro-
U212	Phenol, 2,3,4,6-tetrachloro-
U230	*Phenol, 2,4,5-trichloro-
U231	*Phenol, 2,4,6-trichloro-
U137	1,10-(1,2-Phenylene)pyrene
U145	Phosphoric acid, lead salt
U087	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl-, S-methyl ester
U189	Phosphorous sulfide (R)
U190	Phthalic anhydride
U191	2-Picoline
U192	Pronamide
U194	1-Propanamine (I,T)
U110	1-Propanamine, N-propyl-(I)
U066	Propane, 1,2-dibromo-3-chloro-
U149	Propanedinitrile
U171	Propane, 2-nitro-(I)
U027	Propane, 2,2'oxybis[2-chloro-
U193	1,3-Propane sultone
U235	1-Propanol, 2,3-dibromo-, phosphate (3:1)
U126	1-Propanol, 2,3-epoxy-
U140	1-Propanol, 2-methyl-(I,T)
U002	2-Propanone (I)
U007	2-Propenamide
U084	*Propene, 1,3-dichloro-
U243	1-Propene, 1,1,2,3,3,3-hexachloro-
U009	*2-Propenenitrile
U152	2-Propenenitrile, 2-methyl-(I,T)
U008	2-Propenoic acid (I)
U113	2-Propenoic acid, ethyl ester (I)
U118	2-Propenoic acid, 2-methyl-, ethyl ester
U162	*2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester (I,T)
U233	*Propanoic acid, 2-(2,4,5-trichlorophenoxy)-
U194	n-Propylamine (I,T)
U083	*Propylene dichloride
U196	Pyridine
U155	Pyridine, 2-[(2-dimethylamino)ethyl]-2-thenylamino]-
U179	Pyridine, hexahydro-N-nitroso-
U191	Pyridine, 2-methyl-
U164	4(1H)-Pyrimidinone, 2,3-dihydro-6-methyl-2-thioxo-
U180	Pyrrole, tetrahydro-N-nitroso-
U200	Reserpine
U201	*Resorcinol
U202	Saccharin and salts
U203	Safrole
U204	Selenious acid
U204	*Selenium dioxide
U205	Selenium disulfide (R,T)
U015	L-Serine, diazoacetate (ester)
U233	*Silvex
U089	4,4'-Stilbenediol, alpha, alpha'-diethyl-
U206	Streptozotocin
U135	Sulfur hydride
U103	Sulfuric acid, dimethyl ester
U189	Sulfur phosphide (R)
U205	Sulfur selenide (R,T)
U232	*2,4,5-T
U207	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene
U208	1,1,1,2-Tetrachloroethane
U209	1,1,2,2-Tetrachloroethane
U210	Tetrachloroethylene
U212	2,3,4,6-Tetrachlorophenol
U213	Tetrahydrofuran (I)
U214	Thallium(I) acetate
U215	Thallium(I) carbonate
U216	Thallium(I) chloride
U217	Thallium(I) nitrate

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
U218	Thioacetamide
U153	Thiomethanol (I,T)
U219	Thiourea
U244	Thiram
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U223	Toluene diisocyanate (R,T)
U222	o-Toluidine hydrochloride
U011	1H-1,2,4-Triazol-3-amine
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane
U228	*Trichloroethene
U228	*Trichloroethylene
U121	Trichloromonofluoromethane
U230	*2,4,5-Trichlorophenol
U231	*2,4,6-Trichlorophenol
U232	*2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U234	sym-Trinitrobenzene (R,T)
U182	1,3,5-Trioxane, 2,4,5-trimethyl-
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil, 5[bis(2-chloromethyl)amino]-
U237	Uracil mustard
U043	Vinyl chloride
U239	*Xylene (I)
U200	Yohimban-16-carboxylic acid, 11,17-dimethoxy-18-[(3,4,5-trimethoxy-benzoyl)oxy]-, methylester
P012	*Arsenic(III) oxide
P011	*Arsenic pentoxide
P011	*Arsenic(V) oxide
P012	*Arsenic trioxide
P036	Arsine, diethyl-
P054	Aziridine
P013	*Barium cyanide
P024	Benzenamine, 4-chloro-
P077	Benzenamine, 4-nitro-
P028	*Benzene, (chloromethyl)-
P042	1,2-Benzenediol, 4-[1-hydroxy-2-(methylamino) ethyl]-
P014	Benzenethiol
P028	*Benzyl chloride
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P021	*Calcium cyanide
P123	Camphene, octachloro-
P103	Carbamimidoselenoic acid
P022	*Carbon bisulfide
P022	*Carbon disulfide
P095	*Carbonyl chloride
P033	*Chlorine cyanide
P023	Chloroacetaldehyde
P024	p-Chloroaniline
P026	1-(o-Chlorophenyl)thiourea
P027	3-Chloropropionitrile
P029	Copper cyanides
P030	Cyanides (soluble cyanide salts), not elsewhere specified
P031	Cyanogen
P033	*Cyanogen chloride
P036	Dichlorophenylarsine
P037	*Dieldrin
P038	Diethylarsine
P039	*O,O-Diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] phosphorodithioate
P041	Diethyl-p-nitrophenyl phosphate
P040	O,O-Diethyl O-pyrazinyl phosphorothioate
P043	Diisopropyl fluorophosphate
P044	Dimethoate
P045	3,3-Dimethyl-1-(methylthio)-2-butanone, O-[(methyl- amino)carbonyl] oxime
P071	*O,O-Dimethyl O-p-nitrophenyl phosphorothioate
P082	Dimethylnitrosamine
P046	alpha,alpha-Dimethylphenethylamine
P047	4,6-Dinitro-o-cresol and salts
P034	4,6-Dinitro-o-cyclohexylphenol
P048	*2,4-Dinitrophenol
P020	Dinoseb
P085	Diphosphoramide, octamethyl-
P039	*Disulfoton
P049	2,4-Dithiobiuret
P109	Dithiopyrophosphonic acid, tetraethyl ester
P050	*Endosulfan
P088	Endothall
P051	*Endrin
P042	Epinephrine
P046	Ethanamine,1,1-dimethyl-2-phenyl-

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
P084	Ethenamine,N-methyl-N-nitroso-
P101	Ethyl cyanide
P054	Ethylenimine
P097	Famphur
P056	Fluorine
P057	Fluoroacetamide
P058	Fluoroacetic acid, sodium salt
P065	Fulminic acid, mercury (II) salt (R,T)
P059	*Heptachlor
P051	*1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,endo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P037	*1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy,1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,exo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P060	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo,endo-dimethanonaphthalene
P004	*1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo,exo-dimethanonaphthalene
P060	Hexachlorohexahydro-exo,exo-dimethanonaphthalene
P062	Hexaethyl tetraphosphate
P116	Hydrazinecarbothioamide
P068	Hydrazine, methyl-
P063	*Hydrocyanic acid
P063	*Hydrogen cyanide
P096	Hydrogen phosphide
P064	Isocyanic acid, methyl ester
P007	3(2H)-Isoxazolone,5-(aminomethyl)-
P092	Mercury,(acetato-O)phenyl-
P065	Mercury fulminate (R,T)
P016	Methane,oxybis[chloro-
P112	Methane, tetranitro-(R)
P118	Methanethiol, trichloro-
P059	*4,7-Methano-1H-indene,1,4,5,6,7,8,8-heptachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-
P066	Methomyl
P067	2-Methylaziridine
P068	Methyl hydrazine
P064	Methyl isocyanate
P069	*2-Methyllactonitrile
P071	*Methyl parathion
P072	alpha-Naphthylthiourea
P073	Nickel carbonyl
P074	Nickel cyanide
P074	Nickel(II) cyanide
P073	Nickel tetracarbonyl
P075	Nicotine and salts
P076	Nitric oxide
P077	p-Nitroaniline
P078	*Nitrogen dioxide
P078	Nitrogen(II) oxide
P078	*Nitrogen(IV) oxide
P081	Nitroglycerine (R)
P082	N-Nitrosodimethylamine
P084	N-Nitrosomethylvinylamine
P050	*5-Norbornene-2,3-dimethanol, 1,4,5,6,7,7-Hexachloro cyclic sulfite
P085	Octamethylpyrophosphoramide
P087	Osmium oxide
P087	Osmium tetroxide
P088	7-Oxabicyclo[2.2.1] heptane-2,3-dicarboxylic acid
P089	*Parathion
P034	Phenol, 2-cyclohexyl-4,6-dinitro-
P048	*Phenol, 2,4-dinitro-
P047	Phenol, 2,4-dinitro-6-methyl-
P020	Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-
P009	Phenol, 2,4,6-trinitro-, ammonium salt (R)
P036	Phenyl dichloroarsine
P092	Phenylmercuric acetate
P093	N-Phenylthiourea
P094	Phorate
P095	*Phosgene
P096	Phosphine
P041	Phosphoric acid, diethyl p-nitrophenyl ester
P044	Phosphorodithioic acid, 0,0-dimethyl S-[2-(methyl-amino)-2-oxoethyl] ester
P043	Phosphorofluoric acid, bis(1-methylethyl) ester
P094	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl S-[ethylthio]methyl ester
P089	*Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(p-nitrophenyl) ester
P040	Phosphorothioic acid, O-O-diethyl O-pyrazinyl ester
P097	Phosphorothioic acid, O,O-dimethyl O-[p-[(dimethyl-amino)-sulfonyl]phenyl] ester
P110	*Plumbane, tetraethyl-

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
P096	*Potassium cyanide
P099	Potassium silver cyanide
P070	Propanal, 2-methyl-2-(methylthio)-, O-[(methylamino) carbonyl] oxime
P101	Propanenitrile
P027	Propanenitrile, 3-chloro-
P069	*Propanenitrile, 2-hydroxy-2-methyl-
P081	1,2,3-Propanetriol, trinitrate (R)
P017	2-Propanone, 1-bromo-
P102	Propargyl alcohol
P003	*2-Propenal
P005	*2-Propen-1-ol
P067	1,2-Propylenimine
P102	2-Propyn-1-ol
P008	4-Pyridinamine
P075	Pyridine, (S)-3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl)-, and salts
P111	*Pyrophosphoric acid, tetraethyl ester
P103	Selenourea
P104	Silver cyanide
P105	Sodium azide
P106	*Sodium cyanide
P107	Strontium sulfide
P108	*Strychnidin-10-one, and salts
P018	Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-
P108	Strychnine and salts
P115	*Sulfuric acid, thallium(I) salt
P109	Tetraethyldithiopyrophosphate
P110	*Tetraethyl lead
P111	*Tetraethylpyrophosphate
P112	Tetranitromethane (R)
P062	Tetraphosphonic acid, hexaethyl ester
P113	Thallic oxide
P113	Thallium(III) oxide
P114	Thallium(I) selenite
P115	*Thallium(I) sulfate
P045	Thiofanox
P049	Thioimidodicarbonic diamide
P014	Thiophenol
P116	Thiosemicarbazide
P026	Thiourea, (2-chlorophenyl)-
P072	Thiourea, 1-naphthalenyl-
P093	Thiourea, phenyl-
P123	*Toxaphene
P118	Trichloromethanethiol
P119	Vanadic acid, ammonium salt
P120	*Vanadium pentoxide
P120	*Vanadium(V) oxide
P001	Warfarin
P121	*Zinc cyanide
P122	*Zinc phosphide (R,T)
F001	The following spent halogenated solvents used in degreasing: tetrachloroethylene, trichloroethylene, methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, carbon tetrachloride, and chlorinated fluorocarbons; and sludges from the recovery of these solvents in degreasing operations.
F002	The following spent halogenated solvents: tetrachloroethylene, methylene chloride, trichloroethylene, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane, orthodichlorobenzene, and trichlorofluoromethane; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F003	The following spent non-halogenated solvents: xylene, acetone, ethyl acetate, ethyl benzene, ethyl ether, methyl isobutyl ketone, n-butyl alcohol, cyclohexanone, and methanol; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F004	The following spent non-halogenated solvents: cresols and cresylic acid, and nitrobenzene; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F005	The following spent non-halogenated solvents: toluene, methyl ethyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, and pyridine; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F006	Wastewater treatment sludges from electroplating operations except from the following processes: (1) sulfuric acid anodizing of aluminum; (2) tin plating on carbon steel; (3) zinc plating (segregated basis) on carbon steel; (4) aluminum or zinc-aluminum plating on carbon steel; (5) cleaning/stripping associated with tin, zinc and aluminum plating on carbon steel; and (6) chemical etching and milling of aluminum.

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
F019	Wastewater treatment sludges for the chemical conversion coating of aluminum.
F007	Spent cyanide plating bath solutions from electroplating operations (except for precious metals electroplating spent cyanide plating bath solutions).
F008	Plating bath sludges from the bottom of plating baths from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating plating bath sludges).
F009	Spent stripping and cleaning bath solutions from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating spent stripping and cleaning bath solutions).
F010	Quenching bath sludge from oil baths from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat-treating quenching bath sludges).
F011	Spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning from metal heat treating operations (except for precious metals heat treating spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning).
F012	Quenching wastewater treatment sludges from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat treating quenching wastewater treatment sludges).
F015	Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.
K001	Bottom sediment sludge from the treatment of wastewaters from wood preserving processes that use creosote and/or pentachlorophenol.
K002	Wastewater treatment sludge from the production of chrome yellow and orange pigments.
K003	Wastewater treatment sludge from the production of molybdate orange pigments.
K004	Wastewater treatment sludge from the production of zinc yellow pigments.
K005	Wastewater treatment sludge from the production of chrome green pigments.
K006	Wastewater treatment sludge from the production of chrome oxide green pigments (anhydrous and hydrated).
K007	Wastewater treatment sludge from the production of iron blue pigments.
K008	Oven residue from the production of chrome oxide green pigments.
K009	Distillation bottoms from the production of acetaldehyde from ethylene.
K010	Distillation side cuts from the production of acetaldehyde from ethylene.
K011	Bottom stream from the wastewater stripper in the production of acrylonitrile.
K013	Bottom stream from the acetonitrile column in the production of acrylonitrile.
K014	Bottoms from the acetonitrile purification column in the production of acrylonitrile.
K015	Still bottoms from the distillation of benzyl chloride.
K016	Heavy ends or distillation residues from the production of carbon tetrachloride.
K017	Heavy ends (still bottoms) from the purification column in the production of epichlorohydrin.
K018	Heavy ends from the fractionation column in ethyl chloride production.
K019	Heavy ends from the distillation of ethylene dichloride in ethylene dichloride production.
K020	Heavy ends from the distillation of vinyl dichloride in vinyl chloride monomer production.
K021	Aqueous spent antimony catalyst waste from fluoromethanes production.
K022	Distillation bottom tars from the production of phenol/acetone from cumene.
K023	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from naphthalene.
K024	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from naphthalene.
K093	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene.
K094	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene.

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
K025	Distillation bottoms from the production of nitrobenzene by the nitration of benzene.
K026	Stripping still tails from the production of methyl ethyl pyridines.
K027	Centrifuge and distillation residues from toluene diisocyanate production.
K028	Spent catalyst from the hydrochlorinator reactor in the production of 1,1,1-trichloroethane.
K029	Waste from the product steam stripper in the production of 1,1,1-trichloroethane.
K095	Distillation bottoms from the production of 1,1,1-trichloroethane.
K096	Heavy ends from the heavy ends column from the production of 1,1,1-trichloroethane.
K030	Column bottoms or heavy ends from the combined production of trichloroethylene and perchloroethylene.
K083	Distillation bottoms from aniline production.
K103	Process residues from aniline extraction from the production of aniline.
K104	Combined wastewater streams generated from nitrobenzene/aniline production.
K085	Distillation or fractionation column bottoms from the production of chlorobenzenes.
K105	Separated aqueous stream from the reactor product washing step in the production of chlorobenzenes.
K071	Brine purification muds from the mercury cell process in chlorine production, where separately prepurified brine is not used.
K073	Chlorinated hydrocarbon waste from the purification step of the diaphram cell process using graphite anodes in chlorine production.
K106	Wastewater treatment sludge from the mercury cell process in chlorine production.
K031	By-product salts generated in the production of MSMA and cacodylic acid.
K032	Wastewater treatment sludge from the production of chlordane.
K033	Wastewater and scrub water and scrub water from the chlorination of cyclopentadiene in the production of chlordane.
K034	Filter solids from the filtration of hexachlorocyclopentadiene in the production of chlordane.
K097	Vacuum stripper discharge from the chlordane chlorinator in the production of chlordane.
K035	Wastewater treatment sludges generated in the production of creosote.
K036	Still bottoms from toluene reclamation distillation in the production of disulfoton.
K037	Wastewater treatment sludges from the production of disulfoton.
K038	Wastewater from the washing and stripping of phorate production.
K039	Filter cake from filtration of diethylphosphorodithioic acid in the production of phorate.
K040	Wastewater treatment sludge from the production of phorate.
K041	Wastewater treatment sludge from the production of toxaphene.
K098	Untreated process wastewater from the production of toxaphene.
K042	Heavy ends or distillation residues from the distillation of tetrachlorobenzene in the production of 2,4,5-T.
K043	2,6-Dichlorophenol waste from the production of 2,4-D.
K099	Untreated wastewater from the production of 2,4-D.
K044	Wastewater treatment sludges from the manufacturing and processing of explosives.
K045	Spent carbon from the treatment of wastewater containing explosives.
K046	Wastewater treatment sludges from the manufacturing, formulation and loading of lead-based initiating compounds.
K047	Pink/red water from TNT operations.
K048	Dissolved air flotation (DAF) float from the petroleum refining industry.
K049	Slop oil emulsion solids from the petroleum refining industry.
K050	Heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry.

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
K051	API separator sludge from the petroleum refining industry.
K052	Tank bottoms (leaded) from the petroleum refining industry.
K061	Emission control dust/sludge from the primary production of steel in electric furnaces
K062	Spent pickle liquor from steel finishing operations.
K069	Emission control dust/sludge from secondary lead smelting.
K100	Waste leaching solution from acid leaching of emission control dust/sludge from secondary lead smelting
K084	Wastewater treatment sludges generated during the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.
K101	Distillation tar residues form the distillation of aniline-based compounds in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.
K102	Residue from the use of activated carbon for decolorization in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.
K086	Solvent washes and sludges, caustic washes and sludges, or water washes and sludges from cleaning tubs and equipment used in the formulation of ink from pigments, driers, soaps, and stabilizers containing chromium and lead
K060	Ammonia still lime sludge from coking operations.
K087	Decanter tank tar sludge from coking operations.

BILLING CODE 4910-60-M

(i) More than 10 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Three or more portions in more than one sample when less than 20 samples are examined per month; or

(iii) Three or more portions in more than five percent of the samples when 20 or more samples are examined per month.

(2) When the fermentation tube method and 100 milliliter standard portions pursuant to § 141.21(a) are used, coliform bacteria shall not be present in any of the following:

(i) More than 60 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Five portions in more than one sample when less than five samples are examined per month; or

(iii) Five portions in more than 20 percent of the samples when five or more samples are examined per month.

(c) For community or non-community systems that are required to sample at a rate of less than 4 per month, compliance with paragraph (a), (b)(1), or (b)(2) of this section shall be based upon sampling during a 3 month period, except that, at the discretion of the State, compliance may be based upon sampling during a one-month period.

§ 141.15 Maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity in community water systems.

The following are the maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity:

(a) Combined radium-226 and radium-228—5 pCi/1.

(b) Gross alpha particle activity (including radium-226 but excluding radon and uranium)—15 pCi/1.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.16 Maximum contaminant levels for beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in community water systems.

(a) The average annual concentration of beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in drinking water shall not produce an annual dose equivalent to the total body or any internal organ greater than 4 millirem/year.

(b) Except for the radionuclides listed in Table A, the concentration of man-made radionuclides causing 4 mrem total body or organ dose equivalents shall be calculated on the basis of a 2 liter per day drinking water intake using the 168 hour data listed in *"Maximum Permissible Body Burdens and Maximum Permissible Concentration of Radionuclides in Air or Water for Occupational Exposure,"* NBS Handbook 69 as amended August 1963, U.S. Department of Commerce. If two or more radionuclides are present, the sum of their annual dose equivalent to the total body or to any organ shall not exceed 4 millirem/year.

TABLE A.—*Average annual concentrations assumed to produce a total body or organ dose of 4 mrem/yr*

Radionuclide	Critical organ	pCi per liter
Tritium	Total body	20,000
Strontium-90	Bone marrow	8

[41 FR 28404, July 9, 1976]

Subpart C—Monitoring and Analytical Requirements

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community water systems and non-community water systems shall analyze for coliform bacteria for the purpose of determining compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 662–688, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters

or 100 milliliters as described in § 141.14(b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

(b) The supplier of water for a community water system shall take coliform density samples at regular time intervals, and in number proportionate to the population served by the system. In no event shall the frequency be less than as set forth below:

Population served	Minimum number of samples per month
25 to 1,000	1
1,001 to 2,500	2
2,501 to 3,300	3
3,301 to 4,100	4
4,101 to 4,900	5
4,901 to 5,800	6
5,801 to 6,700	7
6,701 to 7,600	8
7,601 to 8,500	9
8,501 to 9,400	10
9,401 to 10,300	11
10,301 to 11,100	12
11,101 to 12,000	13
12,001 to 12,900	14
12,901 to 13,700	15
13,701 to 14,600	16
14,601 to 15,500	17
15,501 to 16,300	18
16,301 to 17,200	19
17,201 to 18,100	20
18,101 to 18,900	21
18,901 to 19,800	22
19,801 to 20,700	23
20,701 to 21,500	24
21,501 to 22,300	25
22,301 to 23,200	26
23,201 to 24,000	27
24,001 to 24,900	28
24,901 to 25,000	29
25,001 to 28,000	30
28,001 to 33,000	35
33,001 to 37,000	40
37,001 to 41,000	45
41,001 to 46,000	50
46,001 to 50,000	55
50,001 to 54,000	60
54,001 to 59,000	65
59,001 to 64,000	70
64,001 to 70,000	75
70,001 to 76,000	80
76,001 to 83,000	85
83,001 to 90,000	90
90,001 to 96,000	95
96,001 to 111,000	100
111,001 to 130,000	110
130,001 to 160,000	120
160,001 to 190,000	130
190,001 to 220,000	140
220,001 to 250,000	150
250,001 to 290,000	160
290,001 to 320,000	170
320,001 to 360,000	180
360,001 to 410,000	190
410,001 to 450,000	200
450,001 to 500,000	210
500,001 to 550,000	220
550,001 to 600,000	230
600,001 to 660,000	240
660,001 to 720,000	250
720,001 to 780,000	260
780,001 to 840,000	270
840,001 to 910,000	280
910,001 to 970,000	290
970,001 to 1,050,000	300
1,050,001 to 1,140,000	310
1,140,001 to 1,230,000	320
1,230,001 to 1,320,000	330
1,320,001 to 1,420,000	340
1,420,001 to 1,520,000	350
1,520,001 to 1,630,000	360
1,630,001 to 1,730,000	370
1,730,001 to 1,850,000	380
1,850,001 to 1,970,000	390
1,970,001 to 2,090,000	400
2,090,001 to 2,270,000	410
2,270,001 to 2,510,000	420
2,510,001 to 2,750,000	430
2,750,001 to 3,020,000	440
3,020,001 to 3,320,000	450
3,320,001 to 3,620,000	460
3,620,001 to 3,980,000	470
3,980,001 to 4,310,000	480
4,310,001 to 4,690,000	490
4,690,001 or more	500

Based on a history of no coliform bacterial contamination and on a sanitary survey by the State showing the water system to be supplied solely by a protected ground water source and free of sanitary defects, a community water system serving 25 to 1,000 persons, with written permission from the State, may reduce this sampling frequency except that in no case shall it be reduced to less than one per quarter.

(c) The supplier of water for a noncommunity water system shall sample for coliform bacteria in each calendar quarter during which the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after the effective date of this part. If the State, on the basis of a sanitary survey, determines that some other frequency is more appropriate, that frequency shall be the frequency required under these regulations. Such frequency shall be confirmed or changed on the basis of subsequent surveys.

(d) (1) When the coliform bacteria in a single sample exceed four per 100 milliliters (§ 141.14(a)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show

less than one coliform bacterium per 100 milliliters.

(2) When coliform bacteria occur in three or more 10 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(1)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(3) When coliform bacteria occur in all five of the 100 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(2)), at least two daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(4) The location at which the check samples were taken pursuant to paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section shall not be eliminated from future sampling without approval of the State. The results from all coliform bacterial analyses performed pursuant to this subpart, except those obtained from check samples and special purpose samples, shall be used to determine compliance with the maximum contaminant level for coliform bacteria as established in § 141.14. Check samples shall not be included in calculating the total number of samples taken each month to determine compliance with § 141.21 (b) or (c).

(e) When the presence of coliform bacteria in water taken from a particular sampling point has been confirmed by any check samples examined as directed in paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section, the supplier of water shall report to the State within 48 hours.

(f) When a maximum contaminant level set forth in paragraph (a), (b) or (c) of § 141.14 is exceeded, the supplier of water shall report to the State and notify the public as prescribed in § 141.31 and § 141.32.

(g) Special purpose samples, such as those taken to determine whether disinfection practices following pipe placement, replacement, or repair have been sufficient, shall not be used to determine compliance with § 141.14 or § 141.21 (b) or (c).

(h) A supplier of water of a community water system or a non-community water system may, with the approval of the State and based upon a sanitary survey, substitute the use of chlorine residual monitoring for not more than 75 percent of the samples required to be taken by paragraph (b) of this section, *Provided*, That the supplier of water takes chlorine residual samples at points which are representative of the conditions within the distribution system at the frequency of at least four for each substituted microbiological sample. There shall be at least daily determinations of chlorine residual. When the supplier of water exercises the option provided in this paragraph (h) of this section, he shall maintain no less than 0.2 mg/1 free chlorine throughout the public water distribution system. When a particular sampling point has been shown to have a free chlorine residual less than 0.2 mg/1, the water at that location shall be retested as soon as practicable and in any event within one hour. If the original analysis is confirmed, this fact shall be reported to the State within 48 hours. Also, if the analysis is confirmed, a sample for coliform bacterial analysis must be collected from that sampling point as soon as practicable and preferably within one hour, and the results of such analysis reported to the State within 48 hours after the results are known to the supplier of water. Analyses for residual chlorine shall be made in accordance with "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Ed., pp. 129–132. Compliance with the maximum contaminant levels for coliform bacteria shall be determined on the monthly mean or quarterly mean basis specified in § 141.14, including those samples taken as a result of failure to maintain the required chlorine residual level. The State may withdraw its approval of the use of chlorine residual substitution at any time.

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community water systems and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. The measurement shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 350–353, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 295–298, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(b) If the result of a turbidity analysis indicates that the maximum allowable limit has been exceeded, the sampling and measurement shall be confirmed by resampling as soon as practicable and preferably within one hour. If the repeat sample confirms that the maximum allowable limit has been exceeded, the supplier of water shall report to the State within 48 hours. The repeat sample shall be the sample used for the purpose of calculating the monthly average. If the monthly average of the daily samples exceeds the maximum allowable limit, or if the average of two samples taken on consecutive days exceeds 5 TU, the supplier of water shall report to the State and notify the public as directed in §§ 141.31 and 141.32.

(c) Sampling for non-community water systems shall begin within two years after the effective date of this part.

(d) The requirements of this § 141.22 shall apply only to public water systems which use water obtained in whole or in part from surface sources.

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) Analyses for the purpose of determining compliance with § 141.11 are required as follows:

(1) Analyses for all community water systems utilizing surface water sources shall be completed within one year following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at yearly intervals.

(2) Analyses for all community water systems utilizing only ground water sources shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at three-year intervals.

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground water sources, analyses for nitrate shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.11 exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses at the same sampling point within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall notify the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) The provisions of paragraphs (b) and (c) of this section notwithstanding, compliance with the maximum contaminant level for nitrate shall be determined on the basis of the mean of two analyses. When a level exceeding the maximum contaminant level for nitrate is found, a second analysis shall be initiated within 24 hours, and if the mean of the two analyses exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report his findings to the State pursu-

ant to § 141.31 and shall notify the public pursuant to § 141.32.

(e) For the initial analyses required by paragraph (a)(1), (2) or (3) of this section, data for surface waters acquired within one year prior to the effective date and data for ground waters acquired within 3 years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(f) Analyses conducted to determine compliance with § 141.11 shall be made in accordance with the following methods:

(1) Arsenic—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 95-96, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(2) Barium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 97-98, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(3) Cadmium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 101-103, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(4) Chromium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 105-106, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(5) Lead—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 112-113, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(6) Mercury—Flameless Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 118-126, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(7) Nitrate—Brucine Colorimetric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 461-464, or Cadmium Reduction Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 201-206, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(8) Selenium—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," p. 145, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(9) Silver—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", p. 146, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(10) Fluoride—Electrode Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 172-174, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 65-67, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 171-172 and 174-176, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 59-60, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

§ 141.24 Organic chemicals other than total trihalomethanes, sampling and analytical requirements.

(a) An analysis of substances for the purpose of determining compliance with § 141.12(a) and § 141.12(b) shall be made as follows:

(1) For all community water systems utilizing surface water sources, analyses shall be completed within one year

following the effective date of this part. Samples analyzed shall be collected during the period of the year designated by the State as the period when contamination by pesticides is most likely to occur. These analyses shall be repeated at intervals specified by the State but in no event less frequently than at three year intervals.

(2) For community water systems utilizing only ground water sources, analyses shall be completed by those systems specified by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.24 (a) and (b) exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) For the initial analysis required by paragraphs (a) (1) and (2) of this section, data for surface water acquired within one year prior to the effective date of this part and data for ground water acquired within three years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(e) Analyses made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Method for Organochlorine Pesticides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

(f) Analyses made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.25 Analytical Methods for Radioactivity.

(a) The methods specified in *Interim Radiochemical Methodology for Drinking Water*, Environmental Monitoring and Support Laboratory, EPA-600/4-75-008, USEPA, Cincinnati, Ohio 45268, or those listed below, are to be used to determine compliance with §§ 141.15 and 141.16 (radioactivity) except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) Gross Alpha and Beta—Method 302 "Gross Alpha and Beta Radioactivity in Water" *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 13th Edition, American Public Health Association, New York, N.Y., 1971.

(2) Total Radium—Method 304 "Radium in Water by Precipitation" Ibid.

(3) Radium-226—Method 305 "Radium-226 by Radon in Water" Ibid.

(4) Strontium-89,90 — Method 303 "Total Strontium and Strontium-90 in Water" Ibid.

(5) Tritium—Method 306 "Tritium in Water" Ibid.

(6) Cesium-134 — ASTM D-2459 "Gamma Spectrometry in Water," *1975 Annual Book of ASTM Standards, Water and Atmospheric Analysis*, Part 31, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, (1975).

(7) Uranium—ASTM D-2907 "Microquantities of Uranium in Water by Fluorometry," Ibid.

(b) When the identification and measurement of radionuclides other than those listed in paragraph (a) of this section is required, the following references are to be used, except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) *Procedures for Radiochemical Analysis of Nuclear Reactor Aqueous*

Solutions, H. L. Krieger and S. Gold, EPA-R4-73-014. USEPA, Cincinnati, Ohio, May 1973.

(2) *HASL Procedure Manual*, Edited by John H. Harley. HASL 300, ERDA Health and Safety Laboratory, New York, N.Y., 1973.

(c) For the purpose of monitoring radioactivity concentrations in drinking water, the required sensitivity of the radioanalysis is defined in terms of a detection limit. The detection limit shall be that concentration which can be counted with a precision of plus or minus 100 percent at the 95 percent confidence level (1.96σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample).

(1) To determine compliance with § 141.15(a) the detection limit shall not exceed 1 pCi/1. To determine compliance with § 141.15(b) the detection limit shall not exceed 3 pCi/1.

(2) To determine compliance with § 141.16 the detection limits shall not exceed the concentrations listed in Table B.

TABLE B.—DETECTION LIMITS FOR MAN-MADE BETA PARTICLE AND PHOTON EMITTERS

Radionuclide	*Detection limit*
Tritium	1,000 pCi/1.
Strontium-89	10 pCi/1.
Strontium-90	2 pCi/1.
Iodine-131	1 pCi/1.
Cesium-134	10 pCi/1.
Gross beta	4 pCi/1.
Other radionuclides	1/10 of the applicable limit.

(d) To judge compliance with the maximum contaminant levels listed in §§ 141.15 and 141.16, averages of data shall be used and shall be rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.26 Monitoring Frequency for Radioactivity in Community Water Systems.

(a) Monitoring requirements for gross alpha particle activity, radium-226 and radium-228.

(1) Initial sampling to determine compliance with § 141.15 shall begin within two years of the effective date of these regulations and the analysis shall be completed within three years of the effective date of these regulations. Compliance shall be based on the analysis of an annual composite of four consecutive quarterly samples or the average of the analyses of four samples obtained at quarterly intervals.

(i) A gross alpha particle activity measurement may be substituted for the required radium-226 and radium-228 analysis *Provided*, That the measured gross alpha particle activity does not exceed 5 pCi/1 at a confidence level of 95 percent (1.65σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample). In localities where radium-228 may be present in drinking water, it is recommended that the State require radium-226 and/or radium-228 analyses when the gross alpha particle activity exceeds 2 pCi/1.

(ii) When the gross alpha particle activity exceeds 5 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-226. If the concentration of radium-226 exceeds 3 pCi/1 the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-228.

(2) For the initial analysis required by paragraph (a)(1) of this section, data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) Suppliers of water shall monitor at least once every four years following the procedure required by paragraph (a)(1) of this section. At the discretion of the State, when an annual record taken in conformance with paragraph (a)(1) of this section has established that the average annual concentration is less than half the maximum contaminant levels established by § 141.15, analysis of a single sample may be substituted for the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(i) More frequent monitoring shall be conducted when ordered by the State in the vicinity of mining or other operations which may contribute alpha particle radioactivity to either surface or ground water sources of drinking water.

(ii) A supplier of water shall monitor in conformance with paragraph (a)(1) of this section within one year of the introduction of a new water source for a community water system. More frequent monitoring shall be conducted

when ordered by the State in the event of possible contamination or when changes in the distribution system or treatment processing occur which may increase the concentration of radioactivity in finished water.

(iii) A community water system using two or more sources having different concentrations of radioactivity shall monitor source water, in addition to water from a free-flowing tap, when ordered by the State.

(iv) Monitoring for compliance with § 141.15 after the initial period need not include radium-228 *except when* required by the State. *Provided,* That the average annual concentration of radium-228 has been assayed at least once using the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(v) Suppliers of water shall conduct annual monitoring of any community water system in which the radium-226 concentration exceeds 3 pCi/1, when ordered by the State.

(4) If the average annual maximum contaminant level for gross alpha particle activity or total radium as set forth in § 141.15 is exceeded, the supplier of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and notify the public as required by § 141.32. Monitoring at quarterly intervals shall be continued until the annual average concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(b) Monitoring requirements for manmade radioactivity in community water systems.

(1) Within two years of the effective date of this part, systems using surface water sources and serving more than 100,000 persons and such other community water systems as are designated by the State shall be monitored for compliance with § 141.16 by analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. Compliance with § 141.16 may be assumed without further analysis if the average annual concentration of gross beta particle activity is less than 50 pCi/1 and if the average annual concentrations of tritium and strontium-90 are less than those listed in Table A. *Provided,* That if both radionuclides are present the sum of their annual dose equivalents to bone marrow shall not exceed 4 millirem/year.

(i) If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) Suppliers of water shall conduct additional monitoring, as ordered by the State, to determine the concentration of man-made radioactivity in principal watersheds designated by the State.

(iii) At the discretion of the State, suppliers of water utilizing only ground waters may be required to monitor for man-made radioactivity.

(2) For the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) After the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section suppliers of water shall monitor at least every four years following the procedure given in paragraph (b)(1) of this section.

(4) Within two years of the effective date of these regulations the supplier of any community water system designated by the State as utilizing waters contaminated by effluents from nuclear facilities shall initiate quarterly monitoring for gross beta particle and iodine-131 radioactivity and annual monitoring for strontium-90 and tritium.

(i) Quarterly monitoring for gross beta particle activity shall be based on the analysis of monthly samples or the analysis of a composite of three monthly samples. The former is recommended. If the gross beta particle activity in a sample exceeds 15 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for strontium-89 and cesium-134. If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate

organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) For iodine-131, a composite of five consecutive daily samples shall be analyzed once each quarter. As ordered by the State, more frequent monitoring shall be conducted when iodine-131 is identified in the finished water.

(iii) Annual monitoring for strontium-90 and tritium shall be conducted by means of the analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. The latter procedure is recommended.

(iv) The State may allow the substitution of environmental surveillance data taken in conjunction with a nuclear facility for direct monitoring of manmade radioactivity by the supplier of water where the State determines such data is applicable to a particular community water system.

(5) If the average annual maximum contaminant level for man-made radioactivity set forth in § 141.16 is exceeded, the operator of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and to the public as required by § 141.32. Monitoring at monthly intervals shall be continued until the concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.27 Alternative analytical techniques.

With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency, an alternative analytical technique may be employed. An alternative technique shall be acceptable only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any maximum contaminant level. The use of the alternative analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

§ 141.28 Approved laboratories.

For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity and free chlorine residual may be performed by any person acceptable to the State.

§ 141.29 Monitoring of consecutive public water systems.

When a public water system supplies water to one or more other public water systems, the State may modify the monitoring requirements imposed by this part to the extent that the interconnection of the systems justifies treating them as a single system for monitoring purposes. Any modified monitoring shall be conducted pursuant to a schedule specified by the State and concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency.

§ 141.30 Total trihalomethanes sampling, analytical and other requirements.

(a) Community water system which serve a population of 10,000 or more individuals and which add a disinfectant (oxidant) to the water in any part of the drinking water treatment process shall analyze for total trihalomethanes in accordance with this section. For systems serving 75,000 or more individuals, sampling and analyses shall begin not later than 1 year after the date of promulgation of this regulation. For systems serving 10,000 to 74,999 individuals, sampling and analyses shall begin not later than 3 years after the date of promulgation of this regulation. For the purpose of this section, the minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. All samples taken within an established frequency shall be collected within a 24-hour period.

(b)(1) For all community water systems utilizing surface water sources in whole or in part, and for all community water systems utilizing only ground water sources that have not been determined by the State to qualify for the monitoring requirements of paragraph (c) of this section, analyses for total trihalomethanes shall be performed at quarterly intervals on at least four water samples for each treatment plant used by the system. At least 25 percent of the samples shall be taken at locations within the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The remaining 75 percent shall be taken at representative locations in the distribution system, taking into account number of persons served, different sources of water and different treatment methods employed. The results of all analyses per quarter shall be arithmetically averaged and reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used in the computation of the average, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in accordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) Upon the written request of a community water system, the monitoring frequency required by paragraph (b)(1) of this section may be reduced by the State to a minimum of one sample analyzed for TTHMs per quarter taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system, upon a written determination by the State that the data from at least 1 year of monitoring in accordance with paragraph (b)(1) of this section and local conditions demonstrate that total trihalomethane concentrations will be consistently below the maximum contaminant level.

(3) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under this paragraph applies, the results from any analysis exceed 0.10 mg/l of TTHMs and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, or if the system makes any significant change to its source of water or treatment program, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b)(1) of this section, which monitoring shall continue for at least 1 year before the frequency may be reduced again. At the option of the State, a system's monitoring frequency may and should be increased above the minimum in those cases where it is necessary to detect variations of TTHM levels within the distribution system.

(c)(1) Upon written request to the State, a community water system utilizing only ground water sources may seek to have the monitoring frequency required by subparagraph (1) of paragraph (b) of this section reduced to a minimum of one sample for maximum TTHM potential per year for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system. The system shall submit to the State the results of at least one sample analyzed for maximum TTHM potential for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The system's monitoring frequency may only be reduced upon a written determination by the State that, based upon the data submitted by the system, the system has a maximum TTHM potential of less than 0.10 mg/l and that, based upon an assessment of the local conditions of the system, the system is not likely to approach or exceed the maximum contaminant level for total TTHMs. The results of all analyses shall be reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used for determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in ac-

cordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under paragraph (c)(1) of this section applies, the results from any analysis taken by the system for maximum TTHM potential are equal to or greater than 0.10 mg/l, and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b) of this section and such monitoring shall continue for at least one year before the frequency may be reduced again. In the event of any significant change to the system's raw water or treatment program, the system shall immediately analyze an additional sample for maximum TTHM potential taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system for the purpose of determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section. At the option of the State, monitoring frequencies may and should be increased above the minimum in those cases where this is necessary to detect variation of TTHM levels within the distribution system.

(d) Compliance with § 141.12(c) shall be determined based on a running annual average of quarterly samples collected by the system as prescribed in subparagraphs (1) or (2) of paragraph (b) of this section. If the average of samples covering any 12 month period exceeds the Maximum Contaminant Level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and notify the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(e) Sampling and analyses made pursuant to this section shall be conducted by one of the following EPA approved methods:

(1) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Waters by the Purge and Trap Method," Method 501.1, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

(2) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Water by Liquid/Liquid Extraction,"Method 501.2, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

Samples for TTHM shall be dechlorinated upon collection to prevent further production of Trihalomethanes, according to the procedures described in the above two methods. Samples for maximum TTHM potential should not be dechlorinated, and should be held for seven days at 25° C (or above) prior to analysis, according to the procedures described in the above two methods.

(f) Before a community water system makes any significant modifications to its existing treatment process for the purposes of achieving compliance with § 141.12(c), such system must submit and obtain State approval of a detailed plan setting forth its proposed modification and those safeguards that it will implement to ensure that the bacteriological quality of the drinking water served by such system will not be adversely affected by such modification. Each system shall comply with the provisions set forth in the State-approved plan. At a minimum, A State approved plan shall require the system modifying its disinfection practice to:

(1) Evaluate the water system for sanitary defects and evaluate the source water for biological quality;

(2) Evaluate its existing treatment practices and consider improvements that will minimize disinfectant demand and optimize finished water quality throughout the distribution system;

(3) Provide baseline water quality survey data of the distribution system. Such data should include the results from monitoring for coliform and fecal coliform bacteria, fecal streptococci, standard plate counts at 35° C and 20° C, phosphate, ammonia nitrogen and total organic carbon. Virus studies should be required where source waters are heavily contaminated with sewage effluent;

(4) Conduct additional monitoring to assure continued maintenance of optimal biological quality in finished water, for example, when chloramines

are introduced as disinfectants or when pre-chlorination is being discontinued. Additional monitoring should also be required by the State for chlorate, chlorite and chlorine dioxide when chlorine dioxide is used. Standard plate count analyses should also be required by the State as appropriate before and after any modifications;

(5) Consider inclusion in the plan of provisions to maintain an active disinfectant residual throughout the distribution system at all times during and after the modification.

[44 FR 68641, Nov. 29, 1979, as amended at 45 FR 15545, 15547, Mar. 11, 1980]

APPENDIX A—SUMMARY OF PUBLIC COMMENTS AND EPA RESPONSES ON PROPOSED AMENDMENTS TO THE NATIONAL INTERIM PRIMARY DRINKING WATER REGULATIONS FOR CONTROL OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER

[44 FR 68642, Nov. 29, 1979]

APPENDIX B—SUMMARY OF MAJOR COMMENTS (FOR RESPONSES, SEE APPENDIX A)

[44 FR 68666, Nov. 29, 1979]

EDITORIAL NOTE: At 44 FR 68642 and 68666, Appendices A and B were published in the FEDERAL REGISTER but are not being codified in the Code of Federal Regulations.

APPENDIX C—ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES

PART I: THE ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER BY THE PURGE AND TRAP METHOD

1. *Scope*

1.1 This method (1) is applicable in the determination of four trihalomethanes, i.e. chloroform, dichlorobromomethane, dibromochloromethane, and bromoform in finished drinking water, raw source water, or drinking water in any stage of treatment. The concentration of these four compounds is totaled to determine total trihalomethanes (TTHM).

1.2 For compounds other than the above-mentioned trihalomethanes, or for other sample sources, the analyst must demonstrate the usefulness of the method by collecting precision and accuracy data on actual samples as described (2).

1.3 Although the actual detection limits are highly dependent upon the gas chromatographic column and detector employed, the method can be used over a concentration range of approximately 0.5 to 1500 micrograms per liter.

1.4 Well in excess of 100 different water supplies have been analyzed using this method. Supplementary analyses using gas chromatography mass spectrometry (GC/MS) have shown that there is no evidence of interference in the determination of trihalomethanes (3). For this reason, it is not necessary to analyze the raw source water as is required with the Liquid/Liquid Extraction Method (4).

2. *Summary*

2.2 Trihalomethanes are extracted by an inert gas which is bubbled through the aqueous sample. The trihalomethanes, along with other organic constituents which exhibit low water solubility and a vapor pressure significantly greater than water, are efficiently transferred from the aqueous phase to the gaseous phase. These compounds are swept from the purging device and are trapped in a short column containing a suitable sorbent. After a predetermined period of time, the trapped components are thermally desorbed and backflushed onto the head of a gas chromatographic column and separated under programmed conditions. Measurement is accomplished with a halogen specific detector such as electrolytic conductivity or microcoulometric titration.

2.3 Confirmatory analyses are performed using dissimilar columns, or by mass spectrometry (5).

2.4 Aqueous standards and unknowns are extracted and analyzed under identical conditions in order to compensate for extraction losses.

2.5 The total analysis time, assuming the absence of other organohalides, is approximately 35 minutes per sample.

3. *Interferences*

3.1 Impurities contained in the purge gas and organic compounds outgasing from the plumbing ahead of the trap usually account for the majority of contamination problems. The presence of such inteferences are easily monitored as a part of the quality control program. Sample blanks are normally run between each set of

samples. When a positive trihalomethane response is noted in the sample blank, the analyst should analyze a method blank. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing in the normal manner.

If any trihalomethane is noted in the method blank in excess of 0.4 μg/l, the analyst should change the purge gas source and regenerate the molecular sieve purge gas filter. *Subtracting the blank values is not recommended.* The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components should be avoided since such materials generally out-gas organic compounds which will be concentrated in the trap during the purge operation. Such out-gasing problems are common whenever new equipment is put into service; as time progresses, minor out-gasing problems generally cure themselves.

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been noted and attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal and into the sample during shipment and storage. The sample blank is used as a monitor for this problem.

3.3 For compounds that are not efficiently purged, such as bromoform, small variations in sample volume, purge time, purge flow rate, or purge temperature can affect the analytical result. Therefore, samples and standards must be analyzed under identical conditions.

3.4 Cross-contamination can occur whenever high-level and low-level samples are sequentially analyzed. To reduce this likelihood, the purging device and sample syringe should be rinsed twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it is highly recommended that it be followed by a sample blank analysis to ensure that sample cross contamination does not occur. For samples containing large amounts of water soluble materials, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

3.5 Qualitative misidentifications are a problem in using gas chromatographic analysis. Whenever samples whose qualitative nature is unknown are analyzed, the following precautionary measures should be incorporated into the analysis.

3.5.1 Perform duplicate analyses using the two recommended columns (4.2.1 and 4.2.2) which provide different retention order and retention times for the trihalomethanes and other organohalides.

3.5.2 Whenever possible, use GC/MS techniques which provide unequivocal qualitative identifications (5).

4. *Apparatus*

4.1 The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. Construction details for a purging device and an easily automated trap-desorber hybrid which has proven to be exceptionally efficient and reproducible are shown in Figures 1 through 4 and described in 4.1.1. through 4.1.3. An earlier acceptable version of the above-mentioned equipment is described in (1).

4.1.1 Purging Device—Construction details are given in Figure 1 for an all-glass 5 ml purging device. The glass frit installed at the base of the sample chamber allows finely divided gas bubbles to pass through the sample while the sample is restrained above the frit. Gaseous volumes above the sample are kept to a minimum to eliminate dead volume effects, yet allowing sufficient space for most foams to disperse. The inlet and exit ports are constructed from heavy-walled ¼-inch glass tubing so that leak-free removable connections can be made using "finger-tight" compression fittings containing Teflon ferrules. The removable foam trap is used to control samples that foam.

4.1.2 Trapping Device—The trap (Figure 2) is a short gas chromatographic column which at <35° C retards the flow of the compounds of interest while venting the purge gas and, depending on which sorbent is used, much of the water vapor. The trap should be constructed with a low thermal mass so that it can be heated to 180° C in less than 1 minute for efficient desorption, then rapidly cooled to room temperature for recycling. Variations in the trap ID, wall thick-

ness, sorbents, sorbent packing order, and sorbent mass could adversely affect the trapping and desorption efficiencies for compounds discussed in this text. For this reason, it is important to faithfully reproduce the trap configurations recommended in Figure 2. Traps containing Tenax only, or combinations of Tenax and other sorbents are acceptable for this analysis.

4.1.3 Desorber assembly—Details for the desorber are shown in Figures 3, and 4. With the 6-port valve in the Purge Sorb position (Figure 3), the effluent from the purging device passes through the trap where the flow rate of the organics is retarded. The GC carrier gas also passes through the 6-port valve and is returned to the GC. With the 6-port valve in the Purge-Sorb position, the operation of the GC is in no way impaired; therefore, routine liquid injection analyses can be performed using the gas chromatograph. After the sample has been purged, the 6-port valve is turned to the desorb position (Figure 4). In this configuration the trap is coupled in series with the gas chromatographic column allowing the carrier gas to backflush the trapped materials into the analytical column. Just as the valve is actuated, the power is turned on to the resistance wire wrapped around the trap. The power is supplied by an electronic temperature controller. Using this device, the trap is rapidly heated to 180° C and then maintained at 180° C with minimal temperature overshoot. The trapped compounds are released as a "plug" to the gas chromatograph. Normally, packed columns with theoretical efficiencies near 500 plates/foot under programmed temperature conditions can accept such desorb injections without altering peak geometry. Substituting a non-controlled power supply, such as a manually-operated variable transformer, will provide nonreproductible retention times and poor quantitative data unless Injection Procedure (8.9.2) is used.

4.1.4 Several Purge and Trap Devices are now commercially available. It is recommended that the following be taken into consideration if a unit is to be purchased:

a. Be sure that the unit is completely compatible with the gas chromatograph to be used for the analysis.

b. Use a 5-ml purging device similar to that shown in Figure 1.

c. Be sure the Tenax portion of the trap meets or exceeds the dimensions shown in Figure 2.

d. With the exception of sample introduction, select a unit that has as many of the purge trap functions automated as possible.

4.2 Gas chromatograph—The chromatograph must be temperature programmable and equipped with a halide specific detector.

4.2.1 Column 1 is an unusually efficient column which provides outstanding separations for a wide variety of organic compounds. Because of its ability to resolve trihalomethanes from other organochlorine compounds, column I should be used as the primary analytical column (see Table 1 for retention data using this column).

4.2.1.1 Column I parameters: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—1% SP-1000 on Carbopack-B (60/80) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence: 45° C isothermal for 3 minutes, program at 8° C/minute to 220° C then hold for 15 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-B packing. This results in tailing peak geometry and poor resolution of many constituents. To correct this, pack the first 5 cm of the column with 3% SP-1000 on Chromosorb-W 80/80 followed by the Carbopack-B packing. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 220° C overnight. Pneumatic shocks and rough treatment of packed columns will cause excessive fracturing of the Carbopack. If pressure in excess of 60 psi is required to obtain 40 ml/minute carrier flow, then the column should be repacked.

4.2.1.2 Acceptable column equivalent to Column I: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—0.2% Carbowax 1500 on Carbopack-C (80/100) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence—60° C isothermal for 3 minutes, program at

8° C /minute to 160° C, then hold for 2 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-C packing. This results in poor resolution of constituents and poor peak geometry. To correct this, place a 1 ft, 0.125 in. OD x 0.1 in. ID stainless steel column packed with 3% Carbowax 1500 on Chromosorb-W 60/80 mesh in series before the Carbopack-C column. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 190° C overnight. The two columns may be retained in series for routine analyses. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

4.2.2 Column II provides unique organohalide-trihalomethane separations when compared to those obtained from Column I (see Figures 5 and 6). However, since the resolution between various compounds is generally not as good as those with Column I, it is recommended that Column II be used as a qualitative confirmatory column for unknown samples when GC/MS confirmation is not possible.

4.2.2.1 Column II parameters: Dimensions—6 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass. Packing—n-octane on Porisil-C (100/120 mesh). Carrier Gas—helium at 40 cc/minute. Temperature program sequence—50° C isothermal for 3 minutes, program at 6°/minute to 170° C, then hold for 4 minutes or until all compounds have eluted. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

5.8 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap analysis.

5.8.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon. Change the activated carbon bed whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.8.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free water.

5.8.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow-mouth screw-cap bottle with a Teflon seal.

5.8.4 Test organic free water each day it is used by analyzing according to Section 8.

5.9 Standards.*

5.9.1 Bromoform—96%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical Inc., Columbia, S.C.

5.9.4 Chloroform—99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.10 Standard Stock Solutions

5.10.1 Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a ground glass stoppered 10 ml volumetric flask.

5.10.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried.

5.10.3 Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.10.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.10.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.10.6 Transfer the solution to a dated and labeled 15 ml screw cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.10.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.10.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.11 Aqueous Calibration Standard Precautions.

* As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays (5).

5.11.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed.

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use of 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 8.5.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples or aqueous standards.

g. Aqueous standards when stored with a headspace are not stable and should be discarded after one hour.

h. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4 and 8.6.

5.11.2 Prepare, from the standard stock solutions, secondary dilution mixtures in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml or organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (±10%) to that of the sample (See 9.1).

5.11.3 Purge and analyse the aqueous calibration standards in the same manner as the samples.

5.11.4 Other calibration procedures (3) which require the delivery of less than 20 μl of a methanolic standard into a 5.0 ml volume of water already contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (6).

5.12 Quality Check Standard (2.0 μg/l)

5.12.1 From the standard stock solutions, prepare a secondary dilution in methyl alcohol containing 10 ng/μl of each trihalomethane (See Section 5.10.8 Note).

5.12.2 Daily, inject 20.0 μl of this mixture into 100.0 ml of organic-free water and analyze according to Section 8.

6. *Sample Collection and Handling*

6.1. The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow mouth screw cap bottles with the TFE fluorocarbon face silicone septa cap liners are strongly recommended.

6.2 Sample Bottle Preparation

6.2.1 Wash all sample bottles and TFE seals in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry at room temperature, then place in a 105° C oven for one hour, then allow to cool in a area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended period of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample Stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.8) is added to the sample in order to arrest the formation of trihalo-methanes after sample collection (3, 7). *Do not add the reducing agent to samples when data on maximum trihalomethane formation is desired.* If chemical stabilization is employed, the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added to the empty sample bottles just prior to shipping to the sampling site.

6.4 Sample Collection

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottles so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 Sampling from a water tap.

6.4.5.1 Turn on water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized. Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.6 Sampling from an open body of water.

6.4.6.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representa-

tive area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as noted in 6.4.2.

6.4.7 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.8 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.8.1 Open the bottle and fill to overflowing, place on a level surface, position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.8.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample and reseal the bottle as above.

6.4.9 Blanks.

6.4.9.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.9.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of stabilization reagent to the blanks.

6.4.9.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.9.4 Store the blanks and the samples collected at a given site (sample set) together. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, the duplicate raw source waters, the duplicate finished waters and the duplicate blank samples comprise the sample set).

6.5 When samples have been collected according to Section 6, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of storage time (3). It is recommended that all samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Conditioning Traps*

7.1 Condition newly packed traps overnight at 180° C with an inert gas flow of at least 20 ml/min.

7.1.1 Vent the trap effluent to the room, not to the analytical column.

7.2 Prior to daily use, condition traps 10 minutes while backflushing at 180° C. It may be beneficial to routinely condition traps overnight while backflushing at 180° C.

7.2.1 The trap may be vented to the analytical column; however, after conditioning, the column must be programmed prior to use.

8. *Extraction and Analysis*

8.1 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min.

8.2 Attach the trap inlet to the purging device. Turn the valve to the purge-sorb position (Figure 3).

8.3 Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

8.4 Remove the plungers from two 5 ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

8.5 Open the sample bottle and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Close the valve.

8.6 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This second syringe is reserved for a duplicate analysis, if necessary (See Sections 9.3 and 9.4).

8.7 Attach the syringe-valve assembly to the syringe valve on the purging device.

8.8 Open the syringe valve and inject the sample into the purging chamber. Close both valves. Purge the sample for 11.0±.05 minutes.

8.9 After the 11-minute purge time, attach the trap to the chromatograph (turn the valve to the desorb position) and introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while backflushing the trap with an inert gas between 20 and 60 ml/min for 4 minutes.

8.9.1 If the trap can be rapidly heated to 180°C and maintained at this temperature, the GC analysis can begin as the sample is desorbed, i.e., the column is at the initial 45°C operating temperature. The equipment described in Figure 4 will perform accordingly.

8.9.2 With other types of equipment (see Section 4.1.4 and Reference 1) where the trap is not rapidly heated or is not heated in a reproducible

manner, it may be necessary to transfer the contents of the trap into the analytical column at <30°C where it is once again trapped. Once the transfer is complete (4 minutes), the column is rapidly heated to the initial operating temperature for analysis.

8.9.3 If injection procedure 8.9.1 is used and the early eluting peaks in the resulting chromatogram have poor geometry or variable retention times, then Section 8.9.2 should be used.

8.10 After the extracted sample is introduced into the gas chromatograph, empty the gas purging device using the sample introduction syringe, followed by two 5-ml flushes of organic-free water. When the purging device is emptied, leave the syringe valve open allowing the purge gas to vent through the sample introduction needle.

8.11 Analyze each sample and sample blank from the sample set in an identical manner (see Section 6.4.9.4) on the same day.

8.12 Prepare calibration standards from the standard stock solutions (Section 5.10) in organic-free water that are close to the unknown in trihalomethane composition and concentration (Section 9.1). The concentrations should be such that only 20 μl or less of the secondary dilution need be added to 100 ml of organic-free water to produce a standard at the same level as the unknown.

8.13 As an alternative to Section 8.12, prepare a calibration curve for each trihalomethane containing at least 3 points, two of which must bracket the unknown.

9. *Analytical Quality Control*

9.1 Analyze the 2 μg/l check sample daily before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at five times the noise level are obtained from these data. In addition, response factor data obtained from the 2 μg/l check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information, the appropriate standard dilutions can be determined.

9.2 Analyze the sample blank to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.4.

9.3 Spiked Samples

9.3.1 For laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample should be a laboratory generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.3.2 For laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least 1 laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

9.4.1 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

9.5 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 9.3 and 9.4. If results are significantly different than those cited in Section 11.1, the analyst should check out the entire analyses scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

9.6 Quarterly, spike an EMSL-Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

9.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not then the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem (Section 5.9, 5.10, and 5.11).

9.7 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

9.7.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

9.7.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall with 10% of an established norm, the system is "out of control."

The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

10. *Calculations*

10.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 9.7.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 9.7.1 for single column identification.

10.2 Calculate the concentration of the samples by comparing the peak height or peak areas of the samples to the standard peak height (8.12). Round off the data to the nearest μg/l or two significant figures.

$$\mu g/l = \frac{\text{peak height sample}}{\text{peak height standard}} \times (\text{conc. std. } \mu g/l)$$

10.3 Report the results obtained from the lower limit of detection estimates along with the data for the samples.

10.4 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l. TTHM (μg/l)=(Conc. $CHCl_3$)+(Conc. $CHBrCl_2$)+(Conc. $CHBr_2Cl$)+(Conc. $CHBr_3$).

10.5 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{A \times ATT}{B \times ATT} \quad (2\ \mu g/l)$$

where B=peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A=5 times the noise level in (mm) at the exact retention time of the trihalomethane or the baseline displacement in (mm) from the theoretical zero at the exact retention time of the trihalomethane.

ATT=Attenuation factor

11. *Accuracy and Precision*

11.1 One liter of organic-free water was spiked with the trihalomethanes and used to fill septum seal vials which were stored under ambient conditions. The spiked samples were randomly analyzed over a 2-week period of time. The single laboratory data listed in Table II reflect the errors due to the analytical procedure and storage.

REFERENCES

1. Bellar, T. A., J. J. Lichtenberg. Determining Volatile Organics at the Microgram per Litre Levels by Gas Chromatography, Journal AWWA., *66*, 739 (December 1974).

2. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

3. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compoundr, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 398, 1977.

4. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Liquid/Liquid Extraction Method, Method 501.2"—Environmental Monitoring and Support Labortory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

5. Budde, W. L. and J. W. Eichelberger, "Organics Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

6. White, L. D. et al., "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

7. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

TABLE I—*Retention Data for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes			
	Column I 1% sp1000 Carbopack B	Acceptable Alternative to column I 0.4% Carbowax Carbopack	Column II n-octane Porsil-C	
Chloroform	10.7	6.2	12.2	
Bromodichloromethane	13.7	10.8	14.7	
Chlorodibromomethane (Dibromochloromethane)	16.5	13.2	16.6	
Bromoform	18.8	15.7	18.2	

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chloroform		
1.2	12	1.2	0.14	100
12.0	8	11.	0.16	92
119.0	11	105	7.9	88
		Bromodichloromethane		
1.6	12	1.5	0.05	94
16.0	8	15.	0.39	94
160.0	11	145.	10.2	91

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*—Continued

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chlorodibromomethane		
2.0	12	1.9	0.09	95
20.0	8	18.	0.70	90
196.0	11	185.	10.6	94
		Bromoform		
2.3	12	2.3	0.16	100
23.0	8	23.	1.38	100
231.0	11	223	16.3	97

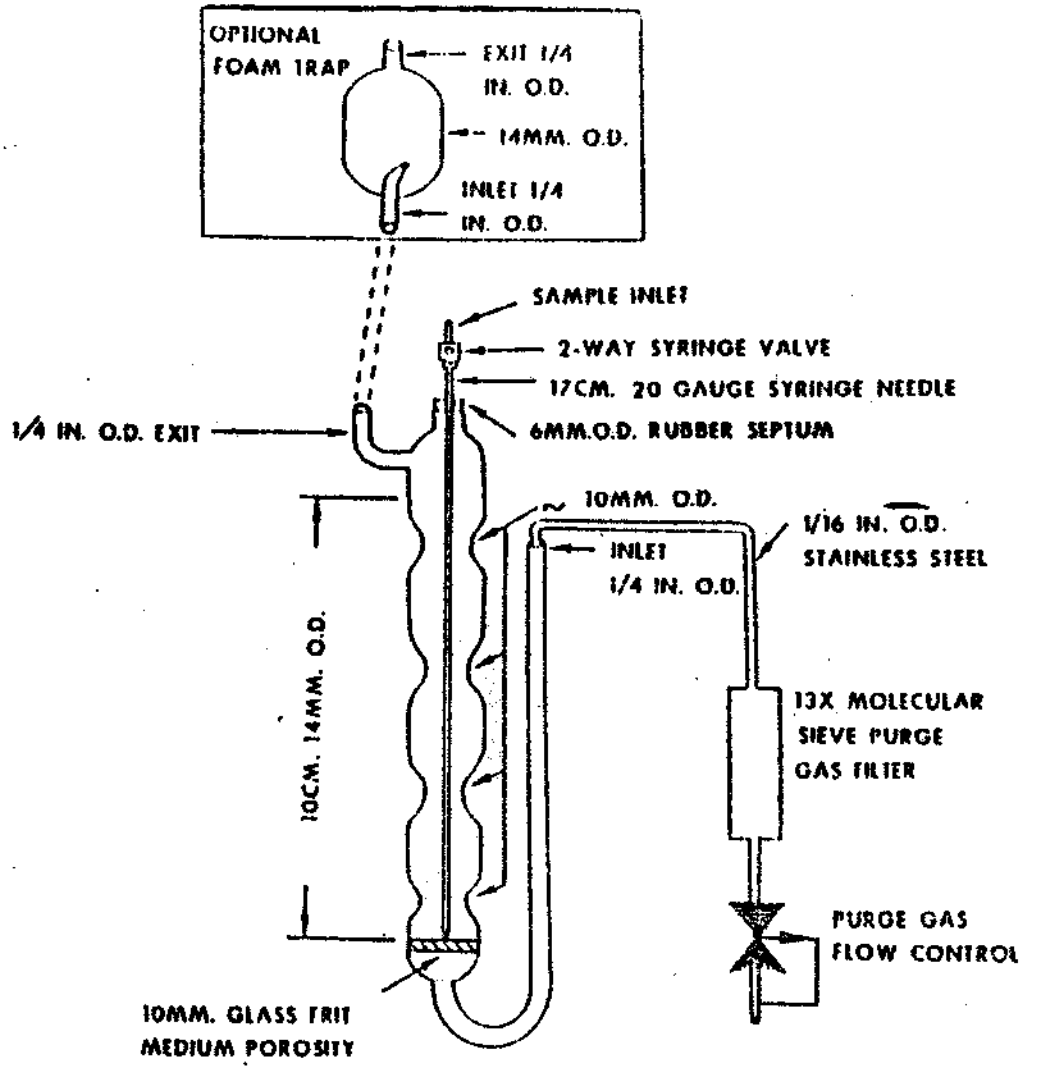


FIGURE 1. PURGING DEVICE

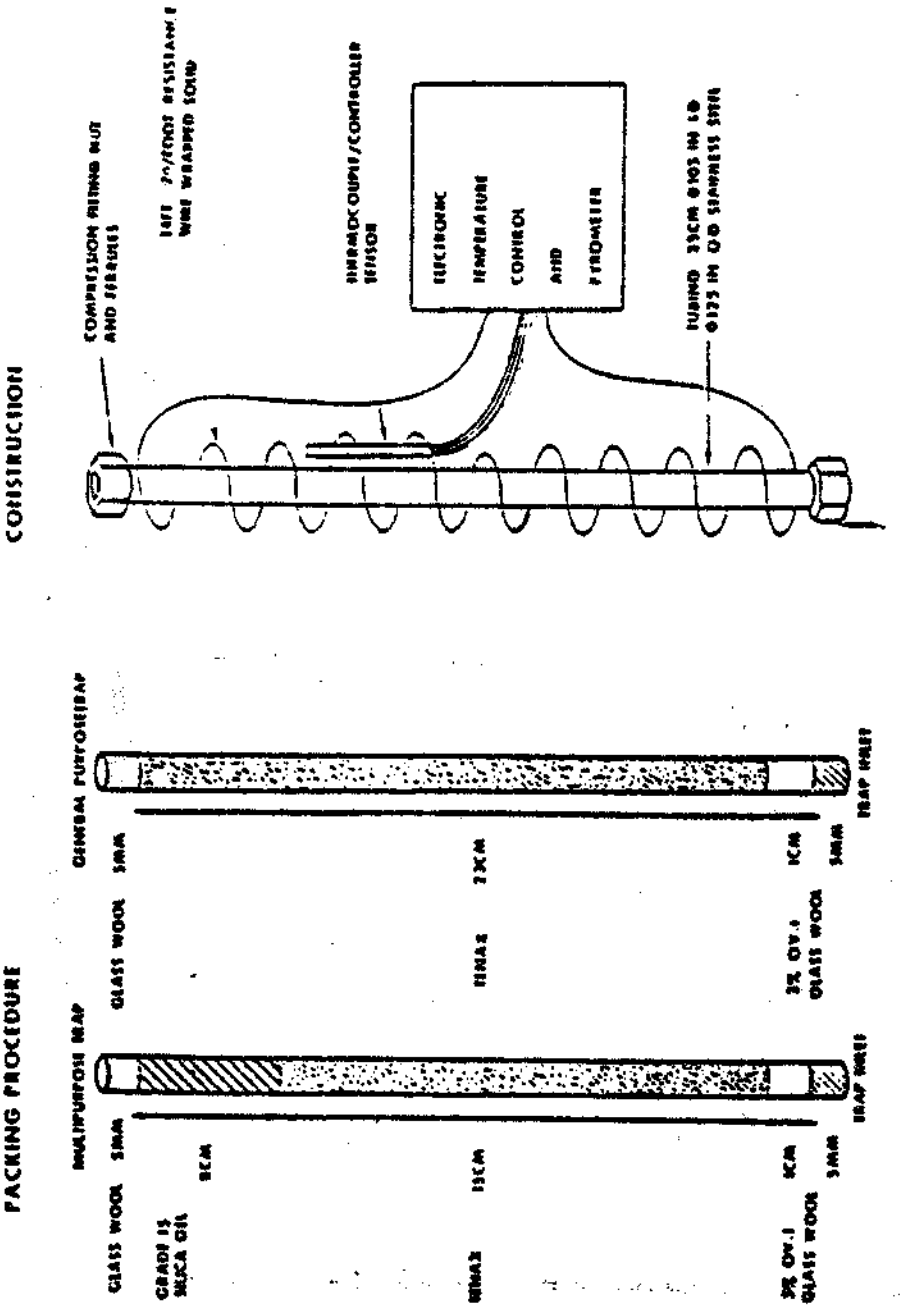


FIGURE 2 TRAP

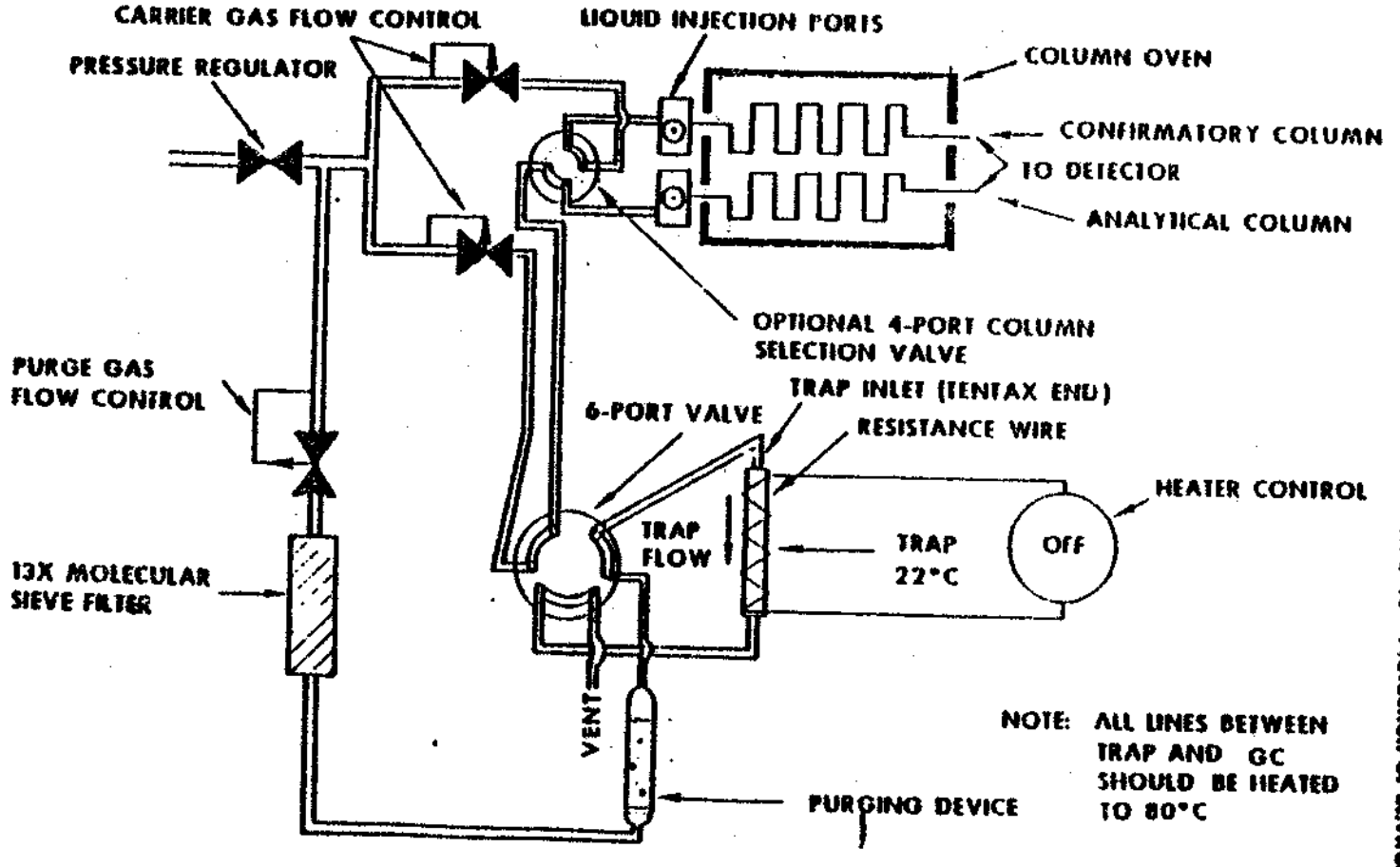


FIGURE 3 PURGE-TRAP SYSTEM (PURGE-SORB MODE)

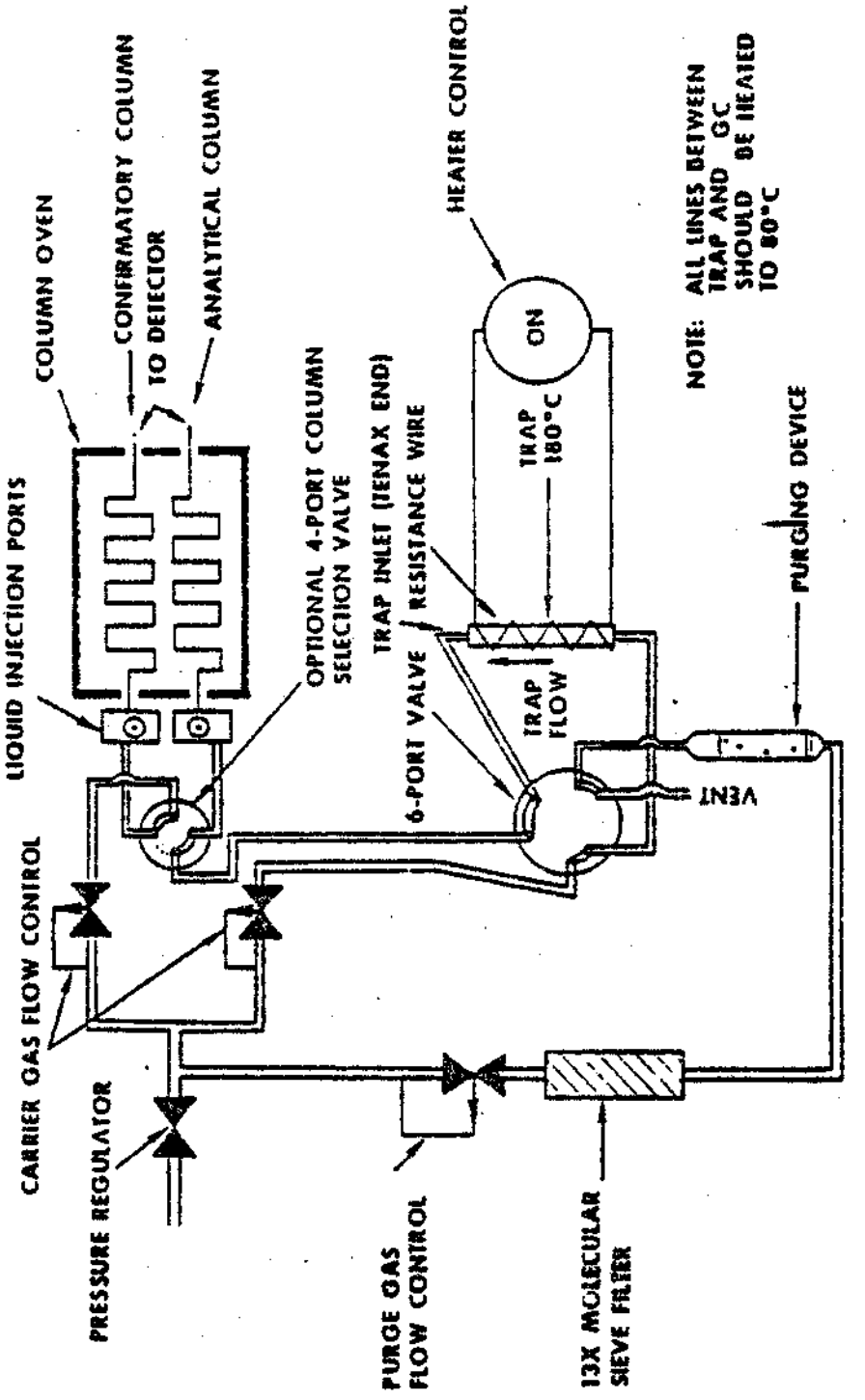


FIGURE 4 PURGE-TRAP SYSTEM (DESORB MODE)

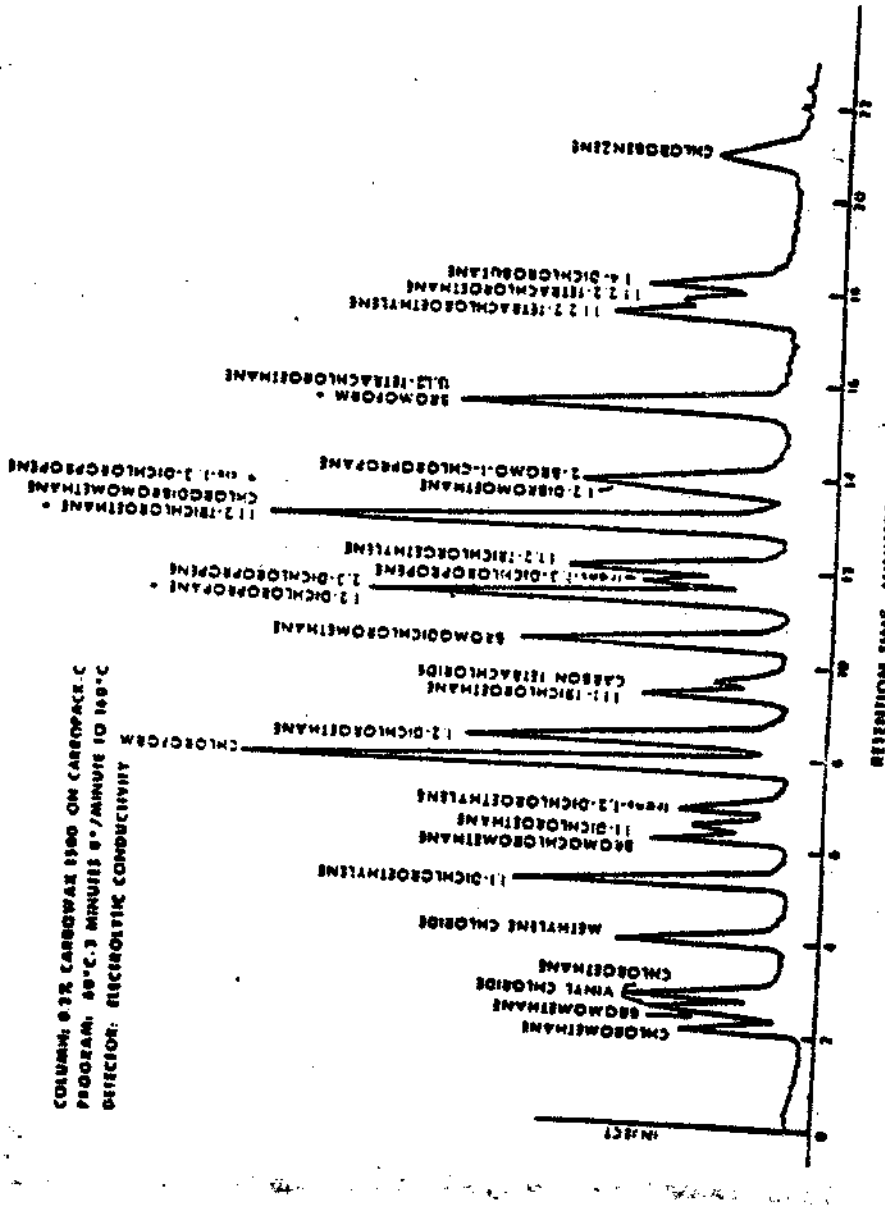


FIGURE 5 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

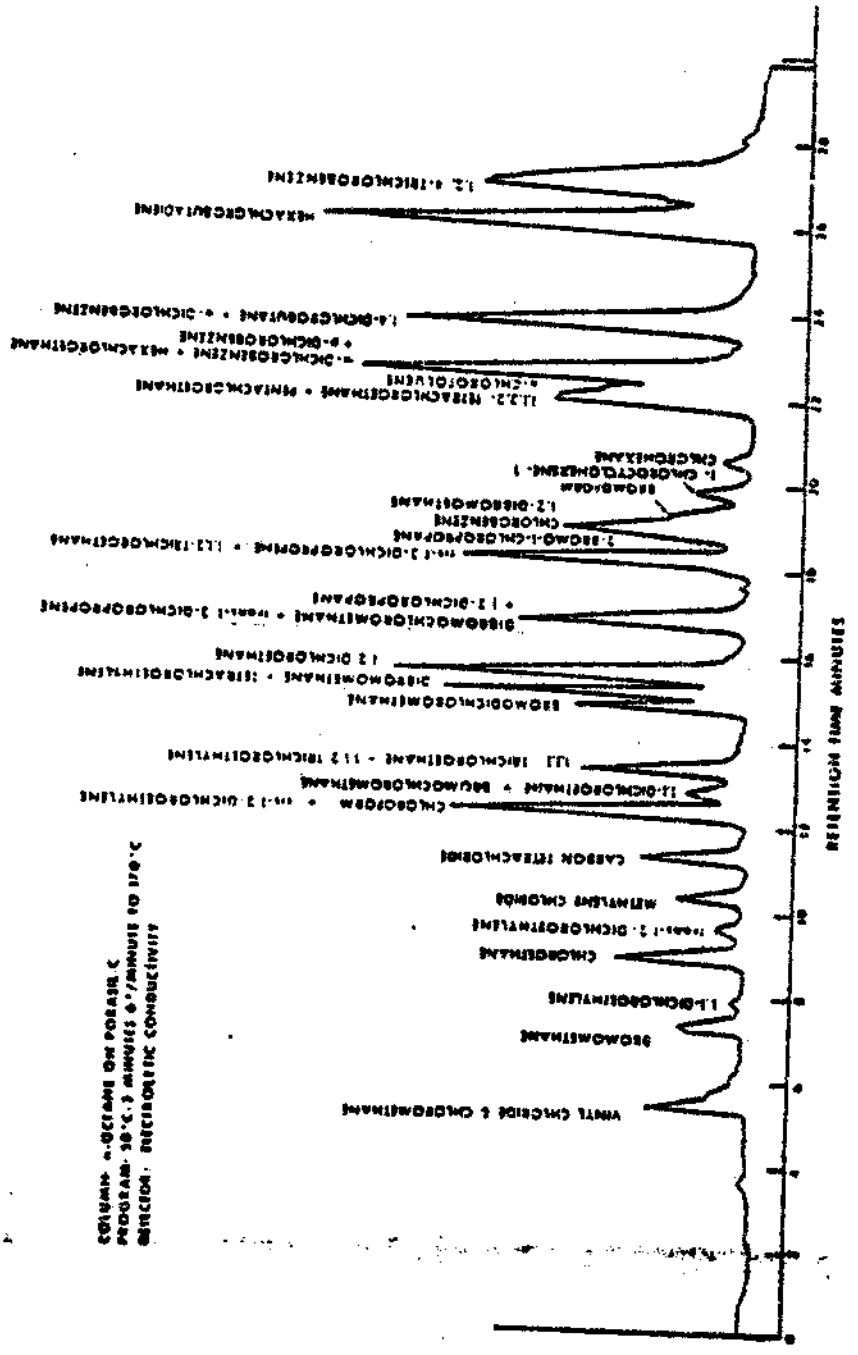


FIGURE 6 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

PART II: ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER BY LIQUID/LIQUID EXTRACTION

1. *Scope.*

1.1 This method (1,2) is applicable only to the determination of four trihalomethanes, i.e., chloroform, bromodichloromethane, chlorodibromomethane, and bromoform in finished drinking water, drinking water during intermediate stages of treatment, and the raw source water.

1.2 For compounds other than the above-mentioned trihalomethanes, or for other sample sources, the analyst must demonstrate the usefulness of the method by collecting precision and accuracy data on actual samples as described in (3) and provide qualitative confirmation of results by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) (4).

1.3 Qualitative analyses using GC/MS or the purge and trap method (5) must be performed to characterize each raw source water if peaks appear as interferences in the raw source analysis.

1.4 The method has been shown to be useful for the trihalomethanes over a concentration range from approximately 0.5 to 200 μg/l. Actual detection limits are highly dependent upon the characteristics of the gas chromatographic system used.

2. *Summary*

2.1 Ten milliliters of sample are extracted one time with 2 ml of solvent. Three μl of the extract are then injected into a gas chromatograph equipped with a linearized electron capture detector for separation and analysis.

2.2 The extraction and analysis time is 10 to 50 minutes per sample depending upon the analytical conditions chosen. (See Table 1 and Figures 1, 2, and 3.)

2.3 Confirmatory evidence is obtained using dissimilar columns and temperature programming. When component concentrations are sufficiently high (>50 μg/l), halogen specific detectors may be employed for improved specificity.

2.4 Unequivocal confirmatory analyses at high levels (>50 μg/l) can be performed using GC/MS in place of the electron capture detector. At levels below 50 μg/l, unequivocal confirmation can only be performed by the purge and trap technique using GC/MS (4, 5).

2.5 Standards dosed into organic free water and the samples are extracted and analyzed in an identical manner in order to compensate for possible extraction losses.

2.6 The concentration of each trihalomethane is summed and reported as total trihalomethanes in μg/l.

3. *Interferences*

3.1 Impurities contained in the extracting solvent usually account for the majority of the analytical problems. Solvent blanks should be analyzed before a new bottle of solvent is used to extract samples. Indirect daily checks on the extracting solvent are obtained by monitoring the sample blanks (6.4.10). Whenever an interference is noted in the sample blank, the analyst should reanalyze the extracting solvent. The extraction solvent should be discarded whenever a high level (>10 μg/l) of interfering compounds are traced to it. Low level interferences generally can be removed by distillation or column chromatography (6); however, it is generally more economical to obtain a new source of solvent or select one of the approved alternative solvents listed in Section 5.1. Interference free solvent is defined as a solvent containing less than 0.4 μg/l individual trihalomethane interference. Protect interference-free solvents by storing in a non-laboratory area known to be free of organochlorine solvents. *Subtracting blank values is not recommended.*

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal on the sample bottle during shipment and storage. The sample blank (6.4.10) is used to monitor for this problem.

3.3 This liquid/liquid extraction technique efficiently extracts a wide boiling range of non-polar organic compounds and, in addition, extracts the polar organic components of the sample with varying efficiencies. In order to perform the trihalomethane analysis as rapidly as possible with

sensitivities in the low μg/l range, it is necessary to use the semi-specific electron capture detector and chromatographic columns which have relatively poor resolving power. Because of these concessions, the probability of experiencing chromatographic interferences is high. Trihalomethanes are primarily products of the chlorination process and generally do not appear in the raw source water. The absence of peaks in the raw source water analysis with retention times similar to the trihalomethanes is generally adequate evidence of an interference-free finished drinking water analysis. Because of these possible interferences, in addition to each finished drinking water analysis, a representative raw source water (6.4.5) must be analyzed. When potential interferences are noted in the raw source water analysis, the alternate chromatographic columns must be used to reanalyze the sample set. If interferences are still noted, qualitative identifications should be performed according to Sections 2.3 and 2.4. If the peaks are confirmed to be other than trihalomethanes and add significantly to the total trihalomethane value in the finished drinking water analysis, then the sample set must be analyzed by the purge and trap method (5).

4. Apparatus

4.1 Extraction vessel—A 15 ml total volume glass vessel with a Teflon lined screw-cap is required to efficiently extract the samples.

4.1.1 For samples that do not form emulsions 10 ml screw-cap flasks with a Teflon faced septum (total volume is ml) are recommended. Flasks and caps—Pierce—#13310 or equivalent. Septa—Teflon silicone—Pierce #12718 or equivalent.

4.1.2 For samples that form emulsions (turbid source water) 15 ml screw cap centrifuge tubes with a Teflon cap liner are recommended. Centrifuge tube—Corning 8062-15 or equivalent.

4.2 Sampling containers—40 ml screw cap sealed with Teflon faced silicone septa. Vials and caps—Pierce #13075 or equivalent. Septa—Pierce #12722 or equivalent.

4.3 Micro syringes—10, 100 μl.

4.4 Micro syringe—25 μl with a 2-inch by 0.006-inch needle—Hamilton 702N or equivalent.

4.5 Syringes—10 ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).

4.6 Syringe valve—2-way with luer ends (2 each)—Hamilton #86570—1FM1 or equivalent.

4.7 Pipette—2.0 ml transfer.

4.8 Glass stoppered volumetric flasks—10 and 100 ml.

4.9 Gas chromatograph with linearized electron capture detector. (Recommended option—temperature programmable. See Section 4.12.)

4.10 Column A—4 mm ID x 2m long glass packed with 3% SP-1000 on Supelcoport (100/120 mesh) operated at 50°C with 60 ml/min flow. (See Figure 1 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.11 Column B—2 mm ID x 2m long glass packed with 10% squalane on Chromosorb WAW (80/100 mesh) operated at 67°C with 25 ml/min flow. This column is recommended as the primary analytical column. Trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane. (See Figure 2 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.12 Column C—2 mm ID x 3m long glass packed with 5% OV-11/4% SP-2100 on Supelcoport (100/120 mesh) temperature program 45°C for 12 minutes, then program at 1°/minute to 70°C with a 25 ml/min flow. (See Figure 3 for a sample chromatogram and Table I for retention data.)

4.13 Standard storage containers—15 ml amber screw-cap septum bottles with Teflon faced silicone septa. Bottles and caps—Pierce #19830 or equivalent. Septa—Pierce #12716 or equivalent.

5. Reagents

5.1 Extraction solvent—(See 3.1). Recommended—Pentane[*]. Alterna-

[*] Pentane has been selected as the best solvent for this analysis because it elutes, on all of the columns, well before any of the trihalomethanes. High altitudes or laboratory temperatures in excess of 75°F may make the use of this solvent impractical. For these reasons, alternative solvents are acceptable; however, the analyst may expe-

Footnotes continued on next page

tive—hexane, methylcyclohexane or 2,2,4-trimethylpentane.

5.2 Methyl alcohol—ACS Reagent Grade.

5.3 Free and combined chlorine reducing agents—Sodium thiosulfate ACS Reagent Grade—sodium sulfite ACS Reagent Grade.

5.4 Activated carbon—Filtrasorb—200, available from Calgon Corporation, Pittsburgh, PA, or equivalent.

5.5 Standards.*

5.5.1 Bromoform 98%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical, Incorporated, Columbia, S.C.

5.5.4 Chloroform 99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.6 Organic-free water—Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the procedure described herein.

5.6.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing carbon. Change the activated carbon whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.6.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free deionized water.

5.6.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant free inert gas through the water at 100 ml/minute for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle with a Teflon seal.

5.6.4 Test organic free water each day it is used by analyzing it according to Section 7.

5.7 Standard stock solutions.

5.7.1 Fill a 10.0 ml ground glass stoppered volumetric flask with approximately 9.8 ml of methyl alcohol.

5.7.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces dry.

5.7.3 Weigh the unstoppered flask to the nearest 0.1 mg.

5.7.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 to 3 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the reference standard falls directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.7.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.7.6 Transfer the standard solution to a dated and labeled 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA-approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.7.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.7.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.8 Aqueous calibration standard precautions.

5.8.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed:

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use a 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

Footnotes continued from last page

rience baseline variances in the elution areas of the trihalomethanes due to coelution of these solvents. The degree of difficulty appears to be dependent upon the design and condition of the electron capture detector. Such problems should be insignificant when concentrations of the coeluting trihalomethane are in excess of 5 μg/l.

*As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 7.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples and aqueous standards.

g. Aqueous standards, when stored with a headspace, are not stable and should be discarded after one hour. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4.9 and 7.2.

5.9 Calibration standards.

5.9.1 Prepare, from the standard stock solutions, a multicomponent secondary dilution mixture in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml of organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (± 25%) to that of the unknown. (See 8.1.)

5.9.2 Alternative calibration procedure.

5.9.2.1 Construct a calibration curve for each trihalomethane containing a minimum of 3 different concentrations. Two of the concentrations must bracket each unknown.

5.9.3 Extract and analyze the aqueous calibration standards in the same manner as the unknowns.

5.9.4 Other calibration procedures (7) which require the delivery of less than 20 μl of methanolic standards to 10.0 ml volumes of water contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (8).

5.10 Quality Check Standard Mixture.

5.10.1 Prepare, from the standard stock solutions, a secondary dilution mixture in methyl alcohol that contains 10.0 ng/μl of each compound. (See 5.7.6 and 5.7.8.)

5.10.2 Daily, prepare and analyze a 2.0 μg/l aqueous dilution from this mixture by dosing 20.0 μl into 100 ml of organic-free water (See Section 8.1).

6. *Sample Collection and Handling.*

6.1 The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow-mouth screw-cap bottles with the TFE fluorocarbon faced silicone septa cap liners are strongly recommended.

6.2 Glassware Preparation.

6.2.1 Wash all sample bottles, TFE seals, and extraction flasks in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry, then place in an 105° C oven for 1 hour, then allow to cool in an area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended periods of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.3) is added to all samples in order to arrest the formation of additional trihalomethanes after sample collection (7,9) and to eliminate the possibility of free chlorine reacting with impurities in the extraction solvent to form interfering organohalides. *DO NOT ADD THE REDUCING AGENT TO SAMPLES AT COLLECTION TIME WHEN DATA FOR MAXIMUM TRIHALOMETHANE FORMATION IS DESIRED.* If chemical stabilization is employed, then the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added in crystalline form to the empty sample bottle just prior to shipping to the sampling site. If chemical stabilization is not employed at sampling time then the reducing agent is added just before extraction.

6.4 Sample Collection.

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 The raw source water sample history should resemble the finished drinking water. The average retention time of the finished drinking water within the water plant should be taken into account when sampling the raw source water.

6.4.6 Sampling from a water tap.

6.4.6.1 Turn on the water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized.

Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.7 Sampling from an open body of water.

6.4.7.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representative area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as in 6.4.

6.4.8 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.9 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.9.1 Open the bottle and fill to overflowing. Place on a level surface. Position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.9.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample, then reseal bottle as above.

6.4.10 Sample blanks.

6.4.10.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.10.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of reducing agent to the blanks.

6.4.10.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.10.4 Store the blanks and the samples, collected at a given site (sample set), together in a protected area known to be free from contamination. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, duplicate raw source water, duplicate finished water and the duplicate sample blanks comprise the sample set).

6.5 When samples are collected and stored under these conditions, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of time (7). It is recommended that the samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Extraction and Analysis.*

7.1 Remove the plungers from two 10-ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

7.2 Open the sample bottle* (or standard) and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residue air while adjusting the sample volume to 10.0 ml. Close the valve.

7.3 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This syringe is reserved for a replicate analysis (see 8.3 and 8.4).

7.4 Pipette 2.0 ml of extraction solvent into a clean extraction flask.

7.5 Carefully inject the contents of the syringe into the extraction flask.

7.6 Seal with a Teflon faced septum.

7.7 Shake vigorously for 1 minute.

7.8 Let stand until the phases separate ($\int$60 seconds).

7.8.1 If the phases do not separate on standing then centrifugation can be used to facilitate separation.

7.9 Analyze the sample by injecting 3.0 μl (solvent flush technique, (8)) of the upper (organic) phase into the gas chromatograph.

8. *Analytical Quality Control.*

8.1 A 2 μg/l quality check standard (See 5.10) should be extracted and analyzed each day before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at 5 times the noise level are obtained from these data. In addition, the data obtained from the quality check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information the appropriate standards can be determined.

8.2 Analyze the sample blank and the raw source water to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.3.

8.3 Spiked samples.

*If for any reason the chemical reducing agent has not been added to the sample, then it must be added just prior to analyses at the rate of 2.5 to 3 mg/40 ml or by adding 1 mg directly to the sample in the extraction flask.

8.3.1 For those laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample analyzed should be a laboratory-generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.2 In those laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least one laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.3 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 8.3 and 8.4. If results are significantly different than those cited in Section 10.1, the analyst should check out the entire analysis scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

8.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

8.5 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

8.6 Quarterly, spike an EMSL-Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

8.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not, the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem.

8.7 It is important that the analyst be aware of the linear response characteristics of the electron capture system that is utilized. Calibration curves should be generated and rechecked quarterly for each trihalomethane over the concentration range encountered in the samples in order to confirm the linear response range of the system. Quantitative data cannot be calculated from non-linear responses. Whenever non-linear responses are noted, the analyst must dilute the sample for reanalysis.

8.8 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

8.8.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

8.8.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall within 10% of an established norm, the system is "out of control." The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

9. *Calculations.*

9.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 8.8.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 8.8.1 for a single column identification.

9.2 Calculate the concentration of each trihalomethane by comparing the peak heights or peak areas of the samples to those of the standards. Round off the data to the nearest μg/l or two significant figures.

Concentration, μg/l = sample peak height/standard peak height × standard concentration, μg/l.

9.3 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l: TTHM (μg/l) = (conc. $CHCl_3$)+(conc. $CHBrCl_2$)+(conc. $CHBr_2Cl$)+(conc. $CHBr_3$)

9.4 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{(AXATT)}{(BXATT) \times (2\ \mu g/l)}$$

Where:

B = peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A = 5 times the noise level in mm at the exact retention time of the trihalomethane or the base line displacement in mm from theoretical zero at the exact retention time for the trihalomethane.

ATT = attenuation factor.

9.5 Report the results obtained from the lower limit of detection esti-

mates along with the data for the samples.

10. *Precision and Accuracy*

10.1 Single lab precision and accuracy. The data in Table II were generated by spiking organic-free water with trihalomethanes as described in 5.9. The mixtures were analyzed by the analyst as true unknowns.

TABLE 1.—*Retention Times for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column A	Column B	Column C
Chloroform	1.0	1.3	4.9
Bromodichloromethane	1.5	[1]2.5	11.0
Chlorodibromomethane	2.6	5.6	23.1
(Dibromochloromethane) bromoform	5.5	10.9	39.4

[1] On this column, trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane.

Table II.—*Single Laboratory Accuracy and Precision*

	Dose level µg/l	Number of samples	Mean µg/l	Precision relative standard deviation, percent	Accuracy percent recovery
Compound:					
$CHCl_3$	9.1	5	10	11	110
$CHCl_3$	69	3	73	5.3	106
$CHBrCl_2$	1.2	5	1.3	9.8	108
$CHBrCl_2$	12	2	15	1.4	125
$CHBr_2Cl$	2.7	5	2.0	17	74
$CHBr_2Cl$	17	3	16	9.9	94
$CHBr_3$	2.9	5	2.2	10	76
$CHBr_3$	14	3	16	12	114

REFERENCES

1. Mieure, J. P., "A Rapid and Sensitive Method for Determining Volatile Organohalides in Water," *Journal AWWA, 69*, 60, 1977.

2. Reding, R., et al. "THM's in Drinking Water: Analysis by LLE and Comparison to Purge and Trap", Organics Analysis in Water and Wastewater, STP 686 ASTM, 1979.

3. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Waste water Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

4. Budde, W. L., J. W. Eichelberger, "Organic Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

5. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Purge and Trap Method," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

6. Richard J. J.; G. A. Junk, "Liquid Extraction for Rapid Determination of Halomethanes in Water, *Journal AWWA, 69* 62, January 1977.

7. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compounds, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 393, 1977.

8. White, L. D., et al. "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

9. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

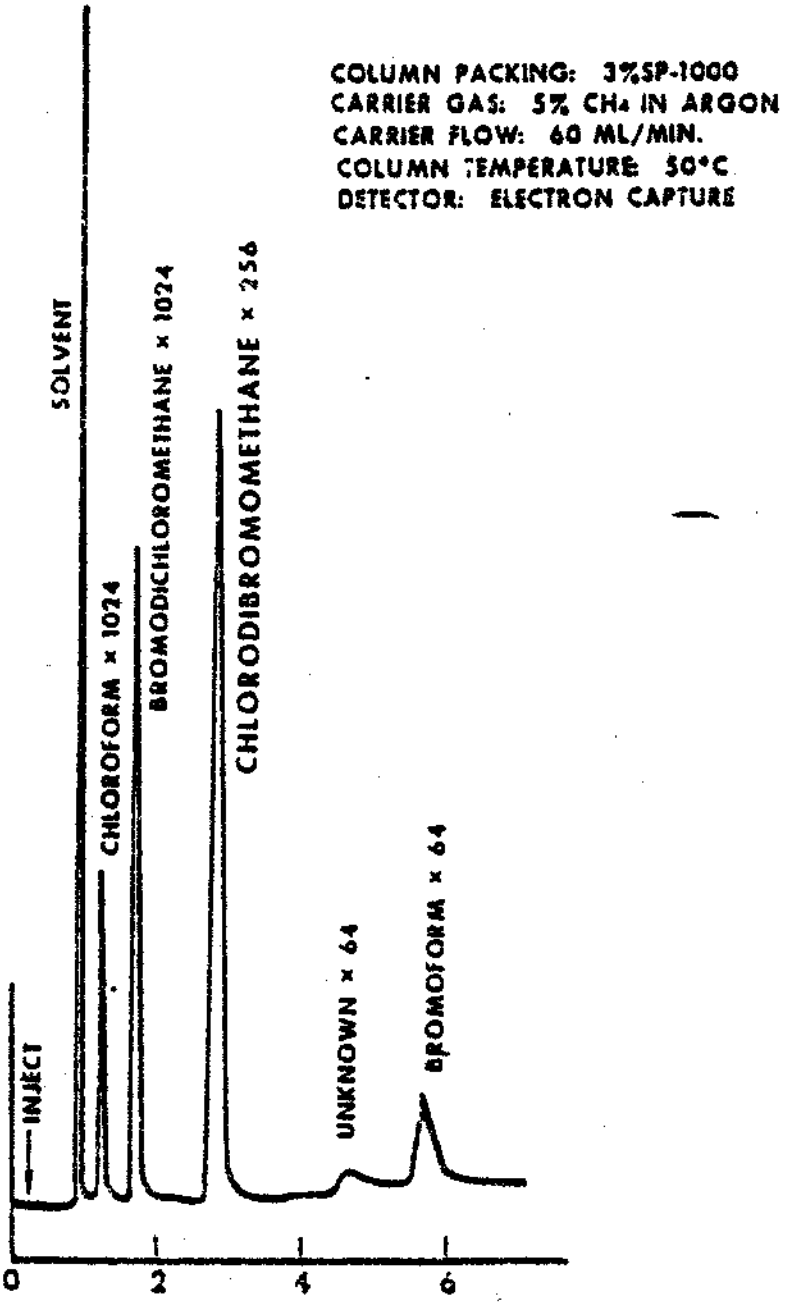


FIGURE 1. FINISHED WATER EXTRACT

or 100 milliliters as described in § 141.14(b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

(b) The supplier of water for a community water system shall take coliform density samples at regular time intervals, and in number proportionate to the population served by the system. In no event shall the frequency be less than as set forth below:

Population served	Minimum number of samples per month
25 to 1,000	1
1,001 to 2,500	2
2,501 to 3,300	3
3,301 to 4,100	4
4,101 to 4,900	5
4,901 to 5,800	6
5,801 to 6,700	7
6,701 to 7,600	8
7,601 to 8,500	9
8,501 to 9,400	10
9,401 to 10,300	11
10,301 to 11,100	12
11,101 to 12,000	13
12,001 to 12,900	14
12,901 to 13,700	15
13,701 to 14,600	16
14,601 to 15,500	17
15,501 to 16,300	18
16,301 to 17,200	19
17,201 to 18,100	20
18,101 to 18,900	21
18,901 to 19,800	22
19,801 to 20,700	23
20,701 to 21,500	24
21,501 to 22,300	25
22,301 to 23,200	26
23,201 to 24,000	27
24,001 to 24,900	28
24,901 to 25,000	29
25,001 to 26,000	30
26,001 to 33,000	35
33,001 to 37,000	40
37,001 to 41,000	45
41,001 to 46,000	50
46,001 to 50,000	55
50,001 to 54,000	60
54,001 to 59,000	65
59,001 to 64,000	70
64,001 to 70,000	75
70,001 to 76,000	80
76,001 to 83,000	85
83,001 to 90,000	90
90,001 to 96,000	95
96,001 to 111,000	100
111,001 to 130,000	110
130,001 to 160,000	120
160,001 to 190,000	130
190,001 to 220,000	140
220,001 to 250,000	150
250,001 to 290,000	160
290,001 to 320,000	170
320,001 to 380,000	180
380,001 to 410,000	190
410,001 to 450,000	200
450,001 to 500,000	210
500,001 to 550,000	220
550,001 to 600,000	230
600,001 to 660,000	240
660,001 to 720,000	250
720,001 to 780,000	260
780,001 to 840,000	270
840,001 to 910,000	280
910,001 to 970,000	290
970,001 to 1,050,000	300
1,050,001 to 1,140,000	310
1,140,001 to 1,230,000	320
1,230,001 to 1,320,000	330
1,320,001 to 1,420,000	340
1,420,001 to 1,520,000	350
1,520,001 to 1,630,000	360
1,630,001 to 1,730,000	370
1,730,001 to 1,850,000	380
1,850,001 to 1,970,000	390
1,970,001 to 2,090,000	400
2,090,001 to 2,270,000	410
2,270,001 to 2,510,000	420
2,510,001 to 2,750,000	430
2,750,001 to 3,020,000	440
3,020,001 to 3,320,000	450
3,320,001 to 3,620,000	460
3,620,001 to 3,980,000	470
3,980,001 to 4,310,000	480
4,310,001 to 4,690,000	490
4,690,001 or more	500

Based on a history of no coliform bacterial contamination and on a sanitary survey by the State showing the water system to be supplied solely by a protected ground water source and free of sanitary defects, a community water system serving 25 to 1,000 persons, with written permission from the State, may reduce this sampling frequency except that in no case shall it be reduced to less than one per quarter.

(c) The supplier of water for a noncommunity water system shall sample for coliform bacteria in each calendar quarter during which the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after the effective date of this part. If the State, on the basis of a sanitary survey, determines that some other frequency is more appropriate, that frequency shall be the frequency required under these regulations. Such frequency shall be confirmed or changed on the basis of subsequent surveys.

(d) (1) When the coliform bacteria in a single sample exceed four per 100 milliliters (§ 141.14(a)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show

less than one coliform bacterium per 100 milliliters.

(2) When coliform bacteria occur in three or more 10 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(1)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(3) When coliform bacteria occur in all five of the 100 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(2)), at least two daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(4) The location at which the check samples were taken pursuant to paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section shall not be eliminated from future sampling without approval of the State. The results from all coliform bacterial analyses performed pursuant to this subpart, except those obtained from check samples and special purpose samples, shall be used to determine compliance with the maximum contaminant level for coliform bacteria as established in § 141.14. Check samples shall not be included in calculating the total number of samples taken each month to determine compliance with § 141.21 (b) or (c).

(e) When the presence of coliform bacteria in water taken from a particular sampling point has been confirmed by any check samples examined as directed in paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section, the supplier of water shall report to the State within 48 hours.

(f) When a maximum contaminant level set forth in paragraph (a), (b) or (c) of § 141.14 is exceeded, the supplier of water shall report to the State and notify the public as prescribed in § 141.31 and § 141.32.

(g) Special purpose samples, such as those taken to determine whether disinfection practices following pipe placement, replacement, or repair have been sufficient, shall not be used to determine compliance with § 141.14 or § 141.21 (b) or (c).

(h) A supplier of water of a community water system or a non-community water system may, with the approval of the State and based upon a sanitary survey, substitute the use of chlorine residual monitoring for not more than 75 percent of the samples required to be taken by paragraph (b) of this section, *Provided*, That the supplier of water takes chlorine residual samples at points which are representative of the conditions within the distribution system at the frequency of at least four for each substituted microbiological sample. There shall be at least daily determinations of chlorine residual. When the supplier of water exercises the option provided in this paragraph (h) of this section, he shall maintain no less than 0.2 mg/l free chlorine throughout the public water distribution system. When a particular sampling point has been shown to have a free chlorine residual less than 0.2 mg/l, the water at that location shall be retested as soon as practicable and in any event within one hour. If the original analysis is confirmed, this fact shall be reported to the State within 48 hours. Also, if the analysis is confirmed, a sample for coliform bacterial analysis must be collected from that sampling point as soon as practicable and preferably within one hour, and the results of such analysis reported to the State within 48 hours after the results are known to the supplier of water. Analyses for residual chlorine shall be made in accordance with "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Ed., pp. 129–132. Compliance with the maximum contaminant levels for coliform bacteria shall be determined on the monthly mean or quarterly mean basis specified in § 141.14, including those samples taken as a result of failure to maintain the required chlorine residual level. The State may withdraw its approval of the use of chlorine residual substitution at any time.

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community water systems and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. The measurement shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 350-353, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 295-298, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(b) If the result of a turbidity analysis indicates that the maximum allowable limit has been exceeded, the sampling and measurement shall be confirmed by resampling as soon as practicable and preferably within one hour. If the repeat sample confirms that the maximum allowable limit has been exceeded, the supplier of water shall report to the State within 48 hours. The repeat sample shall be the sample used for the purpose of calculating the monthly average. If the monthly average of the daily samples exceeds the maximum allowable limit, or if the average of two samples taken on consecutive days exceeds 5 TU, the supplier of water shall report to the State and notify the public as directed in §§ 141.31 and 141.32.

(c) Sampling for non-community water systems shall begin within two years after the effective date of this part.

(d) The requirements of this § 141.22 shall apply only to public water systems which use water obtained in whole or in part from surface sources.

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) Analyses for the purpose of determining compliance with § 141.11 are required as follows:

(1) Analyses for all community water systems utilizing surface water sources shall be completed within one year following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at yearly intervals.

(2) Analyses for all community water systems utilizing only ground water sources shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at three-year intervals.

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground water sources, analyses for nitrate shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.11 exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses at the same sampling point within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall notify the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) The provisions of paragraphs (b) and (c) of this section notwithstanding, compliance with the maximum contaminant level for nitrate shall be determined on the basis of the mean of two analyses. When a level exceeding the maximum contaminant level for nitrate is found, a second analysis shall be initiated within 24 hours, and if the mean of the two analyses exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report his findings to the State pursu-

ant to § 141.31 and shall notify the public pursuant to § 141.32.

(e) For the initial analyses required by paragraph (a)(1), (2) or (3) of this section, data for surface waters acquired within one year prior to the effective date and data for ground waters acquired within 3 years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(f) Analyses conducted to determine compliance with § 141.11 shall be made in accordance with the following methods:

(1) Arsenic—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 95-96, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(2) Barium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 97-98, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(3) Cadmium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 101-103, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(4) Chromium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 105-106, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(5) Lead—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 112-113, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(6) Mercury—Flameless Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 118-126, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(7) Nitrate—Brucine Colorimetric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 461-464, or Cadmium Reduction Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 201-206, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(8) Selenium—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," p. 145, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(9) Silver—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", p. 146, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(10) Fluoride—Electrode Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 172-174, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 65-67, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 171-172 and 174-176, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 59-60, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

§ 141.24 Organic chemicals other than total trihalomethanes, sampling and analytical requirements.

(a) An analysis of substances for the purpose of determining compliance with § 141.12(a) and § 141.12(b) shall be made as follows:

(1) For all community water systems utilizing surface water sources, analyses shall be completed within one year

following the effective date of this part. Samples analyzed shall be collected during the period of the year designated by the State as the period when contamination by pesticides is most likely to occur. These analyses shall be repeated at intervals specified by the State but in no event less frequently than at three year intervals.

(2) For community water systems utilizing only ground water sources, analyses shall be completed by those systems specified by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.24 (a) and (b) exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) For the initial analysis required by paragraphs (a) (1) and (2) of this section, data for surface water acquired within one year prior to the effective date of this part and data for ground water acquired within three years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(e) Analyses made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Method for Organochlorine Pesticides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

(f) Analyses made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.25 Analytical Methods for Radioactivity.

(a) The methods specified in *Interim Radiochemical Methodology for Drinking Water*, Environmental Monitoring and Support Laboratory, EPA-600/4-75-008, USEPA. Cincinnati, Ohio 45268, or those listed below, are to be used to determine compliance with §§ 141.15 and 141.16 (radioactivity) except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) Gross Alpha and Beta—Method 302 "Gross Alpha and Beta Radioactivity in Water" *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 13th Edition, American Public Health Association, New York, N.Y., 1971.

(2) Total Radium—Method 304 "Radium in Water by Precipitation" Ibid.

(3) Radium-226—Method 305 "Radium-226 by Radon in Water" Ibid.

(4) Strontium-89,90 — Method 303 "Total Strontium and Strontium-90 in Water" Ibid.

(5) Tritium—Method 306 "Tritium in Water" Ibid.

(6) Cesium-134 — ASTM D-2459 "Gamma Spectrometry in Water," *1975 Annual Book of ASTM Standards, Water and Atmospheric Analysis*, Part 31, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA. (1975).

(7) Uranium—ASTM D-2907 "Microquantities of Uranium in Water by Fluorometry," Ibid.

(b) When the identification and measurement of radionuclides other than those listed in paragraph (a) of this section is required, the following references are to be used, except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) *Procedures for Radiochemical Analysis of Nuclear Reactor Aqueous*

Solutions, H. L. Krieger and S. Gold, EPA-R4-73-014. USEPA, Cincinnati, Ohio, May 1973.

(2) *HASL Procedure Manual*, Edited by John H. Harley. HASL 300, ERDA Health and Safety Laboratory, New York, N.Y., 1973.

(c) For the purpose of monitoring radioactivity concentrations in drinking water, the required sensitivity of the radioanalysis is defined in terms of a detection limit. The detection limit shall be that concentration which can be counted with a precision of plus or minus 100 percent at the 95 percent confidence level (1.96σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample).

(1) To determine compliance with § 141.15(a) the detection limit shall not exceed 1 pCi/1. To determine compliance with § 141.15(b) the detection limit shall not exceed 3 pCi/1.

(2) To determine compliance with § 141.16 the detection limits shall not exceed the concentrations listed in Table B.

TABLE B.—DETECTION LIMITS FOR MAN-MADE BETA PARTICLE AND PHOTON EMITTERS

Radionuclide	Detection limit
Tritium	1,000 pCi/1.
Strontium-89	10 pCi/1.
Strontium-90	2 pCi/1.
Iodine-131	1 pCi/1.
Cesium-134	10 pCi/1.
Gross beta	4 pCi/1.
Other radionuclides	1/10 of the applicable limit.

(d) To judge compliance with the maximum contaminant levels listed in §§ 141.15 and 141.16, averages of data shall be used and shall be rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.26 Monitoring Frequency for Radioactivity in Community Water Systems.

(a) Monitoring requirements for gross alpha particle activity, radium-226 and radium-228.

(1) Initial sampling to determine compliance with § 141.15 shall begin within two years of the effective date of these regulations and the analysis shall be completed within three years of the effective date of these regulations. Compliance shall be based on the analysis of an annual composite of four consecutive quarterly samples or the average of the analyses of four samples obtained at quarterly intervals.

(i) A gross alpha particle activity measurement may be substituted for the required radium-226 and radium-228 analysis *Provided*, That the measured gross alpha particle activity does not exceed 5 pCi/1 at a confidence level of 95 percent (1.65σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample). In localities where radium-228 may be present in drinking water, it is recommended that the State require radium-226 and/or radium-228 analyses when the gross alpha particle activity exceeds 2 pCi/1.

(ii) When the gross alpha particle activity exceeds 5 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-226. If the concentration of radium-226 exceeds 3 pCi/1 the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-228.

(2) For the initial analysis required by paragraph (a)(1) of this section, data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) Suppliers of water shall monitor at least once every four years following the procedure required by paragraph (a)(1) of this section. At the discretion of the State, when an annual record taken in conformance with paragraph (a)(1) of this section has established that the average annual concentration is less than half the maximum contaminant levels established by § 141.15, analysis of a single sample may be substituted for the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(i) More frequent monitoring shall be conducted when ordered by the State in the vicinity of mining or other operations which may contribute alpha particle radioactivity to either surface or ground water sources of drinking water.

(ii) A supplier of water shall monitor in conformance with paragraph (a)(1) of this section within one year of the introduction of a new water source for a community water system. More frequent monitoring shall be conducted

when ordered by the State in the event of possible contamination or when changes in the distribution system or treatment processing occur which may increase the concentration of radioactivity in finished water.

(iii) A community water system using two or more sources having different concentrations of radioactivity shall monitor source water, in addition to water from a free-flowing tap, when ordered by the State.

(iv) Monitoring for compliance with § 141.15 after the initial period need not include radium-228 *except when* required by the State, *Provided*, That the average annual concentration of radium-228 has been assayed at least once using the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(v) Suppliers of water shall conduct annual monitoring of any community water system in which the radium-226 concentration exceeds 3 pCi/1, when ordered by the State.

(4) If the average annual maximum contaminant level for gross alpha particle activity or total radium as set forth in § 141.15 is exceeded, the supplier of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and notify the public as required by § 141.32. Monitoring at quarterly intervals shall be continued until the annual average concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(b) Monitoring requirements for manmade radioactivity in community water systems.

(1) Within two years of the effective date of this part, systems using surface water sources and serving more than 100,000 persons and such other community water systems as are designated by the State shall be monitored for compliance with § 141.16 by analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. Compliance with § 141.16 may be assumed without further analysis if the average annual concentration of gross beta particle activity is less than 50 pCi/1 and if the average annual concentrations of tritium and strontium-90 are less than those listed in Table A, *Provided*, That if both radionuclides are present the sum of their annual dose equivalents to bone marrow shall not exceed 4 millirem/year.

(i) If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) Suppliers of water shall conduct additional monitoring, as ordered by the State, to determine the concentration of man-made radioactivity in principal watersheds designated by the State.

(iii) At the discretion of the State, suppliers of water utilizing only ground waters may be required to monitor for man-made radioactivity..

(2) For the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) After the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section suppliers of water shall monitor at least every four years following the procedure given in paragraph (b)(1) of this section.

(4) Within two years of the effective date of these regulations the supplier of any community water system designated by the State as utilizing waters contaminated by effluents from nuclear facilities shall initiate quarterly monitoring for gross beta particle and iodine-131 radioactivity and annual monitoring for strontium-90 and tritium.

(i) Quarterly monitoring for gross beta particle activity shall be based on the analysis of monthly samples or the analysis of a composite of three monthly samples. The former is recommended. If the gross beta particle activity in a sample exceeds 15 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for strontium-89 and cesium-134. If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate

organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) For iodine-131, a composite of five consecutive daily samples shall be analyzed once each quarter. As ordered by the State, more frequent monitoring shall be conducted when iodine-131 is identified in the finished water.

(iii) Annual monitoring for strontium-90 and tritium shall be conducted by means of the analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. The latter procedure is recommended.

(iv) The State may allow the substitution of environmental surveillance data taken in conjunction with a nuclear facility for direct monitoring of manmade radioactivity by the supplier of water where the State determines such data is applicable to a particular community water system.

(5) If the average annual maximum contaminant level for man-made radioactivity set forth in § 141.16 is exceeded, the operator of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and to the public as required by § 141.32. Monitoring at monthly intervals shall be continued until the concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.27 Alternative analytical techniques.

With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency, an alternative analytical technique may be employed. An alternative technique shall be acceptable only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any maximum contaminant level. The use of the alternative analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

§ 141.28 Approved laboratories.

For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity and free chlorine residual may be performed by any person acceptable to the State.

§ 141.29 Monitoring of consecutive public water systems.

When a public water system supplies water to one or more other public water systems, the State may modify the monitoring requirements imposed by this part to the extent that the interconnection of the systems justifies treating them as a single system for monitoring purposes. Any modified monitoring shall be conducted pursuant to a schedule specified by the State and concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency.

§ 141.30 Total trihalomethanes sampling, analytical and other requirements.

(a) Community water system which serve a population of 10,000 or more individuals and which add a disinfectant (oxidant) to the water in any part of the drinking water treatment process shall analyze for total trihalomethanes in accordance with this section. For systems serving 75,000 or more individuals, sampling and analyses shall begin not later than 1 year after the date of promulgation of this regulation. For systems serving 10,000 to 74,999 individuals, sampling and analyses shall begin not later than 3 years after the date of promulgation of this regulation. For the purpose of this section, the minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. All samples taken within an established frequency shall be collected within a 24-hour period.

(b)(1) For all community water systems utilizing surface water sources in whole or in part, and for all community water systems utilizing only ground water sources that have not been determined by the State to qualify for the monitoring requirements of paragraph (c) of this section, analyses for total trihalomethanes shall be performed at quarterly intervals on at least four water samples for each treatment plant used by the system. At least 25 percent of the samples shall be taken at locations within the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The remaining 75 percent shall be taken at representative locations in the distribution system, taking into account number of persons served, different sources of water and different treatment methods employed. The results of all analyses per quarter shall be arithmetically averaged and reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used in the computation of the average, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in accordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) Upon the written request of a community water system, the monitoring frequency required by paragraph (b)(1) of this section may be reduced by the State to a minimum of one sample analyzed for TTHMs per quarter taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system, upon a written determination by the State that the data from at least 1 year of monitoring in accordance with paragraph (b)(1) of this section and local conditions demonstrate that total trihalomethane concentrations will be consistently below the maximum contaminant level.

(3) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under this paragraph applies, the results from any analysis exceed 0.10 mg/l of TTHMs and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, or if the system makes any significant change to its source of water or treatment program, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b)(1) of this section, which monitoring shall continue for at least 1 year before the frequency may be reduced again. At the option of the State, a system's monitoring frequency may and should be increased above the minimum in those cases where it is necessary to detect variations of TTHM levels within the distribution system.

(c)(1) Upon written request to the State, a community water system utilizing only ground water sources may seek to have the monitoring frequency required by subparagraph (1) of paragraph (b) of this section reduced to a minimum of one sample for maximum TTHM potential per year for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system. The system shall submit to the State the results of at least one sample analyzed for maximum TTHM potential for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The system's monitoring frequency may only be reduced upon a written determination by the State that, based upon the data submitted by the system, the system has a maximum TTHM potential of less than 0.10 mg/l and that, based upon an assessment of the local conditions of the system, the system is not likely to approach or exceed the maximum contaminant level for total TTHMs. The results of all analyses shall be reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used for determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in ac-

cordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under paragraph (c)(1) of this section applies, the results from any analysis taken by the system for maximum TTHM potential are equal to or greater than 0.10 mg/l, and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b) of this section and such monitoring shall continue for at least one year before the frequency may be reduced again. In the event of any significant change to the system's raw water or treatment program, the system shall immediately analyze an additional sample for maximum TTHM potential taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system for the purpose of determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section. At the option of the State, monitoring frequencies may and should be increased above the minimum in those cases where this is necessary to detect variation of TTHM levels within the distribution system.

(d) Compliance with § 141.12(c) shall be determined based on a running annual average of quarterly samples collected by the system as prescribed in subparagraphs (1) or (2) of paragraph (b) of this section. If the average of samples covering any 12 month period exceeds the Maximum Contaminant Level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and notify the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(e) Sampling and analyses made pursuant to this section shall be conducted by one of the following EPA approved methods:

(1) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Waters by the Purge and Trap Method," Method 501.1, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

(2) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Water by Liquid/Liquid Extraction,"Method 501.2, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

Samples for TTHM shall be dechlorinated upon collection to prevent further production of Trihalomethanes, according to the procedures described in the above two methods. Samples for maximum TTHM potential should not be dechlorinated, and should be held for seven days at 25° C (or above) prior to analysis, according to the procedures described in the above two methods.

(f) Before a community water system makes any significant modifications to its existing treatment process for the purposes of achieving compliance with § 141.12(c), such system must submit and obtain State approval of a detailed plan setting forth its proposed modification and those safeguards that it will implement to ensure that the bacteriological quality of the drinking water served by such system will not be adversely affected by such modification. Each system shall comply with the provisions set forth in the State-approved plan. At a minimum, A State approved plan shall require the system modifying its disinfection practice to:

(1) Evaluate the water system for sanitary defects and evaluate the source water for biological quality;

(2) Evaluate its existing treatment practices and consider improvements that will minimize disinfectant demand and optimize finished water quality throughout the distribution system;

(3) Provide baseline water quality survey data of the distribution system. Such data should include the results from monitoring for coliform and fecal coliform bacteria, fecal streptococci, standard plate counts at 35° C and 20° C, phosphate, ammonia nitrogen and total organic carbon. Virus studies should be required where source waters are heavily contaminated with sewage effluent;

(4) Conduct additional monitoring to assure continued maintenance of optimal biological quality in finished water, for example, when chloramines

samples. When a positive trihalomethane response is noted in the sample blank, the analyst should analyze a method blank. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing in the normal manner.

If any trihalomethane is noted in the method blank in excess of 0.4 μg/l, the analyst should change the purge gas source and regenerate the molecular sieve purge gas filter. *Subtracting the blank values is not recommended.* The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components should be avoided since such materials generally out-gas organic compounds which will be concentrated in the trap during the purge operation. Such out-gasing problems are common whenever new equipment is put into service; as time progresses, minor out-gasing problems generally cure themselves.

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been noted and attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal and into the sample during shipment and storage. The sample blank is used as a monitor for this problem.

3.3 For compounds that are not efficiently purged, such as bromoform, small variations in sample volume, purge time, purge flow rate, or purge temperature can affect the analytical result. Therefore, samples and standards must be analyzed under identical conditions.

3.4 Cross-contamination can occur whenever high-level and low-level samples are sequentially analyzed. To reduce this likelihood, the purging device and sample syringe should be rinsed twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it is highly recommended that it be followed by a sample blank analysis to ensure that sample cross contamination does not occur. For samples containing large amounts of water soluble materials, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

3.5 Qualitative misidentifications are a problem in using gas chromatographic analysis. Whenever samples whose qualitative nature is unknown are analyzed, the following precautionary measures should be incorporated into the analysis.

3.5.1 Perform duplicate analyses using the two recommended columns (4.2.1 and 4.2.2) which provide different retention order and retention times for the trihalomethanes and other organohalides.

3.5.2 Whenever possible, use GC/MS techniques which provide unequivocal qualitative identifications (5).

4. *Apparatus*

4.1 The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. Construction details for a purging device and an easily automated trap-desorber hybrid which has proven to be exceptionally efficient and reproducible are shown in Figures 1 through 4 and described in 4.1.1. through 4.1.3. An earlier acceptable version of the above-mentioned equipment is described in (1).

4.1.1 Purging Device—Construction details are given in Figure 1 for an all-glass 5 ml purging device. The glass frit installed at the base of the sample chamber allows finely divided gas bubbles to pass through the sample while the sample is restrained above the frit. Gaseous volumes above the sample are kept to a minimum to eliminate dead volume effects, yet allowing sufficient space for most foams to disperse. The inlet and exit ports are constructed from heavy-walled ¼-inch glass tubing so that leak-free removable connections can be made using "finger-tight" compression fittings containing Teflon ferrules. The removable foam trap is used to control samples that foam.

4.1.2 Trapping Device—The trap (Figure 2) is a short gas chromatographic column which at <35° C retards the flow of the compounds of interest while venting the purge gas and, depending on which sorbent is used, much of the water vapor. The trap should be constructed with a low thermal mass so that it can be heated to 180° C in less than 1 minute for efficient desorption, then rapidly cooled to room temperature for recycling. Variations in the trap ID, wall thick-

neas, sorbents, sorbent packing order, and sorbent mass could adversely affect the trapping and desorption efficiencies for compounds discussed in this text. For this reason, it is important to faithfully reproduce the trap configurations recommended in Figure 2. Traps containing Tenax only, or combinations of Tenax and other sorbents are acceptable for this analysis.

4.1.3 Desorber assembly—Details for the desorber are shown in Figures 3, and 4. With the 6-port valve in the Purge Sorb position (Figure 3), the effluent from the purging device passes through the trap where the flow rate of the organics is retarded. The GC carrier gas also passes through the 6-port valve and is returned to the GC. With the 6-port valve in the Purge-Sorb position, the operation of the GC is in no way impaired; therefore, routine liquid injection analyses can be performed using the gas ciromatograph. After the sample has been purged, the 6-port valve is turned to the desorb position (Figure 4). In this configuration the trap is coupled in series with the gas chromatographic column allowing the carrier gas to backflush the trapped materials into the analytical column. Just as the valve is actuated, the power is turned on to the resistance wire wrapped around the trap. The power is supplied by an electronic temperature controller. Using this device, the trap is rapidly heated to 180° C and then maintained at 180° C with minimal temperature overshoot. The trapped compounds are released as a "plug" to the gas chromatograph. Normally, packed columns with theoretical efficiencies near 500 plates/foot under programmed temperature conditions can accept such desorb injections without altering peak geometry. Substituting a non-controlled power supply, such as a manually-operated variable transformer, will provide nonreproductible retention times and poor quantitative data unless Injection Procedure (8.9.2) is used.

4.1.4 Several Purge and Trap Devices are now commercially available. It is recommended that the following be taken into consideration if a unit is to be purchased:

a. Be sure that the unit is completely compatible with the gas chromatograph to be used for the analysis.

b. Use a 5-ml purging device similar to that shown in Figure 1.

c. Be sure the Tenax portion of the trap meets or exceeds the dimensions shown in Figure 2.

d. With the exception of sample introduction, select a unit that has as many of the purge trap functions automated as possible.

4.2 Gas chromatograph—The chromatograph must be temperature programmable and equipped with a halide specific detector.

4.2.1 Column 1 is an unusually efficient column which provides outstanding separations for a wide variety of organic compounds. Because of its ability to resolve trihalomethanes from other organochlorine compounds, column I should be used as the primary analytical column (see Table 1 for retention data using this column).

4.2.1.1 Column I parameters: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—1% SP-1000 on Carbopack-B (60/80) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence: 45° C isothermal for 3 minutes, program at 8° C/minute to 220° C then hold for 15 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-B packing. This results in tafling peak geometry and poor resolution of many constituents. To correct this, pack the first 5 cm of the column with 3% SP-1000 on Chromosorb-W 60/80 followed by the Carbopack-B packing. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 220° C overnight. Pneumatic shocks and rough treatment of packed columns will cause excessive fracturing of the Carbopack. If pressure in excess of 60 psi is required to obtain 40 ml/minute carrier flow, then the column should be repacked.

4.2.1.2 Acceptable column equivalent to Column I: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—0.2% Carbowax 1500 on Carbopack-C (80/100) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence—60° C isothermal for 3 minutes, program at

8° C /minute to 160° C, then hold for 2 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-C packing. This results in poor resolution of constituents and poor peak geometry. To correct this, place a 1 ft. 0.125 in. OD x 0.1 in. ID stainless steel column packed with 3% Carbowax 1500 on Chromosorb-W 60/80 mesh in series before the Carbopack-C column. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 190° C overnight. The two columns may be retained in series for routine analyses. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

4.2.2 Column II provides unique organohalide-trihalomethane separations when compared to those obtained from Column I (see Figures 5 and 6). However, since the resolution between various compounds is generally not as good as those with Column I, it is recommended that Column II be used as a qualitative confirmatory column for unknown samples when GC/MS confirmation is not possible.

4.2.2.1 Column II parameters: Dimensions—6 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass. Packing—n-octane on Porisil-C (100/120 mesh). Carrier Gas—helium at 40 cc/minute. Temperature program sequence—50° C isothermal for 3 minutes, program at 8°/minute to 170° C, then hold for 4 minutes or until all compounds have eluted. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

5.8 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap analysis.

5.8.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon. Change the activated carbon bed whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.8.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free water.

5.8.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow-mouth screw-cap bottle with a Teflon seal.

5.8.4 Test organic free water each day it is used by analyzing according to Section 8.

5.9 Standards.*

5.9.1 Bromoform—96%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical Inc., Columbia, S.C.

5.9.4 Chloroform—99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.10 Standard Stock Solutions

5.10.1 Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a ground glass stoppered 10 ml volumetric flask.

5.10.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried.

5.10.3 Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.10.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.10.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.10.6 Transfer the solution to a dated and labeled 15 ml screw cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.10.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.10.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.11 Aqueous Calibration Standard Precautions.

*As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays (5).

5.11.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed.

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use of 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 8.5.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples or aqueous standards.

g. Aqueous standards when stored with a headspace are not stable and should be discarded after one hour.

h. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4 and 8.6.

5.11.2 Prepare, from the standard stock solutions, secondary dilution mixtures in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml or organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (±10%) to that of the sample (See 9.1).

5.11.3 Purge and analyze the aqueous calibration standards in the same manner as the samples.

5.11.4 Other calibration procedures (3) which require the delivery of less than 20 μl of a methanolic standard into a 5.0 ml volume of water already contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (6).

5.12 Quality Check Standard (2.0 μg/l)

5.12.1 From the standard stock solutions, prepare a secondary dilution in methyl alcohol containing 10 ng/μl of each trihalomethane (See Section 5.10.8 Note).

5.12.2 Daily, inject 20.0 μl of this mixture into 100.0 ml of organic-free water and analyze according to Section 8.

6. *Sample Collection and Handling*

6.1. The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow mouth screw cap bottles with the TFE fluorocarbon face silicone sepata cap liners are strongly recommended.

6.2 Sample Bottle Preparation

6.2.1 Wash all sample bottles and TFE seals in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry at room temperature, then place in a 105° C oven for one hour, then allow to cool in a area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended period of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample Stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.6) is added to the sample in order to arrest the formation of trihalo-methanes after sample collection (3, 7). *Do not add the reducing agent to samples when data on maximum trihalomethane formation is desired:* If chemical stabilization is employed, the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added to the empty sample bottles just prior to shipping to the sampling site.

6.4 Sample Collection

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottles so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 Sampling from a water tap.

6.4.5.1 Turn on water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized. Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.6 Sampling from an open body of water.

6.4.6.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representa-

tive area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as noted in 6.4.2.

6.4.7 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.8 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.8.1 Open the bottle and fill to overflowing, place on a level surface, position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.8.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample and reseal the bottle as above.

6.4.9 Blanks.

6.4.9.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.9.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of stabilization reagent to the blanks.

6.4.9.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.9.4 Store the blanks and the samples collected at a given site (sample set) together. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, the duplicate raw source waters, the duplicate finished waters and the duplicate blank samples comprise the sample set).

6.5 When samples have been collected according to Section 6, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of storage time (3). It is recommended that all samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Conditioning Traps*

7.1 Condition newly packed traps overnight at 180° C with an inert gas flow of at least 20 ml/min.

7.1.1 Vent the trap effluent to the room, not to the analytical column.

7.2 Prior to daily use, condition traps 10 minutes while backflushing at 180° C. It may be beneficial to routinely condition traps overnight while backflushing at 180° C.

7.2.1 The trap may be vented to the analytical column; however, after conditioning, the column must be programmed prior to use.

8. *Extraction and Analysis*

8.1 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min.

8.2 Attach the trap inlet to the purging device. Turn the valve to the purge-sorb position (Figure 3).

8.3 Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

8.4 Remove the plungers from two 5 ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

8.5 Open the sample bottle and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Close the valve.

8.6 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This second syringe is reserved for a duplicate analysis, if necessary (See Sections 9.3 and 9.4).

8.7 Attach the syringe-valve assembly to the syringe valve on the purging device.

8.8 Open the syringe valve and inject the sample into the purging chamber. Close both valves. Purge the sample for 11.0±.05 minutes.

8.9 After the 11-minute purge time, attach the trap to the chromatograph (turn the valve to the desorb position) and introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while backflushing the trap with an inert gas between 20 and 60 ml/min for 4 minutes.

8.9.1 If the trap can be rapidly heated to 180°C and maintained at this temperature, the GC analysis can begin as the sample is desorbed, i.e., the column is at the initial 45°C operating temperature. The equipment described in Figure 4 will perform accordingly.

8.9.2 With other types of equipment (see Section 4.1.4 and Reference 1) where the trap is not rapidly heated or is not heated in a reproducible

manner, it may be necessary to transfer the contents of the trap into the analytical column at <30°C where it is once again trapped. Once the transfer is complete (4 minutes), the column is rapidly heated to the initial operating temperature for analysis.

8.9.3 If injection procedure 8.9.1 is used and the early eluting peaks in the resulting chromatogram have poor geometry or variable retention times, then Section 8.9.2 should be used.

8.10 After the extracted sample is introduced into the gas chromatograph, empty the gas purging device using the sample introduction syringe, followed by two 5-ml flushes of organic-free water. When the purging device is emptied, leave the syringe valve open allowing the purge gas to vent through the sample introduction needle.

8.11 Analyze each sample and sample blank from the sample set in an identical manner (see Section 6.4.9.4) on the same day.

8.12 Prepare calibration standards from the standard stock solutions (Section 5.10) in organic-free water that are close to the unknown in trihalomethane composition and concentration (Section 9.1). The concentrations should be such that only 20 μl or less of the secondary dilution need be added to 100 ml of organic-free water to produce a standard at the same level as the unknown.

8.13 As an alternative to Section 8.12, prepare a calibration curve for each trihalomethane containing at least 3 points, two of which must bracket the unknown.

9. *Analytical Quality Control*

9.1 Analyze the 2 μg/l check sample daily before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at five times the noise level are obtained from these data. In addition, response factor data obtained from the 2 μg/l check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information, the appropriate standard dilutions can be determined.

9.2 Analyze the sample blank to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.4.

9.3 Spiked Samples

9.3.1 For laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample should be a laboratory generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.3.2 For laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least 1 laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

9.4.1 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

9.5 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 9.3 and 9.4. If results are significantly different than those cited in Section 11.1, the analyst should check out the entire analyses scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

9.6 Quarterly, spike an EMSL–Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

9.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not then the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem (Section 5.9, 5.10, and 5.11).

9.7 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

9.7.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

9.7.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall with 10% of an established norm, the system is "out of control."

The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

10. *Calculations*

10.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 9.7.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 9.7.1 for single column identification.

10.2 Calculate the concentration of the samples by comparing the peak height or peak areas of the samples to the standard peak height (8.12). Round off the data to the nearest μg/l or two significant figures.

$$\mu g/l = \frac{\text{peak height sample}}{\text{peak height standard}} \times (\text{conc. std. } \mu g/l)$$

10.3 Report the results obtained from the lower limit of detection estimates along with the data for the samples.

10.4 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l. TTHM (μg/l)=(Conc. $CHCl_3$)+(Conc. $CHBrCl_2$)+(Conc. $CHBr_2Cl$)+(Conc. $CHBr_3$).

10.5 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{A \times ATT}{B \times ATT} (2\ \mu g/l)$$

where B=peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A=5 times the noise level in (mm) at the exact retention time of the trihalomethane or the baseline displacement in (mm) from the theoretical zero at the exact retention time of the trihalomethane.

ATT=Attenuation factor

11. *Accuracy and Precision*

11.1 One liter of organic-free water was spiked with the trihalomethanes and used to fill septum seal vials which were stored under ambient conditions. The spiked samples were randomly analyzed over a 2-week period of time. The single laboratory data listed in Table II reflect the errors due to the analytical procedure and storage.

References

1. Bellar, T. A., J. J. Lichtenberg, Determining Volatile Organics at the Microgram per Litre Levels by Gas Chromatography, Journal AWWA., *66*, 739 (December 1974).

2. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

3. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compoundr, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 398, 1977.

4. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Liquid/Liquid Extraction Method, Method 501.2"—Environmental Monitoring and Support Labortory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

5. Budde, W. L. and J. W. Eichelberger, "Organics Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

6. White, L. D. et al., "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

7. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

TABLE I—*Retention Data for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column I 1% sp1000 Carbopack B	Acceptable Alternative to column I 0.4% Carbowax Carbopack	Column II n-octane Porasil-C
Chloroform	10.7	8.2	12.2
Bromodichloromethane	13.7	10.8	14.7
Chlorodibromomethane (Dibromochloropethane)	16.5	13.2	16.6
Bromoform	18.2	15.7	19.2

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chloroform		
1.2	12	1.2	0.14	100
12.0	8	11.	0.16	92
119.0	11	105	7.9	88
		Bromodichloromethane		
1.6	12	1.5	0.06	94
16.0	8	15.	0.39	94
160.0	11	146.	10.2	91

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*—Continued

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chlorodibromomethane		
2.0	12	1.9	0.09	95
20.0	8	19.	0.70	95
196.0	11	185.	10.6	94
		Bromoform		
2.3	12	2.3	0.18	100
23.0	8	23.	1.38	100
231.0	11	229	18.3	97

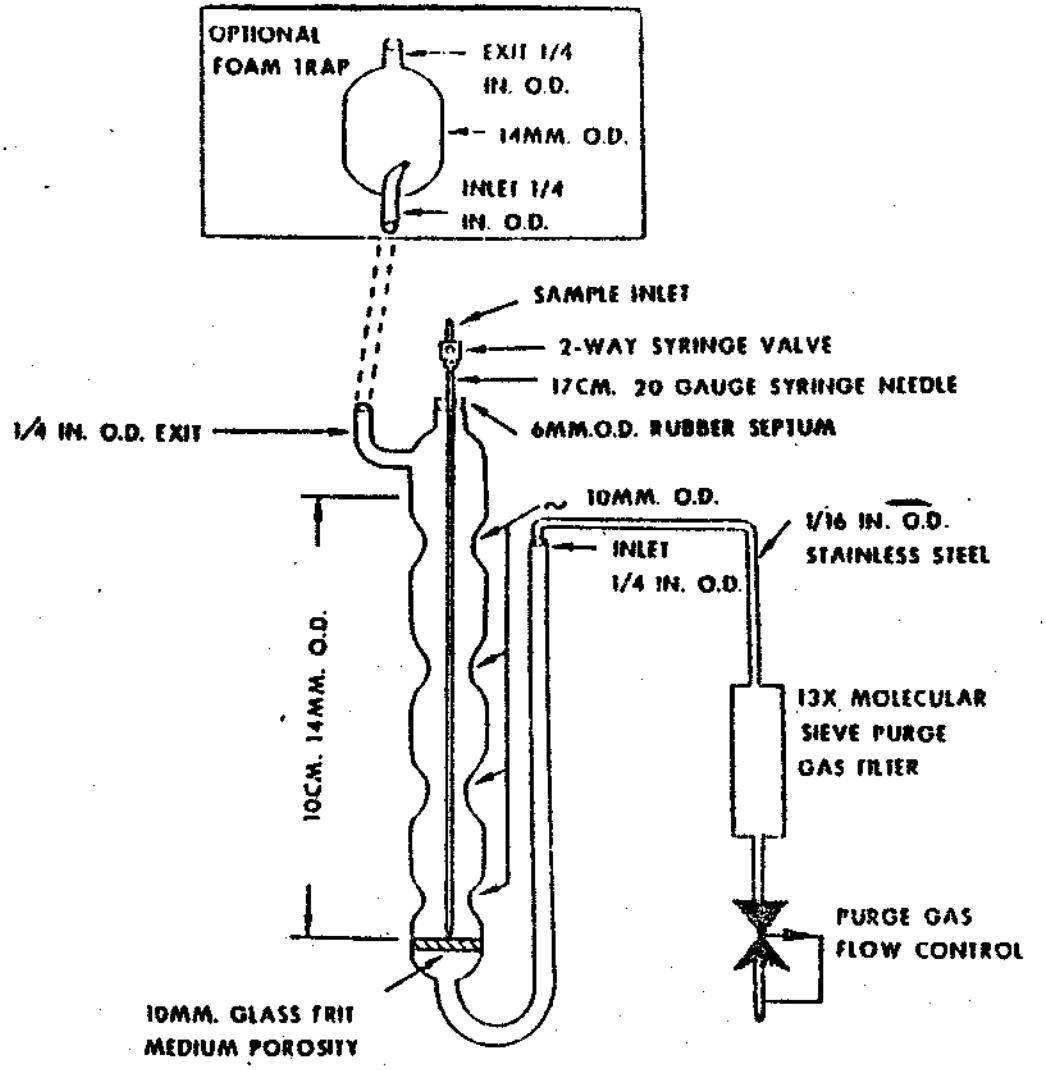


FIGURE 1. PURGING DEVICE

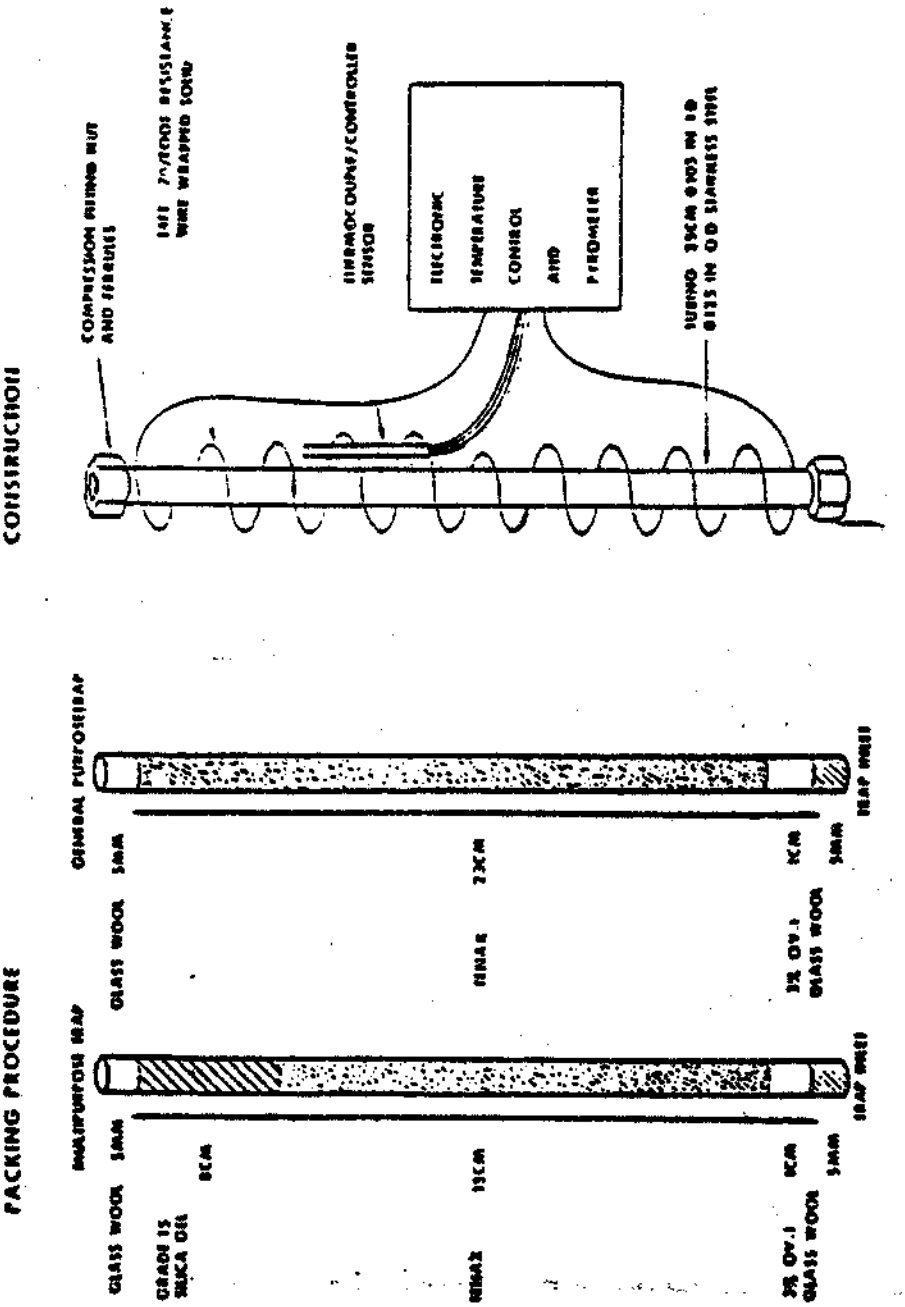


FIGURE 2 TRAP

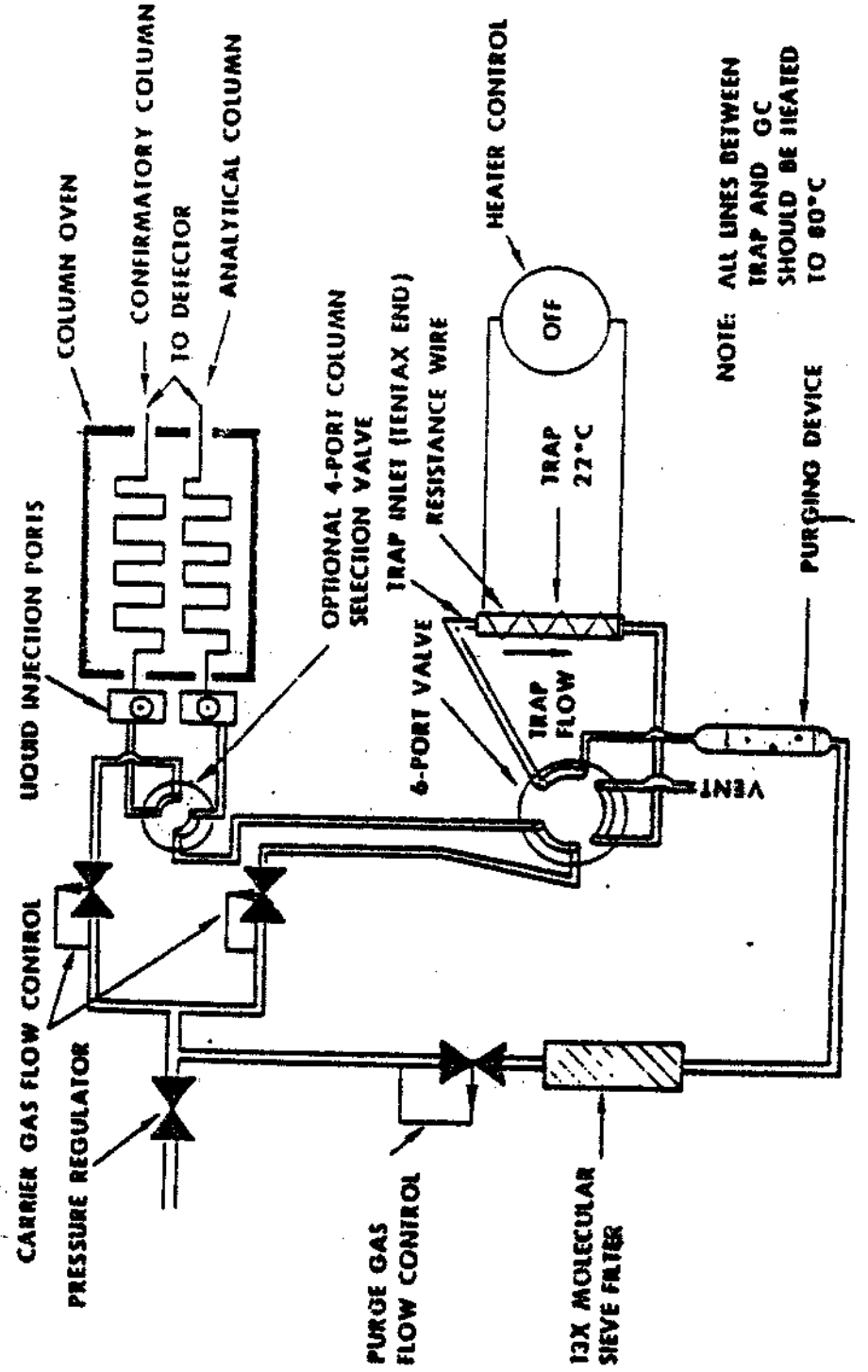


FIGURE 3 PURGE-TRAP SYSTEM (PURGE-SORB MODE)

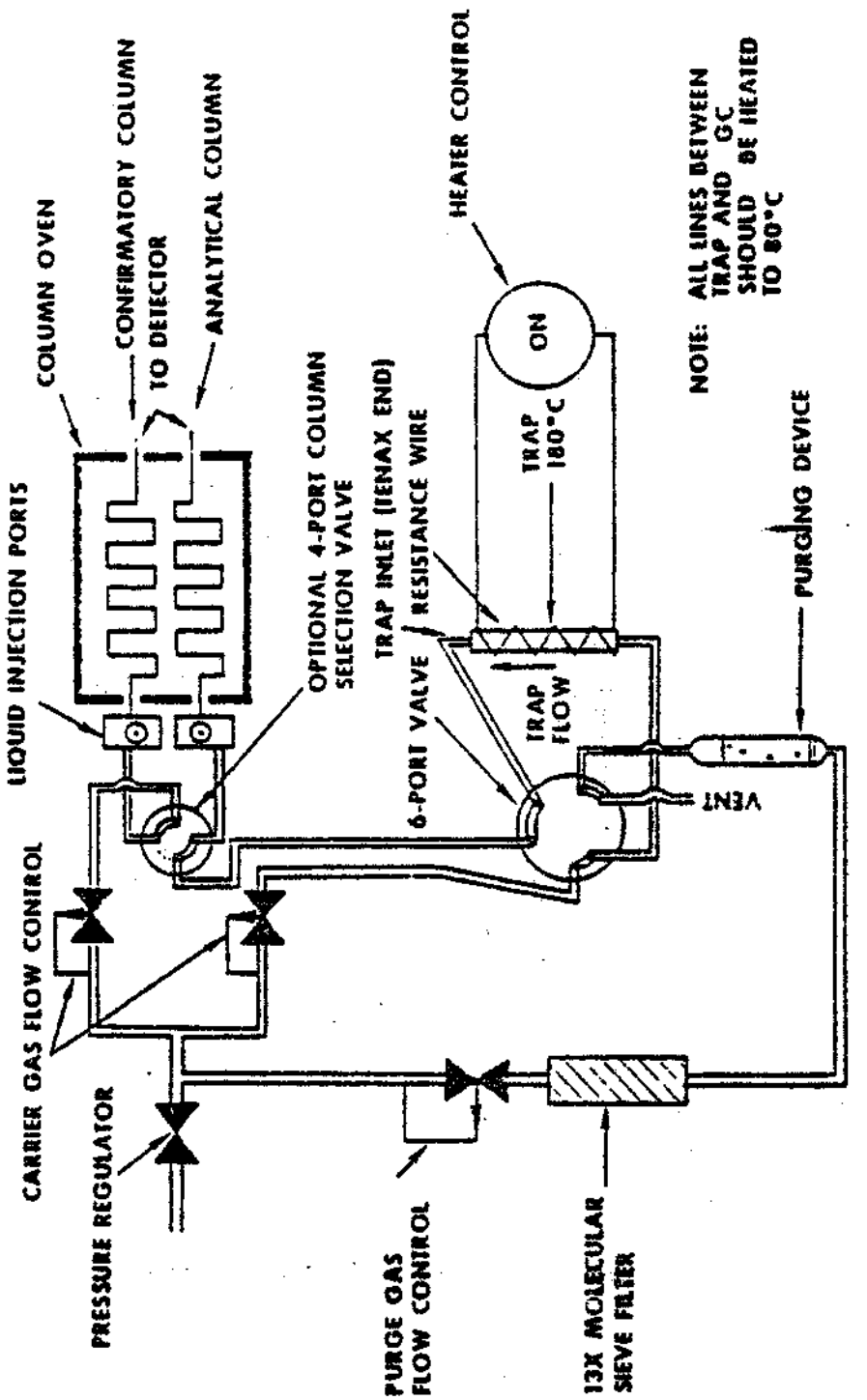


FIGURE 4 PURGE-TRAP SYSTEM (DESORB MODE)

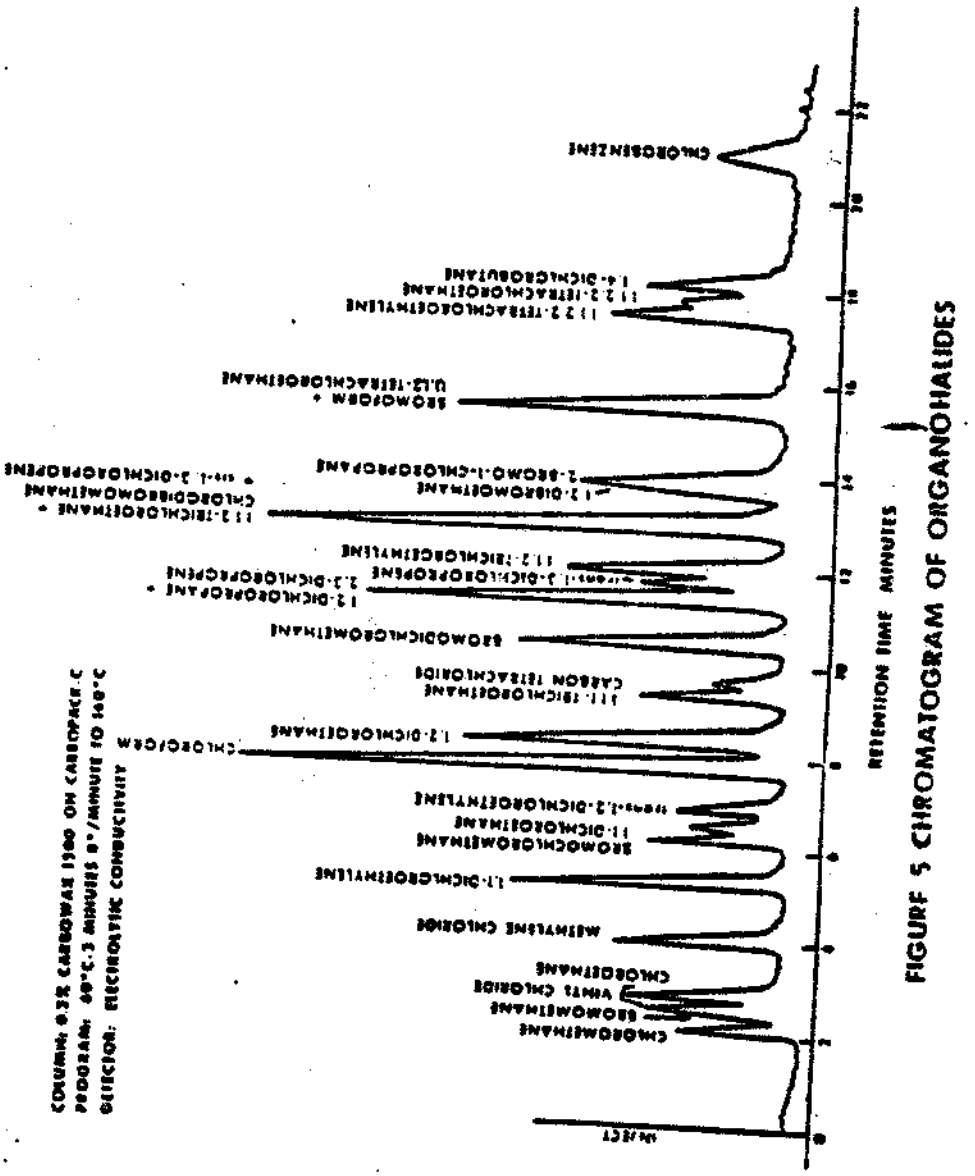


FIGURE 5 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

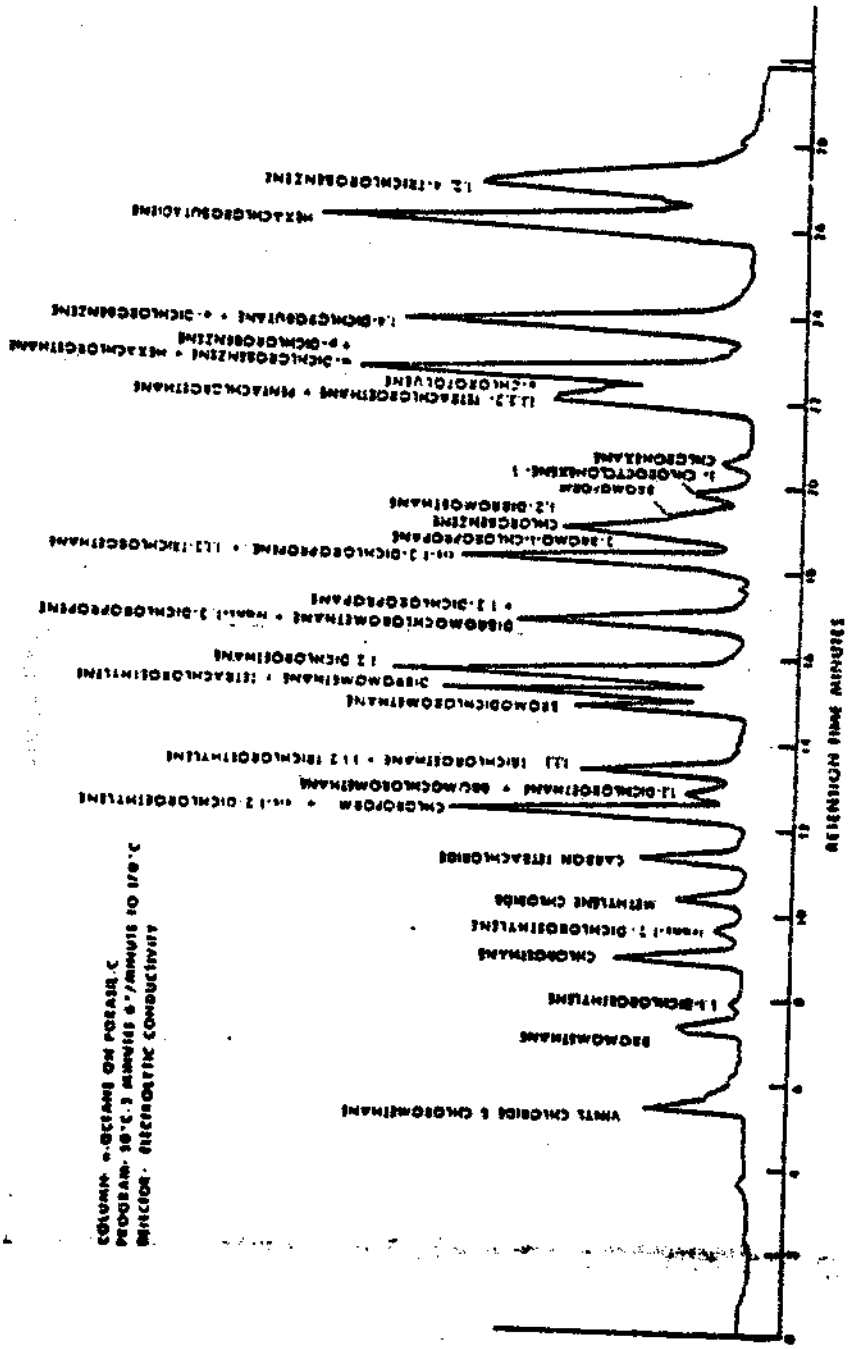


FIGURE 6 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

PART II: ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER BY LIQUID/LIQUID EXTRACTION

1. *Scope.*

1.1 This method (1,2) is applicable only to the determination of four trihalomethanes, i.e., chloroform, bromodichloromethane, chlorodibromomethane, and bromoform in finished drinking water, drinking water during intermediate stages of treatment, and the raw source water.

1.2 For compounds other than the above-mentioned trihalomethanes, or for other sample sources, the analyst must demonstrate the usefulness of the method by collecting precision and accuracy data on actual samples as described in (3) and provide qualitative confirmation of results by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) (4).

1.3 Qualitative analyses using GC/MS or the purge and trap method (5) must be performed to characterize each raw source water if peaks appear as interferences in the raw source analysis.

1.4 The method has been shown to be useful for the trihalomethanes over a concentration range from approximately 0.5 to 200 μg/l. Actual detection limits are highly dependent upon the characteristics of the gas chromatographic system used.

2. *Summary*

2.1 Ten milliliters of sample are extracted one time with 2 ml of solvent. Three μl of the extract are then injected into a gas chromatograph equipped with a linearized electron capture detector for separation and analysis.

2.2 The extraction and analysis time is 10 to 50 minutes per sample depending upon the analytical conditions chosen. (See Table 1 and Figures 1, 2, and 3.)

2.3 Confirmatory evidence is obtained using dissimilar columns and temperature programming. When component concentrations are sufficiently high (>50 μg/l), halogen specific detectors may be employed for improved specificity.

2.4 Unequivocal confirmatory analyses at high levels (>50 μg/l) can be performed using GC/MS in place of the electron capture detector. At levels below 50 μg/l, unequivocal confirmation can only be performed by the purge and trap technique using GC/MS (4, 5).

2.5 Standards dosed into organic free water and the samples are extracted and analyzed in an identical manner in order to compensate for possible extraction losses.

2.6 The concentration of each trihalomethane is summed and reported as total trihalomethanes in μg/l.

3. *Interferences*

3.1 Impurities contained in the extracting solvent usually account for the majority of the analytical problems. Solvent blanks should be analyzed before a new bottle of solvent is used to extract samples. Indirect daily checks on the extracting solvent are obtained by monitoring the sample blanks (6.4.10). Whenever an interference is noted in the sample blank, the analyst should reanalyze the extracting solvent. The extraction solvent should be discarded whenever a high level (>10 μg/l) of interfering compounds are traced to it. Low level interferences generally can be removed by distillation or column chromatography (6); however, it is generally more economical to obtain a new source of solvent or select one of the approved alternative solvents listed in Section 5.1. Interference free solvent is defined as a solvent containing less than 0.4 μg/l individual trihalomethane interference. Protect interference-free solvents by storing in a non-laboratory area known to be free of organochlorine solvents. *Subtracting blank values is not recommended.*

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal on the sample bottle during shipment and storage. The sample blank (6.4.10) is used to monitor for this problem.

3.3 This liquid/liquid extraction technique efficiently extracts a wide boiling range of non-polar organic compounds and, in addition, extracts the polar organic components of the sample with varying efficiencies. In order to perform the trihalomethane analysis as rapidly as possible with

sensitivities in the low μg/l range, it is necessary to use the semi-specific electron capture detector and chromatographic columns which have relatively poor resolving power. Because of these concessions, the probability of experiencing chromatographic interferences is high. Trihalomethanes are primarily products of the chlorination process and generally do not appear in the raw source water. The absence of peaks in the raw source water analysis with retention times similar to the trihalomethanes is generally adequate evidence of an interference-free finished drinking water analysis. Because of these possible interferences, in addition to each finished drinking water analysis, a representative raw source water (6.4.5) must be analyzed. When potential interferences are noted in the raw source water analysis, the alternate chromatographic columns must be used to reanalyze the sample set. If interferences are still noted, qualitative identifications should be performed according to Sections 2.3 and 2.4. If the peaks are confirmed to be other than trihalomethanes and add significantly to the total trihalomethane value in the finished drinking water analysis, then the sample set must be analyzed by the purge and trap method (5).

4. Apparatus

4.1 Extraction vessel—A 15 ml total volume glass vessel with a Teflon lined screw-cap is required to efficiently extract the samples.

4.1.1 For samples that do not form emulsions 10 ml screw-cap flasks with a Teflon faced septum (total volume is ml) are recommended. Flasks and caps—Pierce—#13310 or equivalent. Septa—Teflon silicone—Pierce #12718 or equivalent.

4.1.2 For samples that form emulsions (turbid source water) 15 ml screw cap centrifuge tubes with a Teflon cap liner are recommended. Centrifuge tube—Corning 8062-15 or equivalent.

4.2 Sampling containers—40 ml screw cap sealed with Teflon faced silicone septa. Vials and caps—Pierce #13075 or equivalent. Septa—Pierce #12722 or equivalent.

4.3 Micro syringes—10, 100 μl.

4.4 Micro syringe—25 μl with a 2-inch by 0.006-inch needle—Hamilton 702N or equivalent.

4.5 Syringes—10 ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).

4.6 Syringe valve—2-way with luer ends (2 each)—Hamilton #86570—1FM1 or equivalent.

4.7 Pipette—2.0 ml transfer.

4.8 Glass stoppered volumetric flasks—10 and 100 ml.

4.9 Gas chromatograph with linearized electron capture detector. (Recommended option—temperature programmable. See Section 4.12.)

4.10 Column A—4 mm ID x 2m long glass packed with 3% SP-1000 on Supelcoport (100/120 mesh) operated at 50°C with 60 ml/min flow. (See Figure 1 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.11 Column B—2 mm ID x 2m long glass packed with 10% squalane on Chromosorb WAW (80/100 mesh) operated at 67°C with 25 ml/min flow. This column is recommended as the primary analytical column. Trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane. (See Figure 2 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.12 Column C—2 mm ID x 3m long glass packed with 5% OV-11/4% SP-2100 on Supelcoport (100/120 mesh) temperature program 45°C for 12 minutes, then program at 1°/minute to 70°C with a 25 ml/min flow. (See Figure 3 for a sample chromatogram and Table I for retention data.)

4.13 Standard storage containers—15 ml amber screw-cap septum bottles with Teflon faced silicone septa. Bottles and caps—Pierce #19830 or equivalent. Septa—Pierce #12716 or equivalent.

5. Reagents

5.1 Extraction solvent—(See 3.1). Recommended—Pentane*. Alterna-

* Pentane has been selected as the best solvent for this analysis because it elutes, on all of the columns, well before any of the trihalomethanes. High altitudes or laboratory temperatures in excess of 75°F may make the use of this solvent impractical. For these reasons, alternative solvents are acceptable; however, the analyst may expe-

Footnotes continued on next page

tive—hexane, methylcyclohexane or 2,2,4-trimethylpentane.

5.2 Methyl alcohol—ACS Reagent Grade.

5.3 Free and combined chlorine reducing agents—Sodium thiosulfate ACS Reagent Grade—sodium sulfite ACS Reagent Grade.

5.4 Activated carbon—Filtrasorb—200, available from Calgon Corporation, Pittsburgh, PA, or equivalent.

5.5 Standards.[b]

5.5.1 Bromoform 96%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical, Incorporated, Columbia, S.C.

5.5.4 Chloroform 99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.6 Organic-free water—Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the procedure described herein.

5.6.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing carbon. Change the activated carbon whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.6.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free deionized water.

5.6.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant free inert gas through the water at 100 ml/minute for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle with a Teflon seal.

5.6.4 Test organic free water each day it is used by analyzing it according to Section 7.

5.7 Standard stock solutions.

5.7.1 Fill a 10.0 ml ground glass stoppered volumetric flask with approximately 9.8 ml of methyl alcohol.

5.7.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces dry.

5.7.3 Weigh the unstoppered flask to the nearest 0.1 mg.

5.7.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 to 3 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the reference standard falls directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.7.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.7.6 Transfer the standard solution to a dated and labeled 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA-approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.7.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.7.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.8 Aqueous calibration standard precautions.

5.8.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed:

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use a 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

Footnotes continued from last page

rience baseline variances in the elution areas of the trihalomethanes due to coelution of these solvents. The degree of difficulty appears to be dependent upon the design and condition of the electron capture detector. Such problems should be insignificant when concentrations of the coeluting trihalomethane are in excess of 5 μg/l.

[b] As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 7.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples and aqueous standards.

g. Aqueous standards, when stored with a headspace, are not stable and should be discarded after one hour. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4.9 and 7.2.

5.9 Calibration standards.

5.9.1 Prepare, from the standard stock solutions, a multicomponent secondary dilution mixture in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml of organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (± 25%) to that of the unknown. (See 8.1.)

5.9.2 Alternative calibration procedure.

5.9.2.1 Construct a calibration curve for each trihalomethane containing a minimum of 3 different concentrations. Two of the concentrations must bracket each unknown.

5.9.3 Extract and analyze the aqueous calibration standards in the same manner as the unknowns.

5.9.4 Other calibration procedures (7) which require the delivery of less than 20 μl of methanolic standards to 10.0 ml volumes of water contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (8).

5.10 Quality Check Standard Mixture.

5.10.1 Prepare, from the standard stock solutions, a secondary dilution mixture in methyl alcohol that contains 10.0 ng/μl of each compound. (See 5.7.6 and 5.7.8.)

5.10.2 Daily, prepare and analyze a 2.0 μg/l aqueous dilution from this mixture by dosing 20.0 μl into 100 ml of organic-free water (See Section 8.1).

6. *Sample Collection and Handling.*

6.1 The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow-mouth screw-cap bottles with the TFE fluorocarbon faced silicone septa cap liners are strongly recommended.

6.2 Glassware Preparation.

6.2.1 Wash all sample bottles, TFE seals, and extraction flasks in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry, then place in an 105° C oven for 1 hour, then allow to cool in an area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended periods of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.3) is added to all samples in order to arrest the formation of additional trihalomethanes after sample collection (7,9) and to eliminate the possibility of free chlorine reacting with impurities in the extraction solvent to form interfering organohalides. *DO NOT ADD THE REDUCING AGENT TO SAMPLES AT COLLECTION TIME WHEN DATA FOR MAXIMUM TRIHALOMETHANE FORMATION IS DESIRED.* If chemical stabilization is employed, then the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added in crystalline form to the empty sample bottle just prior to shipping to the sampling site. If chemical stabilization is not employed at sampling time then the reducing agent is added just before extraction.

6.4 Sample Collection.

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 The raw source water sample history should resemble the finished drinking water. The average retention time of the finished drinking water within the water plant should be taken into account when sampling the raw source water.

6.4.6 Sampling from a water tap.

6.4.6.1 Turn on the water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized.

Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.7 Sampling from an open body of water.

6.4.7.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representative area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as in 6.4.

6.4.8 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.9 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.9.1 Open the bottle and fill to overflowing. Place on a level surface. Position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.9.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample, then reseal bottle as above.

6.4.10 Sample blanks.

6.4.10.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.10.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of reducing agent to the blanks.

6.4.10.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.10.4 Store the blanks and the samples, collected at a given site (sample set), together in a protected area known to be free from contamination. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, duplicate raw source water, duplicate finished water and the duplicate sample blanks comprise the sample set).

6.5 When samples are collected and stored under these conditions, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of time (7). It is recommended that the samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Extraction and Analysis.*

7.1 Remove the plungers from two 10-ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

7.2 Open the sample bottle[1] (or standard) and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residue air while adjusting the sample volume to 10.0 ml. Close the valve.

7.3 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This syringe is reserved for a replicate analysis (see 8.3 and 8.4).

7.4 Pipette 2.0 ml of extraction solvent into a clean extraction flask.

7.5 Carefully inject the contents of the syringe into the extraction flask.

7.6 Seal with a Teflon faced septum.

7.7 Shake vigorously for 1 minute.

7.8 Let stand until the phases separate ($\int$60 seconds).

7.8.1 If the phases do not separate on standing then centrifugation can be used to facilitate separation.

7.9 Analyze the sample by injecting 3.0 µl (solvent flush technique, (8)) of the upper (organic) phase into the gas chromatograph.

8. *Analytical Quality Control.*

8.1 A 2 µg/l quality check standard (See 5.10) should be extracted and analyzed each day before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at 5 times the noise level are obtained from these data. In addition, the data obtained from the quality check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information the appropriate standards can be determined.

8.2 Analyze the sample blank and the raw source water to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.3.

8.3 Spiked samples.

[1] If for any reason the chemical reducing agent has not been added to the sample, then it must be added just prior to analyses at the rate of 2.5 to 3 mg/40 ml or by adding 1 mg directly to the sample in the extraction flask.

8.3.1 For those laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample analyzed should be a laboratory-generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.2 In those laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least one laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.3 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 8.3 and 8.4. If results are significantly different than those cited in Section 10.1, the analyst should check out the entire analysis scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

8.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

8.5 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

8.6 Quarterly, spike an EMSL-Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

8.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not, the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem.

8.7 It is important that the analyst be aware of the linear response characteristics of the electron capture system that is utilized. Calibration curves should be generated and rechecked quarterly for each trihalomethane over the concentration range encountered in the samples in order to confirm the linear response range of the system. Quantitative data cannot be calculated from non-linear responses. Whenever non-linear responses are noted, the analyst must dilute the sample for reanalysis.

8.8 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

8.8.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

8.8.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall within 10% of an established norm, the system is "out of control." The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

9. *Calculations.*

9.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 8.8.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 8.8.1 for a single column identification.

9.2 Calculate the concentration of each trihalomethane by comparing the peak heights or peak areas of the samples to those of the standards. Round off the data to the nearest μg/l or two significant Figures.

Concentration, μg/l = sample peak height/standard peak height × standard concentration, μg/l.

9.3 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l: TTHM (μg/l) = (conc. $CHCl_3$)+(conc. $CHBrCl_2$)+(conc. $CHBr_2Cl$)+(conc. $CHBr_3$)

9.4 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$LOD\ (\mu g/l) = \frac{(AXATT)}{(BXATT)} \times (2\ \mu g/l)$$

Where:

B = peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A = 5 times the noise level in mm at the exact retention time of the trihalomethane or the base line displacement in mm from theoretical zero at the exact retention time for the trihalomethane.

ATT = attenuation factor.

9.5 Report the results obtained from the lower limit of detection esti-

mates along with the data for the samples.

10. *Precision and Accuracy*

10.1 Single lab precision and accuracy. The data in Table II were generated by spiking organic-free water with trihalomethanes as described in 5.9. The mixtures were analyzed by the analyst as true unknowns.

TABLE 1.—*Retention Times for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column A	Column B	Column C
Chloroform	1.0	1.3	4.9
Bromodichloromethane	1.5	[a]2.5	11.0
Chlorodibromomethane	2.6	5.6	23.1
(Dibromochloromethane)			
bromoform	5.5	10.9	39.4

[a] On this column, trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane.

Table II.—*Single Laboratory Accuracy and Precision*

	Dose level µg/l	Number of samples	Mean µg/l	Precision relative standard deviation, percent	Accuracy percent recovery
Compound:					
$CHCl_3$	9.1	5	10	11	110
$CHCl_3$	69	3	73	5.3	106
$CHBrCl_2$	1.2	5	1.3	9.8	108
$CHBrCl_2$	12	2	15	1.4	125
$CHBr_2Cl$	2.7	5	2.0	17	74
$CHBr_2Cl$	17	3	16	9.9	94
$CHBr_3$	2.9	5	2.2	10	76
$CHBr_3$	14	3	16	12	114

REFERENCES

1. Mieure, J. P., "A Rapid and Sensitive Method for Determining Volatile Organohalides in Water," *Journal AWWA, 69*, 50, 1977.

2. Reding, R., et al. "THM's in Drinking Water: Analysis by LLE and Comparison to Purge and Trap", Organics Analysis in Water and Wastewater, STP 686 ASTM, 1979.

3. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Waste water Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

4. Budde, W. L., J. W. Eichelberger, "Organic Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

5. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Purge and Trap Method," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

6. Richard J. J.; G. A. Junk, "Liquid Extraction for Rapid Determination of Haiomethanes in Water, *Journal AWWA, 69* 62, January 1977.

7. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compounds, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 393, 1977.

8. White, L. D., et al. "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

9. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

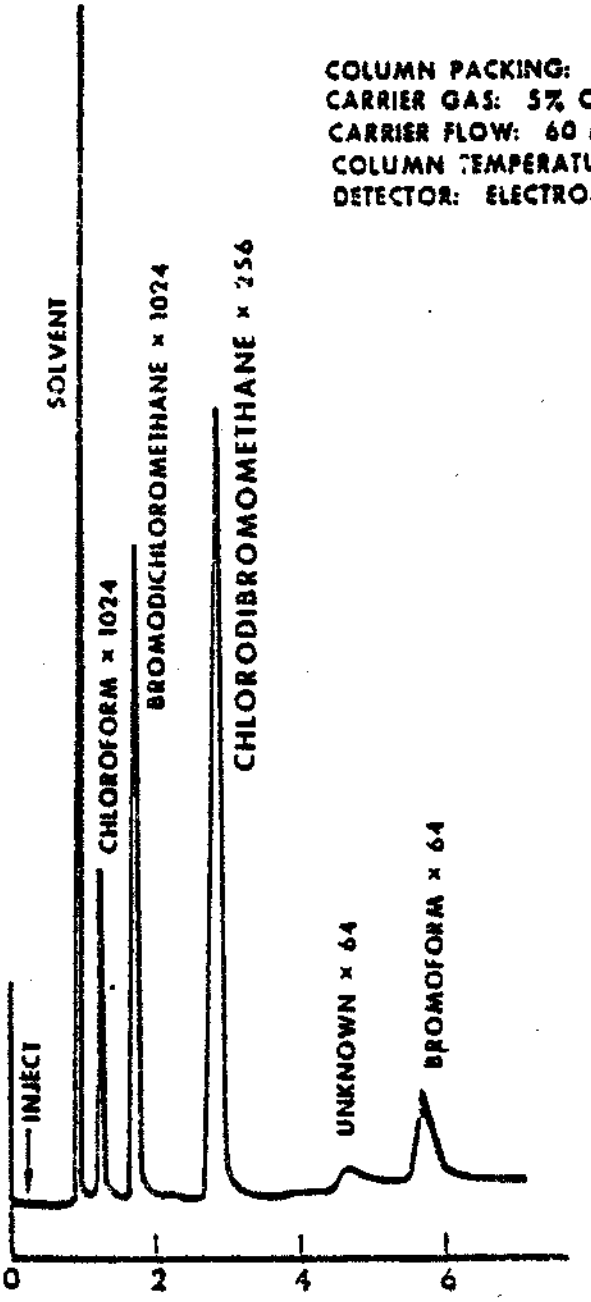


FIGURE 1. FINISHED WATER EXTRACT

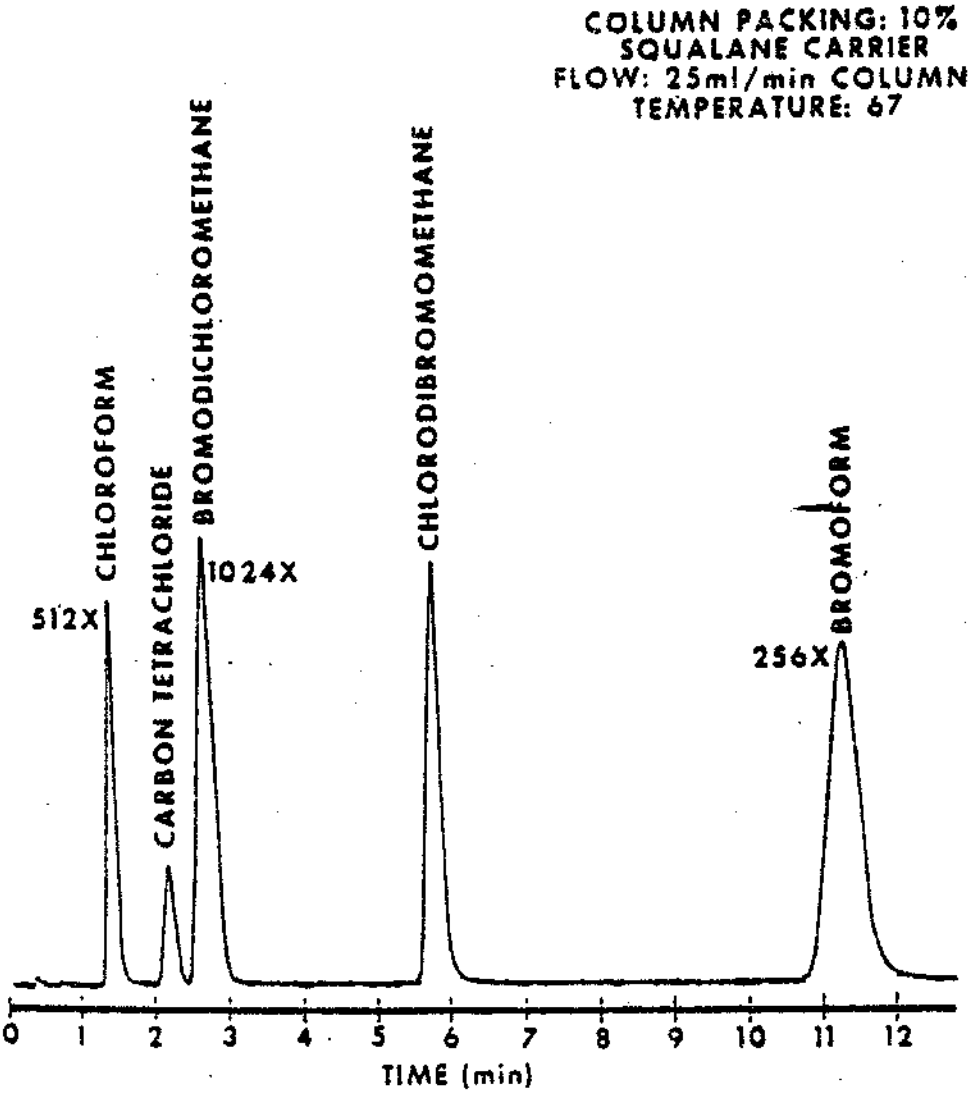


FIGURE 2. EXTRACT OF STANDARD

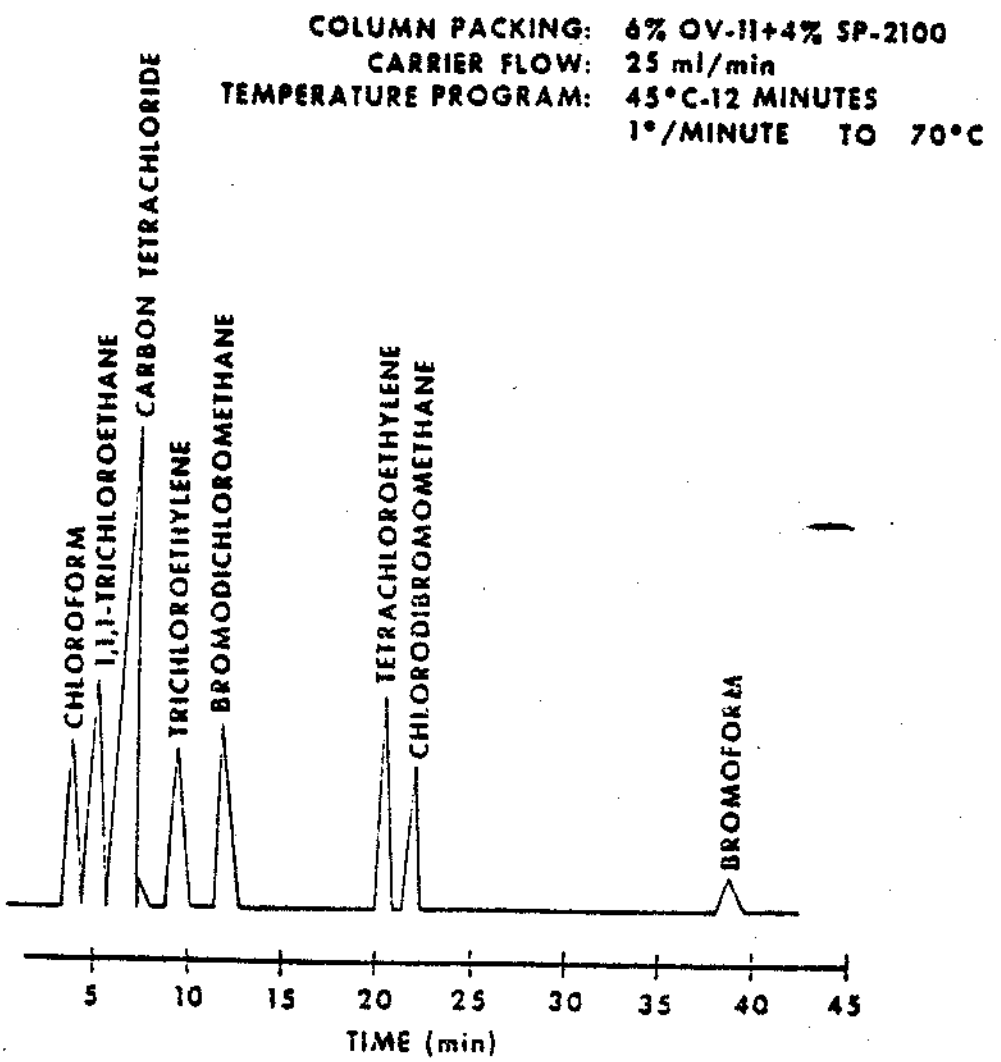


FIGURE 3. EXTRACT OF STANDARD

PART III—DETERMINATION OF MAXIMUM TOTAL TRIHALOMETHANE POTENTIAL (MTP)

The water sample used for this determination is taken from a point in the distribution system that reflects maximum residence time. Procedures for sample collection and handling are given in EMSL Methods 501.1 and 501.2. No reducing agent is added to "quench" the chemical reaction producing THMs at the time of sample collection. The intent is to permit the level of THM precursors to be depleted and the concentration of the THMs to be maximized for the supply being tested.

Four experimental parameters affecting maximum THM production are pH, temperature, reaction time and the presence of a disinfectant residual. These parameters are dealt with as follows:

Measure the disinfectant residual at the selected sampling point. Proceed only if a measurable disinfectant residual is present. Collect triplicate 40 ml water samples at the pH prevailing at the time of sampling, and prepare a method blank according to the EMSL methods. Seal and store these samples together for 7 days at 25°C or above. After this time period, open one of the sample containers and check for disinfectant residual. Absence of a disinfectant residual invalidates the sample for further analyses. Once a disinfectant residual has been demonstrated, open another of the sealed samples and determine total THM concentration using either of the EMSL analytical methods.

[45 FR 68672, Nov. 29, 1979]

Subpart D—Reporting, Public Notification and Record Keeping

§ 141.31 Reporting requirements.

(a) Except where a shorter reporting period is specified in this part, the supplier of water shall report to the State within 40 days following a test, measurement or analysis required to be made by this part, the results of that test, measurement or analysis.

(b) The supplier of water shall report to the State within 48 hours the failure to comply with any primary drinking water regulation (including failure to comply with monitoring requirements) set forth in this part.

(c) The supplier of water is not required to report analytical results to the State in cases where a State laboratory performs the analysis and reports the results to the State office which would normally receive such notification from the supplier.

§ 141.32 Public notification.

(a) If a community water system fails to comply with an applicable maximum contaminant level established in Subpart B, fails to comply with an applicable testing procedure established in Subpart C of this part, is granted a variance or an exemption from an applicable maximum contaminant level, fails to comply with the requirements of any schedule prescribed pursuant to a variance or exemption, or fails to perform any monitoring required pursuant to Section 1445 (a) of the Act, the supplier of water shall notify persons served by the system of the failure or grant by inclusion of a notice in the first set of water bills of the system issued after the failure or grant and in any event by written notice within three months. Such notice shall be repeated at least once every three months so long as the system's failure continues or the variance or exemption remains in effect. If the system issues water bills less frequently than quarterly, or does not issue water bills, the notice shall be made by or supplemented by another form of direct mail.

(b) If a community water system has failed to comply with an applicable maximum contaminant level, the supplier of water shall notify the public of such failure, in addition to the notification required by paragraph (a) of this section, as follows:

(1) By publication on not less than three consecutive days in a newspaper or newspapers of general circulation in the area served by the system. Such notice shall be completed within fourteen days after the supplier of water learns of the failure.

(2) By furnishing a copy of the notice to the radio and television stations serving the area served by the

chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

* * * * *

(d) At the discretion of the State, nitrate levels not to exceed 20 mg/l may be allowed in a non-community water system if the supplier of water demonstrates to the satisfaction of the State that:

(1) Such water will not be available to children under 6 months of age; and

(2) There will be continuous posting of the fact that nitrate levels exceed 10 mg/l and the potential health effects of exposure; and

(3) Local and State public health authorities will be notified annually of nitrate levels that exceed 10 mg/l; and

(4) No adverse health effects shall result.

3. Amending § 141.11(c) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

* * * * *

(c) Fluoride at optimum levels in drinking water has been shown to have beneficial effects in reducing the occurrence of tooth decay.

4. Amending § 141.14 (a)(1), (b)(1)(i), (b)(2)(i), and revising (d) to read as follows:

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

(a) * * *

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per compliance period pursuant to § 141.21(b) or (c), except that, at the primacy Agency's discretion systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample per month from the monthly calculation if: (i) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (A) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (B) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (C) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (ii) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (iii) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(1) * * *

(i) More than 10 percent of the portions (tubes) in any one month pursuant to § 141.21 (b) or (c) except that, at the State's discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (1) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (2) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (3) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and report the action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(2) * * *

(i) More than 60 percent of the portions (tubes) in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c), except that, State discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (1) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (2) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (iii) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates two consecutive daily check samples from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

* * * * *

(d) If an average MCL violation is caused by a single sample MCL violation, then the case shall be treated as one violation with respect to the public notification requirements of § 141.32.

8. Amending § 141.21 (a) and (c) to read as follows and adding (i):

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community and non-community water systems shall analyze or use the services of an approved laboratory for coliform bacteria to determine compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, Method 908A, Paragraphs 1, 2 and 3—pp. 916–918; Method 908D, Table 908: I—p. 923; Method 909A, pp. 928–935, or "Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Water and Wastes," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268—EPA–600/8–78–017, December 1978. Available from ORD Publications, CERI, U.S. EPA, Cincinnati, Ohio 45268. Part III, Section

B 1.0 through 2.6.2, pp. 106–112; 2.7 through 2.7.2(c), pp. 112–113; Part III, Section B 4.0 through 4.6.4(c), pp. 114–118, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters or 100 milliliters as described in § 141.14 (b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

* * * * *

(c) The supplier of water for a non-community water system shall be responsible for sampling coliform bacteria in each calendar quarter that the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after promulgation. The State can adjust the monitoring frequency on the basis of a sanitary survey, the existence of additional safeguards such as a protective and enforced well code, or accumulated analytical data. Such frequency shall be confirmed or modified on the basis of subsequent surveys or data. The frequency shall not be reduced until the non-community water system has performed at least one coliform analysis of its drinking water and shown to be in compliance with § 141.14.

* * * * *

(i) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

9. Amending § 141.22(a) to read as follows and adding (e):

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. If the State determines that a reduced sampling frequency in a non-community system will not pose a risk to public health, it can reduce the required sampling frequency. The option of reducing the turbidity frequency shall be permitted only in those public water systems that practice disinfection and which maintain an active residual disinfectant in the distribution system, and in those cases where the State has indicated in writing that no unreasonable risk to health existed under the circumstances of this option. The turbidity measurements shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, pp. 132–134; or Method 180.1, 1- Nephrometric Method.

* * * * *

(e) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

10. Amending § 141.23(a)(3), adding (a)(4) and amending (f) (1) through (10) to read as follows:

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) * * *

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground sources, analyses for nitrate shall be completed by December 24, 1980. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(4) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results and other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

* * * * *

(f) * * *

(1) Arsenic—Method [1] 206.2, Atomic Absorption Furnace Technique; or Method [1] 206.3, or Method [4] D2972–78A, or Method [2] 301.A VII, pp. 159–162, or Method [3] I–1062–78, pp. 61–63, Atomic Absorption—Gaseous Hydride; or Method [1] 206.4, or Method [4] D–2972–78A, or Method [2] 404–A and 404–B(4), Spectrophotometric, Silver Diethyldithiocarbamate.

(2) Barium—Method [1] 208.1, or Method [2] 301–A IV, pp. 152–155, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 208.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(3) Cadmium—Method [1] 213.1, or Method [4] 3557–78A or B, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 213.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(4) Chromium—Method [1] 218.1, or Method [4] D–1687–77D, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Chromium—Method [1] 218.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(5) Lead—Method [1] 239.1, or Method [4] D–3559–78A or B, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 239.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(6) Mercury—Method [1] 245.1, or Method [4] D–3223–79, or Method [2] 301–A VI, pp. 156–159, Manual Cold Vapor Technique; or Method [1] 245.2, Automated Cold Vapor Technique.

(7) Nitrate—Method [1] 352.1, or Method [4] D–992–71, or Method [2] 419–D, pp. 427–429, Colorimetric Brucine; or Method [1] 353.3, or Method [4] D–3867–79B, or Method [2] 419–C, pp. 423–427, Spectrometric, Cadmium Reduction; Method [1] 353.1, Automated Hydrazine Reduction; or Method [1] 353.2, or Method [4] D–3867–79A, or Method [2] 1005, pp. 620–624, Automated Cadmium Reduction.

(8) Selenium—Method [1] 270.2, Atomic Absorption Technique; or Method [1] 270.3; or Method [3] I–1667–78, pp. 217–220, or Method [4] D–3859–79, or Method [2] 301–A VII, pp. 159–162, Hydride Generation—Atomic Absorption Spectrophotometry.

(9) Silver—Method [1] 272.1, or Method [2] 301–A II, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 272.2, Atomic Absorption Techniques Furnace Technique.

(10) Fluoride—Electrode Method, or SPADNS Method, Method [2] 414–B and C, pp. 391–394, or Method [1] 340.1, "Colorimetric SPADNS with Bellack Distillation," or Method [1] 340.2, "Potentimetric Ion Selective Electrode;" or ASTM Method [4] D1179–72; or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, Method [2] 603, Automated Complexone Method (Alizarin Fluoride Blue) pp. 614–616; or Automated Electrode Method, "Fluoride in Water and Wastewater," Industrial Method #380–75WE, Technicon Industrial Systems, Tarrytown, New York 10591, February 1976, or "Fluoride in Water

---

[1] "Methods of Chemical Analysis of Water and Wastes," EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA-600/4-79-020), March 1979. Available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268. For approved analytical procedures for metals, the technique applicable to total metals must be used.

[2] "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, 1976.

[3] Techniques of Water—Resources Investigation of the United States Geological Survey, Chapter A–1, "Methods for Determination of Inorganic Substances in Water and Fluvial Sediments," Book 5, 1979, Stock #024–001–03177–9. Available from Superintendent of Documents, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. 20402.

[4] Annual Book of ASTM Standards, part 31 Water, American Society for Testing and Materials, 1976, Race Street, Philadelphia, Pennsylvania 19103.

and Wastewater Industrial Method #129-71W," Technicon Industrial Systems, Tarrytown, New York 10591, December 1972; or Fluoride, Total, Colorimetric, Zirconium—Eriochrome Cyanine R Method [3]—I-3325-78, pp. 365-367.

11. Amending § 141.24(a)(3), (e) and (f) to read as follows:

§ 141.24 Organic chemical sampling and analytical requirements.

(a) * * *

(3) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results and other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

* * * * *

(e) Analysis made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Methods for Organochlorine Pesticides and Chlorophenoxy Acid Herbicides in Drinking Water and Raw Source Water," available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268; or "Organochlorine Pesticides in Water," 1977 Annual Book of ASTM Standards, part 31, Water, Method D3086; or Method 509-A, pp. 555-565, [3] or Gas Chromatographic Methods for Analysis of Organic Substances in Water," [3] USGS, Book 5, Chapter A-5, pp. 24-39.

(f) Analysis made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Organochlorine Pesticides and Chlorophenoxy Acid Herbicides in Drinking Water and Raw Source Water," available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268; or "Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Water," 1977 Annual Book of ASTM Standards, part 31, Method D1478; or Method 509-B, pp. 565-572, [3] or Gas Chromatographic Methods for Analysis of Organic Substances in Water," [3] USGS, Book 5, Chapter A-5, pp. 24-39.

§ 141.25 [Amended]

12. Amending § 141.25 to add (e)

(e) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

13. Amending § 141.27(a) to read as follows:

[3] Copies of Water-Resources Investigation [illegible] United States Geological Survey, Chapter A-[illegible] Methods for Analysis of Organic Substances in Water, Book 5, 1972, Stock # 2401-1227. Available from Superintendent of Documents, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. [illegible]

§ 141.27 Alternate analytical techniques.

(a) With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. EPA, an alternate analytical technique may be employed. An alternate technique shall be accepted only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any MCL. The use of the alternate analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

14. Amending § 141.28 to read as follows:

§ 141.28 Approved laboratories.

(a) For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity, free chlorine residual, temperature and pH may be performed by any person acceptable to the State.

(b) Nothing in this Part shall be construed to preclude the State or any duly designated representative of the State from taking samples or from using the results from such samples to determine compliance by a supplier of water with the applicable requirements of this Part.

15. Amending § 141.31 (a) and (c) and adding paragraphs (d) and (e) to read as follows:

§ 141.31 Reporting requirements.

(a) Except where a shorter period is specified in this part, the supplier of water shall report to the State the results of any test measurement or analysis required by this part within (A) the first ten days following the month in which the result is received or (B) the first ten days following the end of the required monitoring period as stipulated by the State, whichever of these is shortest.

* * * * *

(d) The water supply system, within ten days of completion of each public notification required pursuant to § 141.32, shall submit to the State a representative copy of each type of notice distributed, published, posted, and/or made available to the persons served by the system and/or to the media.

(e) The water supply system shall submit to the State within the time stated in the request copies of any records required to be maintained under § 141.33 hereof or copies of any documents then in existence which the State or the Administrator is entitled to inspect pursuant to the authority of § 1445 of the Safe Drinking Water Act or the equivalent provisions of State law.

16. Amending § 141.32 (b)(3) and (d) to read as follows:

§ 141.32 Public notification.

* * * * *

(b) * * *

(3) Except that the requirements of this subsection (b) may be waived by the State if it determines that the violation has been corrected promptly after discovery, the cause of the violation has been eliminated, and there is no longer a risk to public health.

* * * * *

(d) If a non-community water system fails to comply with an applicable MCL established in Subpart B of this part, fails to comply with an applicable testing procedure established in Subpart C of this part, is granted a variance or an exemption from an applicable MCL, fails to comply with the requirements of any schedule prescribed pursuant to a variance or exemption, or fails to perform any monitoring requirement pursuant to section 1445(a) of the Act, the supplier of water shall give notices by continuous posting of such failure or granting of a variance or exemption to the persons served by the system as long as the failure or granting of a variance or exemption continues. The form and manner for such notices shall be prescribed by the State and shall ensure that the public using the system is adequately informed of the failure or granting of the variance or exemption.

17. Amending Subpart E to read as follows:

Subpart E—Special Monitoring Regulations for Organic Chemicals and Otherwise Unregulated Contaminants

§ 141.41 Special monitoring for sodium.

(a) Suppliers of water for community public water systems shall collect and analyze one sample per plant at the entry point of the distribution system for the determination of sodium concentration levels; samples must be collected and analyzed annually for systems utilizing surface water sources in whole or in part, and at least every three years for systems utilizing solely ground water sources. The minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. The supplier of water may be required by the State to collect and analyze water samples for sodium more

frequently in locations where the sodium content is variable.

(b) The supplier of water shall report to EPA and/or the State the results of the analyses for sodium within the first 10 days of the month following the month in which the sample results were received or within the first 10 days following the end of the required monitoring period as stipulated by the State, whichever of these is first. If more than annual sampling is required the supplier shall report the average sodium concentration within 10 days of the month following the month in which the analytical results of the last sample used for the annual average was received. The supplier of water shall not be required to report the results to EPA where the State has adopted this regulation and results are reported to the State. The supplier shall report the results to EPA where the State has not adopted this regulation.

(c) The supplier of water shall notify appropriate local and State public health officials of the sodium levels by written notice by direct mail within three months. A copy of each notice required to be provided by this paragraph shall be sent to EPA and/or the State within 10 days of its issuance. The supplier of water is not required to notify appropriate local and State public health officials of the sodium levels where the State provides such notices in lieu of the supplier.

(d) Analyses for sodium shall be performed by the flame photometric method in accordance with the procedures described in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, pp. 250–253; or by Method 273.1, Atomic Absorption—Direct Aspiration or Method 273.2, Atomic Absorption—Graphite Furnace, in "Methods for Chemical Analysis of Water and Waste," EMSL, Cincinnati, EPA, 1979; or by Method D1428–64(a) in Annual Book of ASTM Standards, part 31, Water.

18. Adding a § 141.42 to read as follows:

§ 141.42 Special monitoring for corrosivity characteristics.

(a) Suppliers of water for community public water systems shall collect samples from a representative entry point to the water distribution system for the purpose of analysis to determine the corrosivity characteristics of the water.

(1) The supplier shall collect two samples per plant for analysis for each plant using surface water sources wholly or in part or more if required by the State; one during mid-winter and one during mid-summer. The supplier of the water shall collect one sample per plant for analysis for each plant using ground water sources or more if required by the State. The minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples.

(2) Determination of the corrosivity characteristics of the water shall include measurement of pH, calcium hardness, alkalinity, temperature, total dissolved solids (total filterable residue), and calculation of the Langelier Index in accordance with paragraph (c) below. The determination of corrosivity characteristics shall only include one round of sampling (two samples per plant for surface water and one sample per plant for ground water sources). However, States may require more frequent monitoring as appropriate. In addition, States have the discretion to require monitoring for additional parameters which may indicate corrosivity characteristics, such as sulfates and chlorides. In certain cases, the Aggressive Index, as described in paragraph (c), can be used instead of the Langelier Index; the supplier shall request in writing to the State and the State will make this determination.

(b) The supplier of water shall report to EPA and/or the State the results of the analyses for the corrosivity characteristics within the first 10 days of the month following the month in which the sample results were received. If more frequent sampling is required by the State, the supplier can accumulate the data and shall report each value within 10 days of the month following the month in which the analytical results of the last sample was received. The supplier of water shall not be required to report the results to EPA where the State has adopted this regulation and results are reported to the State.

(c) Analyses conducted to determine the corrosivity of the water shall be made in accordance to the following methods:

(1) Langelier Index—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 203, pp. 61–63.

(2) Aggressive Index—"AWWA Standard for Asbestos-Cement Pipe, 4 in. through 24 in. for Water and Other Liquids," AWWA C400–77, Revision of C400–75, AWWA, Denver, Colorado.

(3) Total Filtrable Residue—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 208B, pp. 92–93; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 160.1.

(4) Temperature—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 212, pp. 125–126.

(5) Calcium hardness—EDTA Titrimetric Method "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 309B, pp. 202–206; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1126–67 (8).

(6) Alkalinity—Methyl Orange and point pH 4.5, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 403, pp. 278–281; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1067–70B; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 310.1.

(7) pH—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 424, pp. 460–465; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 150.1; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D129378 A or B.

(8) Chloride—Potentiometric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, p. 306.

(9) Sulfate—Turbidimetric Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 277–278, EPA, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 334–335, 14th Edition, pp. 496–498.

(d) Community water supply systems shall identify whether the following construction materials are present in their distribution system and report to the State:

- Lead from piping, solder, caulking, interior lining of distribution mains, alloys and home plumbing.
- Copper from piping and alloys, service lines, and home plumbing.
- Galvanized piping, service lines, and home plumbing.
- Ferrous piping materials such as cast iron and steel.
- Asbestos cement pipe.

In addition, States may require identification and reporting of other materials of construction present in distribution systems that may contribute contaminants to the drinking water, such as:

- Vinyl lined asbestos cement pipe.
- Coal tar lined pipes and tanks.

Appendix A—Response to Public Comments

Comments submitted to the Agency and statements presented at the public hearing in

[44 FR 53460, Sept. 13, 1979; 44 FR 54708, Sept. 21, 1979]

§ 257.3-7 Air.

(a) The facility or practice shall not engage in open burning of residential, commercial, institutional or industrial solid waste. This requirement does not apply to infrequent burning of agricultural wastes in the field, silvicultural wastes for forest management purposes, land-clearing debris, diseased trees, debris from emergency clean-up operations, and ordnance.

(b) The facility or practice shall not violate applicable requirements developed under a State implementation plan approved or promulgated by the Administrator pursuant to Section 110 of the Clean Air Act.

(c) As used in this section "open burning" means the combustion of solid waste without (1) control of combustion air to maintain adequate temperature for efficient combustion, (2) containment of the combustion reaction in an enclosed device to provide sufficient residence time and mixing for complete combustion, and (3) control of the emission of the combustion products.

[44 FR 53460, Sept. 13, 1979; 44 FR 54708, Sept. 21, 1979]

§ 257.3-8 Safety.

(a) *Explosive gases.* The concentration of explosive gases generated by the facility or practice shall not exceed:

(1) Twenty-five percent (25%) of the lower explosive limit for the gases in facility structures (excluding gas control or recovery system components); and

(2) The lower explosive limit for the gases at the property boundary.

(b) *Fires.* A facility or practice shall not pose a hazard to the safety of persons or property from fires. This may be accomplished through compliance with § 257.3-7 and through the periodic application of cover material or other techniques as appropriate.

(c) *Bird hazards to aircraft.* A facility or practice disposing of putrescible wastes that may attract birds and which occurs within 10,000 feet (3,048 meters) of any airport runway used by turbojet aircraft or within 5,000 feet (1,524 meters) of any airport runway used by only piston-type aircraft shall not pose a bird hazard to aircraft.

(d) *Access.* A facility or practice shall not allow uncontrolled public access so as to expose the public to potential health and safety hazards at the disposal site.

(e) As used in this section:

(1) "Airport" means public-use airport open to the public without prior permission and without restrictions within the physical capacities of available facilities.

(2) "Bird hazard" means an increase in the likelihood of bird/aircraft collisions that may cause damage to the aircraft or injury to its occupants.

(3) "Explosive gas" means methane (CH_4).

(4) "Facility structures" means any buildings and sheds or utility or drainage lines on the facility.

(5) "Lower explosive limit" means the lowest percent by volume of a mixture of explosive gases which will propagate a flame in air at 25°C and atmospheric pressure.

(6) "Periodic application of cover material" means the application and compaction of soil or other suitable material over disposed solid waste at the end of each operating day or at such frequencies and in such a manner as to reduce the risk of fire and to impede disease vectors' access to the waste.

(7) "Putrescible wastes" means solid waste which contains organic matter capable of being decomposed by microorganisms and of such a character and proportion as to be capable of attracting or providing food for birds.

§ 257.4 Effective date.

These criteria become effective October 15, 1979.

APPENDIX I

The maximum contaminant levels promulgated herein are for use in determining whether solid waste disposal activities comply with the ground-water criteria (§ 257.3-4). Analytical methods for these contaminants may be found in 40 CFR Part 141 which should be consulted in its entirety.

1. *Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.* The following are the maximum levels of inorganic chemicals other than fluoride:

Contaminant	Level (milligrams per liter)
Arsenic	0.05
Barium	1.
Cadmium	0.010
Chromium	0.05
Lead	0.05
Mercury	0.002
Nitrate (as N)	10.
Selenium	0.01
Silver	0.05

The maximum contaminant levels for fluoride are:

Temperature[1] degrees Fahrenheit	Degrees Celsius	Level (milligrams per liter)
53.7 and below	12 and below	2.4
53.8 to 58.3	12.1 to 14.6	2.2
58.4 to 63.8	14.7 to 17.6	2.0
63.9 to 70.6	17.7 to 21.4	1.8
70.7 to 79.2	21.5 to 26.2	1.6
79.3 to 90.5	26.3 to 32.5	1.4

[1] Annual average of the maximum daily air temperature.

2. *Maximum contaminant levels for organic chemicals.* The following are the maximum contaminant levels for organic chemicals:

	Level (milligrams per liter)
(a) Chlorinated hydrocarbons:	
Endrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-endo, endo-5,8-dimethano naphthalene)	0.0002
Lindane (1,2,3,4,5,6-Hexachlorocyclohexane, gamma isomer	0.004
Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2,2-bis (p-methoxyphenyl) ethane)	0.1
Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$-Technical chlorinated camphene, 67 to 69 percent chlorine)	0.005
(b) Chlorophenoxys:	
2,4-D (2,4-Dichlorophenoxy-acetic acid)	0.1
2,4,5-TP Silvex (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid)	0.01

3. *Maximum microbiological contaminant levels.* The maximum contaminant level for coliform bacteria from any one well is as follows:

(a) using the membrane filter technique:

(1) Four coliform bacteria per 100 milliliters if one sample is taken, or

(2) Four coliform bacteria per 100 milliliters in more than one sample of all the samples analyzed in one month.

(b) Using the five tube most probable number procedure, (the fermentation tube method) in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for Examination of Water and Waste Water", American Public Health Association, 13th Ed. pp. 662-668, and using a Standard sample, each portion being one fifth of the sample:

(1) If the standard portion is 10 milliliters, coliform in any five consecutive samples from a well shall not be present in three or more of the 25 portions, or

(2) If the standard portion is 100 milliliters, coliform in any five consecutive samples from a well shall not be present in five portions in any of five samples or in more than fifteen of the 25 portions.

4. *Maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity.* The following are the maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity:

(a) Combined radium-226 and radium-228—5 pCi/l;

(b) Gross alpha particle activity (including radium-226 but excluding radon and uranium)—15 pCi/l.

Appendix II

A. Processes to Significantly Reduce Pathogens

Aerobic digestion: The process is conducted by agitating sludge with air or oxygen to maintain aerobic conditions at residence times ranging from 60 days at 15° C to 40 days at 20° C, with a volatile solids reduction of at least 38 percent.

Air Drying: Liquid sludge is allowed to drain and/or dry on under-drained sand beds, or paved or unpaved basins in which the sludge is at a depth of nine inches. A minimum of three months is needed, two months of which temperatures average on a daily basis above 0° C.

Anaerobic digestion: The process is conducted in the absence of air at residence times ranging from 60 days at 20° C to 15 days at 35° to 55° C, with a volatile solids reduction of at least 38 percent.

Composting: Using the within-vessel, static aerated pile or windrow composting methods, the solid waste is maintained at minimum operating conditions of 40° C for 5 days. For four hours during this period the temperature exceeds 55° C.

Lime Stabilization: Sufficient lime is added to produce a pH of 12 after 2 hours of contact.

Other methods: Other methods or operating conditions may be acceptable if pathogens and vector attraction of the waste (volatile solids) are reduced to an extent equivalent to the reduction achieved by any of the above methods.

B. Processes to Further Reduce Pathogens

Composting: Using the within-vessel composting method, the solid waste is maintained at operating conditions of 55° C or greater for three days. Using the static aerated pile composting method, the solid waste is maintained at operating conditions of 55° C or greater for three days. Using the windrow composting method, the solid waste attains a temperature of 55° C or greater for at least 15 days during the composting period. Also, during the high temperature period, there will be a minimum of five turnings of the windrow.

Heat drying: Dewatered sludge cake is dried by direct or indirect contact with hot gases, and moisture content is reduced to 10 percent or lower. Sludge particles reach temperatures well in excess of 80° C, or the wet bulb temperature of the gas stream in contact with the sludge at the point where it leaves the dryer is in excess of 80° C.

Heat treatment: Liquid sludge is heated to temperatures of 180° C for 30 minutes.

Thermophilic Aerobic Digestion: Liquid sludge is agitated with air or oxygen to maintain aerobic conditions at residence times of 10 days at 55–60° C, with a volatile solids reduction of at least 38 percent.

Other methods: Other methods or operating conditions may be acceptable if pathogens and vector attraction of the waste (volatile solids) are reduced to an extent equivalent to the reduction achieved by any of the above methods.

Any of the processes listed below, if added to the processes described in Section A above, further reduce pathogens. Because the processes listed below, on their own, do not reduce the attraction of disease vectors, they are only add-on in nature.

Beta ray irradiation: Sludge is irradiated with beta rays from an accelerator at dosages of at least 1.0 megarad at room temperature (ca. 20° C).

Gamma ray irradiation: Sludge is irradiated with gamma rays from certain isotopes, such as ^{60}Cobalt and ^{137}Cesium, at dosages of at least 1.0 megarad at room temperature (ca. 20° C).

Pasteurization: Sludge is maintained for at least 30 minutes at a minimum temperature of 70° C.

Other methods: Other methods or operating conditions may be acceptable if pathogens are reduced to an extent equivalent to the reduction achieved by any of the above add-on methods.

PARTS 258–259—[RESERVED]

PART 260—HAZARDOUS WASTE MANAGEMENT SYSTEM: GENERAL

Subpart A—General

Sec.
260.1 Purpose, scope and applicability.
260.2 Availability of information, confidentiality of information.
260.3 Use of number and gender.

Subpart B—Definitions

260.10 Definitions.

Subpart C—Rulemaking Petitions

260.20 General.
260.21 Petitions for equivalent testing or analytical methods.
260.22 Petitions to amend Part 261 to exclude a waste produced at a particular facility.

APPENDIX I—OVERVIEW OF SUBTITLE C REGULATIONS

AUTHORITY: Secs. 1006, 2002(a), 3001 through 3007, 3010, and 7004, of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (42 U.S.C. 6905, 6912(a), 6921 through 6927, 6930, and 6974).

SOURCE: 45 FR 33073, May 19, 1980, unless otherwise noted.

EFFECTIVE DATE NOTE: At 45 FR 33073, May 19, 1980, Part 260 was revised, effective Nov. 19, 1980.

Subpart A—General

§ 260.1 Purpose, scope, and applicability.

(a) This part provides definitions of terms, general standards, and overview information applicable to Parts 260 through 265 of this Chapter.

(b) In this part: (1) Section 260.2 sets forth the rules that EPA will use in making information it receives available to the public and sets forth the requirements that generators, transporters, or owners or operators of treatment, storage, or disposal facilities must follow to assert claims of business confidentiality with respect to information that is submitted to EPA under Parts 260 through 265 of this Chapter.

(2) Section 260.3 establishes rules of grammatical construction for Parts 260 through 265 of this Chapter.

ess, that is intended to kill or inactivate pathogenic microorganisms.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 41 FR 28403, July 9, 1976; 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.3 Coverage.

This part shall apply to each public water system, unless the public water system meets all of the following conditions:

(a) Consists only of distribution and storage facilities (and does not have any collection and treatment facilities);

(b) Obtains all of its water from, but is not owned or operated by, a public water system to which such regulations apply;

(c) Does not sell water to any person; and

(d) Is not a carrier which conveys passengers in interstate commerce.

§ 141.4 Variances and exemptions.

Variances or exemptions from certain provisions of these regulations may be granted pursuant to Sections 1415 and 1416 of the Act by the entity with primary enforcement responsibility. Provisions under Part 142, *National Interim Primary Drinking Water Regulations Implementation*—Subpart E (Variances) and Subpart F (Exemptions)—apply where EPA has primary enforcement responsibility.

§ 141.5 Siting requirements.

Before a person may enter into a financial commitment for or initiate construction of a new public water system or increase the capacity of an existing public water system, he shall notify the State and, to the extent practicable, avoid locating part or all of the new or expanded facility at a site which:

(a) Is subject to a significant risk from earthquakes, floods, fires or other disasters which could cause a breakdown of the public water system or a portion thereof; or

(b) Except for intake structures, is within the floodplain of a 100-year flood or is lower than any recorded high tide where appropriate records exist. The U.S. Environmental Protection Agency will not seek to override land use decisions affecting public water systems siting which are made at the State or local government levels.

§ 141.6 Effective dates.

(a) Except as provided in paragraph (b) of this section, the regulations set forth in this part shall take effect on June 24, 1977.

(b) The regulations for total trihalomethanes set forth in § 141.12(c) shall take effect 2 years after the date of promulgation of these regulations for community water systems serving 75,000 or more individuals, and 4 years after the date of promulgation for communities serving 10,000 to 74,999 individuals.

[44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

Subpart B—Maximum Contaminant levels

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

(a) The maximum contaminant level for nitrate is applicable to both community water systems and non-community water systems. The levels for the other inorganic chemicals apply only to community water systems. Compliance with maximum contaminant levels for inorganic chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

(b) The following are the maximum contaminant levels for inorganic chemicals other than fluoride:

Contaminant	*Level, milligrams per liter*
Arsenic	0.05
Barium	1.
Cadmium	0.010
Chromium	0.05
Lead	0.05
Mercury	0.002
Nitrate (as N)	10.
Selenium	0.01
Silver	0.05

(c) When the annual average of the maximum daily air temperatures for the location in which the community water system is situated is the following, the maximum contaminant levels for fluoride are:

Temperature Degrees Fahrenheit	Degrees Celsius	Level, milligrams per liter
53.7 and below	12.0 and below	2.4
53.8 to 58.3	12.1 to 14.6	2.2
58.4 to 63.8	14.7 to 17.6	2.0
63.9 to 70.6	17.7 to 21.4	1.8
70.7 to 79.2	21.5 to 26.2	1.6
79.3 to 90.5	26.3 to 32.5	1.4

§ 141.12 Maximum contaminant levels for organic chemicals.

The following are the maximum contaminant levels for organic chemicals. The maximum contaminant levels for organic chemicals in paragraphs (a) and (b) of this section apply to all community water systems. Compliance with the maximum contaminant levels in paragraphs (a) and (b) is calculated pursuant to § 141.24. The maximum comtaminant level for total trihalomethanes in paragraph (c) of this section applies only to community water systems which serve a population of 10,000 or more individuals and which add a disinfectant (oxidant) to the water in any part of the drinking water treatment process. Compliance with the maximum contaminant level for total trihalomethanes is calculated pursuant to § 141.30.

	Level, milligrams per liter
(a) Chlorinated hydrocarbons:	
Endrin (1,2,3,4,10, 10-hexachloro-6, 7-epoxy-1,4, 4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-endo, endo-5,8-dimethano naphthalene).	0.0002
Lindane (1,2,3,4,5,6-hexachlorocyclo- hexane, gamma isomer).	0.004
Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2, 2-bis (p-methoxyphenyl) ethane).	0.1
Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$-Technical chlorinated camphene, 67-69 percent chlorine).	0.005
(b) Chlorophenoxys:	
2,4-D, (2,4-Dichlorophenoxyacetic acid)	0.1
2,4,5-TP Silvex (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid).	0.01
(c) Total trihalomethanes (the sum of the concentrations of bromodichloromethane, dibromochloromethane, tribromomethane (bromoform) and trichloromethane (chloroform))	0.10 mg/l.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.13 Maximum contaminant levels for turbidity.

The maximum contaminant levels for turbidity are applicable to both community water systems and noncommunity water systems using surface water sources in whole or in part. The maximum contaminant levels for turbidity in drinking water, measured at a representative entry point(s) to the distribution system, are:

(a) One turbidity unit (TU), as determined by a monthly average pursuant to § 141.22, except that five or fewer turbidity units may be allowed if the supplier of water can demonstrate to the State that the higher turbidity does not do any of the following:

(1) Interfere with disinfection;

(2) Prevent maintenance of an effective disinfectant agent throughout the distribution system; or

(3) Interfere with microbiological determinations.

(b) Five turbidity units based on an average for two consecutive days pursuant to § 141.22.

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

The maximum contaminant levels for coliform bacteria, applicable to community water systems and noncommunity water systems, are as follows:

(a) When the membrane filter technique pursuant to § 141.21(a) is used, the number of coliform bacteria shall not exceed any of the following:

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(2) Four per 100 milliliters in more than one sample when less than 20 are examined per month; or

(3) Four per 100 milliliters in more than five percent of the samples when 20 or more are examined per month.

(b) (1) When the fermentation tube method and 10 milliliter standard portions pursuant to § 141.21(a) are used, coliform bacteria shall not be present in any of the following:

(i) More than 10 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Three or more portions in more than one sample when less than 20 samples are examined per month; or

(iii) Three or more portions in more than five percent of the samples when 20 or more samples are examined per month.

(2) When the fermentation tube method and 100 milliliter standard portions pursuant to § 141.21(a) are used, coliform bacteria shall not be present in any of the following:

(i) More than 60 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Five portions in more than one sample when less than five samples are examined per month; or

(iii) Five portions in more than 20 percent of the samples when five or more samples are examined per month.

(c) For community or non-community systems that are required to sample at a rate of less than 4 per month, compliance with paragraph (a), (b)(1), or (b)(2) of this section shall be based upon sampling during a 3 month period, except that, at the discretion of the State, compliance may be based upon sampling during a one-month period.

§ 141.15 Maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity in community water systems.

The following are the maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity:

(a) Combined radium-226 and radium-228—5 pCi/1.

(b) Gross alpha particle activity (including radium-226 but excluding radon and uranium)—15 pCi/1.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.16 Maximum contaminant levels for beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in community water systems.

(a) The average annual concentration of beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in drinking water shall not produce an annual dose equivalent to the total body or any internal organ greater than 4 millirem/year.

(b) Except for the radionuclides listed in Table A, the concentration of man-made radionuclides causing 4 mrem total body or organ dose equivalents shall be calculated on the basis of a 2 liter per day drinking water intake using the 168 hour data listed in *"Maximum Permissible Body Burdens and Maximum Permissible Concentration of Radionuclides in Air or Water for Occupational Exposure,"* NBS Handbook 69 as amended August 1963, U.S. Department of Commerce. If two or more radionuclides are present, the sum of their annual dose equivalent to the total body or to any organ shall not exceed 4 millirem/year.

TABLE A.—*Average annual concentrations assumed to produce a total body or organ dose of 4 mrem/yr*

Radionuclide	Critical organ	pCi per liter
Tritium	Total body	20,000
Strontium-90	Bone marrow	8

[41 FR 28404, July 9, 1976]

Subpart C—Monitoring and Analytical Requirements

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community water systems and non-community water systems shall analyze for coliform bacteria for the purpose of determining compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 662–688, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters

of contamination and increased monitoring for microbiological contaminants would be recommended.

While the condition on nitrite has been deleted, the condition that states "no adverse health effects will result" has been retained. This condition is the final safeguard and is left as general guidance as a contingency if the other conditions are not met.

Several commenters felt that the proposed requirement that the suppliers notify local physicians was unclear and could impose a large burden for some supplies in the suburbs of a large city. This condition has been revised so that the supplier would notify appropriate local and State public health authorities on an annual basis. It is expected that the local and State health authorities would notify appropriate physicians in the locality of the public water system.

Economic and Energy Assessment

A detailed regulatory analysis of the proposed amendments was not conducted due to the routine nature of the amendments and the expected decrease in the economic burden associated with these amended NIPDWR. Further, these amendments are generally not expected to have significant impacts upon resources or reporting requirements. The economics associated with each of the amendments are explained below. Energy impacts are negligible.

Changes in the microbiological monitoring and reporting requirements should result in unquantifiable but known savings to local water supply facilities. The savings reflect fewer public notifications. Although these savings are relatively small on a national scale, they are significant to the water utilities affected.

It is anticipated that the amendment on alternate analytical methods will have a minimal economic impact. Laboratories that are presently using equipment for new alternate methods, will have cost savings, since the need for equipment purchase for the previously approved methods will be eliminated. No changes in costs are expected in laboratories that do not adopt these procedures. The overall economic effect of the amendment on alternate techniques should be no cost increase, and in some cases a cost savings, since a greater analytical flexibility will be provided.

Changes in the regulations which affect non-community water systems will result in savings associated with reduced monitoring and public notification. Again, the extent of these reductions will be small in terms of national costs, but may be significant for individual suppliers.

Changes in public notification requirements will decrease costs. Some of these savings will be significant for small supplies.

Changes in the fluoride regulations are only for clarification, and will not affect the associated cost in any way.

As indicated previously, a requirement for monitoring and notification of sodium concentrations in drinking water will result in new costs to drinking water utilities. Based upon $10 per sample analysis, total national annual costs associated with this regulation are estimated to be $450,000 with annual per capita costs for the smallest systems (25 customers) of $0.80 for surface supplies and $0.13 for groundwater supplies, and less than $0.01 for the largest systems of both source types. These new costs do not impact all systems since some States already require monitoring for sodium.

Monitoring for corrosivity characteristics does not require sophisticated equipment or procedures. Determination of the Langelier Index involves measurement of hardness, alkalinity, pH, total dissolved solids, and temperature (the Aggressive Index only requires hardness, alkalinity and pH); in many cases, the water system will be able to conduct the analyses in their own laboratory. For many of the smaller systems, States will likely continue providing analytical services to the utilities. Based upon an estimate of $20 per LI analysis by a commercial laboratory, the total one time national cost would be $1.5 million with maximum per capita costs for the smallest systems (25 customers) of $1.60 and $0.80 for surface and groundwater systems, respectively, and less than $0.01 per capita for the largest systems of both source types. Costs for each system associated with identifying the composition of materials of construction in the distribution systems are expected to be negligible.

In regard to reporting and resource impacts, it is expected that the reporting requirements will have negligible impacts because of the infrequency of monitoring and the fact that reporting would occur through the system already established and in use for compliance with the primary regulations. Thus, additional resources are not expected to be necessary at the Federal, State and local levels.

The effective date is immediately upon promulgation except that the requirements for sodium monitoring and reporting, determination of the types of materials in the distribution system, and monitoring and reporting corrosivity characteristics will be effective 18 months after date of promulgation. The sodium and corrosion requirements must be completed within 12 months following the effective date. The Statement of Basis and Purpose Document which provides additional supporting information for the sodium and corrosivity monitoring requirements is available upon request at EPA headquarters, 401 M Street, S.W., Washington, D.C., and for reading at EPA regional offices.

Under Executive Order 12044, EPA is required to judge whether a regulation is "significant" and therefore subject to the procedural requirements of the Order or whether it may follow other specialized development procedures. EPA labels these regulations "specialized." I have reviewed this regulation and determined that it is a specialized regulation not subject to the procedural requirements of Executive Order 12044.

Dated: August 19, 1980.

Barbara Blum,

Acting Administrator.

Accordingly, 40 CFR, Part 141, is amended as follows:

1. By revising § 141.6 (c) and (d) to read as follows:

§ 141.6 Effective dates.

* * * * *

(c) The regulations set forth in 141.11 (a), (c) and (d); 141.14(a)(1); 141.14(b)(1)(c); 141.14(b)(2)(i); 141.14(d); 141.21 (a), (c) and (i); 141.22 (a) and (e); 141.23 (a)(3) and (a)(4); 141.23(f); 141.24(a)(3); 141.24 (e) and (f); 141.25(e); 141.27(a); 141.28 (a) and (b); 141.31 (a), (c), (d) and (e); 141.32(b)(3); and 141.32(d) shall take effect immediately upon promulgation.

(d) The regulations set forth in 141.41 shall take effect 18 months from the date of promulgation. Suppliers must complete the first round of sampling and reporting within 12 months following the effective date.

(e) The regulations set forth in 141.42 shall take effect 18 months from the date of promulgation. All requirements in 141.42 must be completed within 12 months following the effective date.

2. Amending § 141.11 (a) and (d) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

(a) The MCL for nitrate is applicable to both community water systems and non-community water systems except as provided by in paragraph (d). The level for the other organic chemicals apply only to community water systems. Compliance with MCLs for inorganic

chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

* * * * *

(d) At the discretion of the State, nitrate levels not to exceed 20 mg/l may be allowed in a non-community water system if the supplier of water demonstrates to the satisfaction of the State that:

(1) Such water will not be available to children under 6 months of age; and

(2) There will be continuous posting of the fact that nitrate levels exceed 10 mg/l and the potential health effects of exposure; and

(3) Local and State public health authorities will be notified annually of nitrate levels that exceed 10 mg/l; and

(4) No adverse health effects shall result.

3. Amending § 141.11(c) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

* * * * *

(c) Fluoride at optimum levels in drinking water has been shown to have beneficial effects in reducing the occurrence of tooth decay.

4. Amending § 141.14 (a)(1), (b)(1)(i), (b)(2)(i), and revising (d) to read as follows:

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

(a) * * *

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per compliance period pursuant to § 141.21(b) or (c), except that, at the primacy Agency's discretion systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample per month from the monthly calculation if: (i) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (A) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (B) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (C) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (ii) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (iii) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(1) * * *

(i) More than 10 percent of the portions (tubes) in any one month pursuant to § 141.21 (b) or (c) except that, at the State's discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (*1*) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (*2*) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (*3*) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(2) * * *

(i) More than 60 percent of the portions (tubes) in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c), except that, State discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (*1*) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (*2*) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (iii) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates two consecutive daily check samples from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

* * * * *

(d) If an average MCL violation is caused by a single sample MCL violation, then the case shall be treated as one violation with respect to the public notification requirements of § 141.32.

8. Amending § 141.21 (a) and (c) to read as follows and adding (i):

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community and non-community water systems shall analyze or use the services of an approved laboratory for coliform bacteria to determine compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, Method 908A, Paragraphs 1, 2 and 3—pp. 916–918; Method 908D, Table 908: I—p. 923; Method 909A, pp. 928–935, or "Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Water and Wastes," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268—EPA–600/8–78–017, December 1978. Available from ORD Publications, CERI, U.S. EPA, Cincinnati, Ohio 45268. Part III, Section

40 CFR 261.33(e)

HAZARDOUS WASTE NO.	SUBSTANCE
P023	Acetaldehyde, chloro-
P002	Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-
P057	Acetamide, 2-fluoro-
P058	Acetic acid, fluoro-, sodium salt
P066	Acetimidic acid, N-[(methylcarbamoyl)oxy]thio-, methyl ester
P001	3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts
P002	1-Acetyl-2-thiourea
P003	Acrolein
P070	Aldicarb
P004	Aldrin
P005	Allyl alcohol
P006	Aluminum phosphide (R,T)
P007	5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol
P008	4-Aminopyridine
P009	Ammonium picrate (R)
P119	Ammonium vanadate
P010	Arsenic acid
P012	Arsenic(III) oxide
P011	Arsenic(V) oxide
P011	Arsenic pentoxide
P012	Arsenic trioxide
P038	Arsine, diethyl-
P054	Aziridine
P013	Barium cyanide
P024	Benzenamine, 4-chloro-
P077	Benzenamine, 4-nitro-

HWNO	SUBSTANCE
P028	Benzene, (chloromethyl)-
P042	1,2-Benzenediol, 4-[1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl]-
P014	Benzenethiol
P028	Benzyl chloride
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P021	Calcium cyanide
P123	Camphene, octachloro-
P103	Carbamimidoselenoic acid
P022	Carbon bisulfide
P022	Carbon disulfide
P095	Carbonyl chloride
P033	Chlorine cyanide
P023	Chloroacetaldehyde
P024	p-Chloroaniline
P026	1-(o-Chlorophenyl)thiourea
P027	3-Chloropropionitrile
P029	Copper cyanides
P030	Cyanides (soluble cyanide salts), not elsewhere specified
P031	Cyanogen
P033	Cyanogen chloride
P036	Dichlorophenylarsine
P037	Dieldrin
P038	Diethylarsine
P039	O,O-Diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] phosphorodithioate

HWNO	SUBSTANCE
P041	Diethyl-p-nitrophenyl phosphate
P040	O,O-Diethyl O-pyrazinyl phosphorothioate
P043	Diisopropyl fluorophosphate
P044	Dimethoate
P045	3,3-Dimethyl-1-(methylthio)-2-butanone, O-[(methylamino)carbonyl] oxime
P071	O,O-Dimethyl O-p-nitrophenyl phosphorothioate
P082	Dimethylnitrosamine
P046	alpha,alpha-Dimethylphenethylamine
P047	4,6-Dinitro-o-cresol and salts
P034	4,6-Dinitro-o-cyclohexylphenol
P048	2,4-Dinitrophenol
P020	Dinoseb
P085	Diphosphoramide, octamethyl-
P039	Disulfoton
P049	2,4-Dithiobiuret
P109	Dithiopyrophosphoric acid, tetraethyl ester
P050	Endosulfan
P088	Endothall
P051	Endrin
P042	Epinephrine
P046	Ethanamine, 1,1-dimethyl-2-phenyl-
P084	Ethenamine, N-methyl-N-nitroso-
P101	Ethyl cyanide
P054	Ethyleneimine
P097	Famphur
P056	Fluorine

HWNO	SUBSTANCE
P057	Fluoroacetamide
P058	Fluoroacetic acid, sodium salt
P065	Fulminic acid, mercury(II) salt (R,T)
P059	Heptachlor
P051	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,endo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P037	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,exo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P060	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo, endo-dimethanonaphthalene
P004	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo, exo-dimethanonaphthalene
P060	Hexachlorohexahydro-endo,endo-dimethanonaphthalene
P062	Hexaethyl tetraphosphate
P116	Hydrazinecarbothioamide
P068	Hydrazine, methyl-
P063	Hydrocyanic acid
P063	Hydrogen cyanide
P096	Hydrogen phosphide
P064	Isocyanic acid, methyl ester
P007	3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-
P092	Mercury, (acetato-O)phenyl-
P065	Mercury fulminate (R,T)
P016	Methane, oxybis(chloro-
P112	Methane, tetranitro- (R)
P118	Methanethiol, trichloro-
P059	4,7-Methano-1H-indene, 1,4,5,6,7,8,8-heptachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-
P066	Methomyl

HWNO	SUBSTANCE
P067	2-Methylaziridine
P068	Methyl hydrazine
P064	Methyl isocyanate
P069	2-Methyllactonitrile
P071	Methyl parathion
P072	alpha-Naphthylthiourea
P073	Nickel carbonyl
P074	Nickel cyanide
P074	Nickel(II) cyanide
P073	Nickel tetracarbonyl
P075	Nicotine and salts
P076	Nitric oxide
P077	p-Nitroaniline
P078	Nitrogen dioxide
P076	Nitrogen(II) oxide
P078	Nitrogen(IV) oxide
P081	Nitroglycerine (R)
P082	N-Nitrosodimethylamine
P084	N-Nitrosomethylvinylamine
P050	5-Norbornene-2,3-dimethanol, 1,4,5,6,7,7-hexachloro, cyclic sulfite
P085	Octamethylpyrophosphoramide
P087	Osmium oxide
P087	Osmium tetroxide
P088	7-Oxabicyclo[2.2.1]heptane-2,3-dicarboxylic acid
P089	Parathion
P034	Phenol, 2-cyclohexyl-4,6-dinitro-

HWNO	SUBSTANCE
P048	Phenol, 2,4-dinitro-
P047	Phenol, 2,4-dinitro-6-methyl-, and salts
P020	Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-
P009	Phenol, 2,4,6-trinitro-, ammonium salt (R)
P036	Phenyl dichloroarsine
P092	Phenylmercuric acetate
P093	N-Phenylthiourea
P094	Phorate
P095	Phosgene
P096	Phosphine
P041	Phosphoric acid, diethyl p-nitrophenyl ester
P044	Phosphorodithioic acid, O,O-dimethyl S-[2-(methylamino)-2-oxoethyl] ester
P043	Phosphorofluoridic acid, bis(1-methylethyl) ester
P094	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl S-(ethylthio)methyl ester
P089	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(p-nitrophenyl) ester
P040	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-pyrazinyl ester
P097	Phosphorothioic acid, O,O-dimethyl O-[p-((dimethylamino)-sulfonyl)phenyl] ester
P110	Plumbane, tetraethyl-
P098	Potassium cyanide
P099	Potassium silver cyanide
P070	Propanal, 2-methyl-2-(methylthio)-, O-[(methylamino)carbonyl]oxime
P101	Propanenitrile
P027	Propanenitrile, 3-chloro-
P069	Propanenitrile, 2-hydroxy-2-methyl-
P081	1,2,3-Propanetriol, trinitrate- (R)
P017	2-Propanone, 1-bromo-

HWNO	SUBSTANCE
P102	Propargyl alcohol
P003	2-Propenal
P005	2-Propen-1-ol
P067	1,2-Propylenimine
P102	2-Propyn-1-ol
P008	4-Pyridinamine
P075	Pyridine, (S)-3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl)-, and salts
P111	Pyrophosphoric acid, tetraethyl ester
P103	Selenourea
P104	Silver cyanide
P105	Sodium azide
P106	Sodium cyanide
P107	Strontium sulfide
P108	Strychnidin-10-one, and salts
P018	Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-
P108	Strychnine and salts
P115	Sulfuric acid, thallium(I) salt
P109	Tetraethyldithiopyrophosphate
P110	Tetraethyl lead
P111	Tetraethylpyrophosphate
P112	Tetranitromethane (R)
P062	Tetraphosphoric acid, hexaethyl ester
P113	Thallic oxide
P113	Thallium(III) oxide
P114	Thallium(I) selenide
P115	Thallium(I) sulfate

HWHO	SUBSTANCE
P045	Thiofanox
P049	Thioimidodicarbonic diamide
P014	Thiophenol
P116	Thiosemicarbazide
P026	Thiourea, (2-chlorophenyl)-
P072	Thiourea, 1-naphthalenyl-
P093	Thiourea, phenyl-
P123	Toxaphene
P118	Trichloromethanethiol
P119	Vanadic acid, ammonium salt
P120	Vanadium pentoxide
P120	Vanadium(V) oxide
P001	Warfarin
P121	Zinc cyanide
P122	Zinc phosphide (R,T)

F014—Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations.
F015—Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.

§ 261.32 [Amended]

9. Amend § 261.32 by removing the following waste streams:

K064—Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production.
K065—Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities.
K066—Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production.
K067—Electrolytic anode slimes/sludges from primary zinc production.
K068—Cadmium plant leachate residue (iron oxide) from primary zinc production.

10. Amend § 261.33 by revising the first sentence of paragraphs (c), (d), (e) and (f) to read as follows:

§ 261.33 Discarded commercial chemical products, off-specification species, containers, and spill residues thereof.

* * * * *

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic names listed in paragraph (e) of this section, or any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless: * * *

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill into or on any land or water of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section, or any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section. * * *

(e) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates or off-specification commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates referred to in paragraphs (c) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to be the small quantity exclusion defined in § 261.5(e). * * *

(f) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates, or off-specification commercial chemical products referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as toxic wastes (T) unless otherwise designated and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5 (a) and (f). * * *

* * * * *

11. Amend § 261.33(f) by removing the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U245	1-(p-Chlorobenzoyl)-5 methoxy-2-methylindole-3-acetic acid.
U246	Indomethacin.

12. Amend § 261.33(f) by adding the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U247	Methoxychlor.
U247	Ethane,1,1,1,-trichloro-2,2-bis(p-methoxyphenyl).

Appendix VII [Amended]

13. Amend Appendix VII of 40 CFR 261 by removing the following "Hazardous constituents for which listed" from the "Basis for Listing Hazardous Waste:"

F014—cyanide (complexed)
F015—cyanide (salts)
K064—lead, cadmium
K065—lead, cadmium
K066—lead, cadmium
K067—lead, cadmium
K068—lead, cadmium

14. Appendix VIII of 40 CFR 261 is revised to read as follows:

Appendix VIII

Hazardous Constituents

Acetonitrile (Ethanenitrile)
Acetophenone (Ethanone, 1-phenyl)
3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts (Warfarin)
2-Acetylaminofluorene (Acetamide, N-(9H-fluoren-2-yl)-)
Acetyl chloride (Ethanoyl chloride)
1-Acetyl-2-thiourea (Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-)
Acrolein (2-Propenal)
Acrylamide (2-Propenamide)
Acrylonitrile (2-Propenenitrile)
Aflatoxins
Aldrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a,8b-hexahydro-endo,exo-1,4:5,8-Dimethanonaphthalene)
Allyl alcohol (2-Propen-1-ol)
Aluminum phosphide
4-Aminobiphenyl ([1,1'-Biphenyl]-4-amine)
8-Amino-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8-(hydroxymethyl)-8a-methoxy-5-methylcarbamate azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, (ester) (Mitomycin C) (Azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, 6-amino-8-[((amino-carbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8amethoxy-5-methy-)
5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol (3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-)4-aminopyridine (4-Pyridinamine)
Amitrole (1H-1,2,4-Triazol-3-amine)
Aniline (Benzenamine)
Antimony and compounds, N.O.S.*
Aramite (Sulfurous acid, 2-chloroethyl-, 2-[4-(1,1-dimethylethyl)phenoxy]-1-methylethyl ester)
Arsenic and compounds, N.O.S.*
Arsenic acid (Orthoarsenic acid)
Arsenic pentoxide (Arsenic (V) oxide)
Arsenic trioxide (Arsenic (III) oxide)
Auramine (Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis[N,N-Dimethyl-, monohydrochloride)
Azaserine (L-Serine, diazoacetate (ester))
Barium and compounds, N.O.S.*
Barium cyanide
Benz[c]acridine (3,4-Benzacridine)
Benz[a]anthracene (1,2-Benzanthracene)
Benzene (Cyclohexatriene)
Benzenearsonic acid (Arsonic acid, phenyl-)
Benzene, dichloromethyl- (Benzal chloride)
Benzenethiol (Thiophenol)
Benzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'diamine)
Benzo[b]fluoranthene (2,3-Benzofluoranthene)
Benzo[j]fluoranthene (7,8-Benzofluoranthene)
Benzo[a]pyrene (3,4-Benzopyrene)
p-Benzoquinone (1,4-Cyclohexadienedione)
Benzotrichloride (Benzene, trichloromethyl-)
Benzyl chloride (Benzene, (chloromethyl)-)
Beryllium and compounds, N.O.S.*
Bis(2-chloroethoxy)methane (Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis[2-chloro-])
Bis(2-chloroethyl) ether (Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-])
N,N-Bis(2-chloroethyl)-2-naphthylamine (Chlornaphazine)
Bis(2-chloroisopropyl) ether (Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-])
Bis(chloromethyl) ether (Methane, oxybis[chloro-])
Bis(2-ethylhexyl) phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester)
Bromoacetone (2-Propanone, 1-bromo-)
Bromomethane (Methyl bromide)
4-Bromophenyl phenyl ether (Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-)
Brucine (Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-)
2-Butanone peroxide (Methyl ethyl ketone, peroxide)
Butyl benzyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl phenylmethyl ester)
2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol (DNBP) (Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-)
Cadmium and compounds, N.O.S.*
Calcium chromate (Chromic acid, calcium salt)
Calcium cyanide
Carbon disulfide (Carbon bisulfide)
Carbon oxyfluoride (Carbonyl fluoride)
Chloral (Acetaldehyde, trichloro-)
Chlorambucil (Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)amino]benzene-)

* The abbreviation N.O.S. (not otherwise specified) signifies those members of the general class not specifically listed by name in this appendix.

HAZARDOUS WASTE NO.	SUBSTANCE
U001	Acetaldehyde (I)
U034	Acetaldehyde, trichloro-
U187	Acetamide, N-(4-ethoxyphenyl)-
U005	Acetamide, N-9H-fluoren-2-yl-
U112	Acetic acid, ethyl ester (I)
U144	Acetic acid, lead salt
U214	Acetic acid, thallium(I) salt
U002	Acetone (I)
U003	Acetonitrile (I,T)
U004	Acetophenone
U005	2-Acetylaminofluorene
U006	Acetyl chloride (C,R,T)
U007	Acrylamide
U008	Acrylic acid (I)
U009	Acrylonitrile
U150	Alanine, 3-[p-bis(2-chloroethyl)amino]phenyl-, L-
U011	Amitrole
U012	Aniline (I,T)
U014	Auramine
U015	Azaserine
U010	Azirino(2',3':3,4)pyrrolo(1,2-a)indole-4,7-dione, 6-amino-8-[((aminocarbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8a-methoxy-5-methyl-
U157	Benz[j]aceanthrylene, 1,2-dihydro-3-methyl-
U016	Benz[c]acridine
U016	3,4-Benzacridine
U017	Benzal chloride
U018	Benz[a]anthracene
U018	1,2-Benzanthracene
U094	1,2-Benzanthracene, 7,12-dimethyl-
U012	Benzenamine (I,T)
U014	Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis(N,N-dimethyl-
U049	Benzenamine, 4-chloro-2-methyl-, hydrochloride
U093	Benzenamine, N,N-dimethyl-4-phenylazo-
U158	Benzenamine, 4,4'-methylenebis(2-chloro-
U222	Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride
U181	Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-
U019	Benzene (I,T)
U038	Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester
U030	Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-
U037	Benzene, chloro-
U190	1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride
U028	1,2-Benzenedicarboxylic acid, [bis(2-ethylhexyl)] ester
U069	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester
U088	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester
U102	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester
U107	1,2-Benzenedicarboxylic acid, di-n-octyl ester
U070	Benzene, 1,2-dichloro-
U071	Benzene, 1,3-dichloro-
U072	Benzene, 1,4-dichloro-
U017	Benzene, (dichloromethyl)-

HWNO	SUBSTANCE
U016	3,4-Benzacridine
U017	Benzal chloride
U018	Benz[a]anthracene
U018	1,2-Benzanthracene
U094	1,2-Benzanthracene, 7,12-dimethyl-
U012	Benzenamine (I,T)
U014	Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis(N,N-dimethyl-
U049	Benzenamine, 4-chloro-2-methyl-, hydrochloride
U093	Benzenamine, N,N-dimethyl-4-phenylazo-
U158	Benzenamine, 4,4'-methylenebis(2-chloro-
U222	Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride
U181	Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-
U019	Benzene (I,T)
U038	Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester
U030	Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-
U037	Benzene, chloro-
U190	1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride
U028	1,2-Benzenedicarboxylic acid, [bis(2-ethylhexyl)] ester
U069	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester
U088	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester
U102	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester
U107	1,2-Benzenedicarboxylic acid, di-n-octyl ester
U070	Benzene, 1,2-dichloro-
U071	Benzene, 1,3-dichloro-
U072	Benzene, 1,4-dichloro-
U017	Benzene, (dichloromethyl)-

HWNO	SUBSTANCE
U223	Benzene, 1,3-diisocyanatomethyl- (R,T)
U239	Benzene, dimethyl- (I,T)
U201	1,3-Benzenediol
U127	Benzene, hexachloro-
U056	Benzene, hexahydro- (I)
U188	Benzene, hydroxy-
U220	Benzene, methyl-
U105	Benzene, 1-methyl-2,4-dinitro-
U106	Benzene, 1-methyl-2,6-dinitro-
U203	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-allyl-
U141	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propenyl-
U090	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propyl-
U055	Benzene, (1-methylethyl)- (I)
U169	Benzene, nitro- (I,T)
U183	Benzene, pentachloro-
U185	Benzene, pentachloronitro-
U020	Benzenesulfonic acid chloride (C,R)
U020	Benzenesulfonyl chloride (C,R)
U207	Benzene, 1,2,4,5-tetrachloro-
U023	Benzene, (trichloromethyl)- (C,R,T)
U234	Benzene, 1,3,5-trinitro- (R,T)
U021	Benzidine
U202	1,2-Benzisothiazolin-3-one, 1,1-dioxide, and salts
U120	Benzo[j,k]fluorene
U022	Benzo[a]pyrene
U022	3,4-Benzopyrene
U197	p-Benzoquinone

HWNO	SUBSTANCE
U023	Benzotrichloride (C,R,T)
U050	1,2-Benzphenanthrene
U085	2,2'-Bioxirane (I,T)
U021	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine
U073	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine, 3,3'-dichloro-
U091	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine, 3,3'-dimethoxy-
U095	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine, 3,3'-dimethyl-
U024	Bis(2-chloroethoxy) methane
U027	Bis(2-chloroisopropyl) ether
U244	Bis(dimethylthiocarbamoyl) disulfide
U028	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
U246	Bromine cyanide
U225	Bromoform
U030	4-Bromophenyl phenyl ether
U128	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-
U172	1-Butanamine, N-butyl-N-nitroso-
U035	Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)amino]benzene-
U031	1-Butanol (I)
U159	2-Butanone (I,T)
U160	2-Butanone peroxide (R,T)
U053	2-Butenal
U074	2-Butene, 1,4-dichloro- (I,T)
U031	n-Butyl alcohol (I)
U136	Cacodylic acid
U032	Calcium chromate
U238	Carbamic acid, ethyl ester
U178	Carbamic acid, methylnitroso-, ethyl ester
U176	Carbamide, N-ethyl-N-nitroso-
U177	Carbamide, N-methyl-N-nitroso-
U219	Carbamide, thio-
U097	Carbamoyl chloride, dimethyl-
U215	Carbonic acid, dithallium(I) salt
U156	Carbonochloridic acid, methyl ester (I,T)
U033	Carbon oxyfluoride (R,T)
U211	Carbon tetrachloride
U033	Carbonyl fluoride (R,T)
U034	Chloral
U035	Chlorambucil
U036	Chlordane, technical
U026	Chlornaphazine
U037	Chlorobenzene
U039	4-Chloro-m-cresol
U041	1-Chloro-2,3-epoxypropane
U042	2-Chloroethyl vinyl ether
U044	Chloroform
U046	Chloromethyl methyl ether
U047	beta-Chloronaphthalene
U048	o-Chlorophenol
U049	4-Chloro-o-toluidine, hydrochloride
U032	Chromic acid, calcium salt
U050	Chrysene
U051	Creosote

HWNO	SUBSTANCE
U052	Cresols
U052	Cresylic acid
U053	Crotonaldehyde
U055	Cumene (I)
U246	Cyanogen bromide
U197	1,4-Cyclohexadienedione
U056	Cyclohexane (I)
U057	Cyclohexanone (I)
U130	1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-hexachloro-
U058	Cyclophosphamide
U240	2,4-D, salts and esters
U059	Daunomycin
U060	DDD
U061	DDT
U142	Decachlorooctahydro-1,3,4-metheno-2H-cyclobuta[c,d]-pentalen-2-one
U062	Diallate
U133	Diamine (R,T)
U221	Diaminotoluene
U063	Dibenz[a,h]anthracene
U063	1,2:5,6-Dibenzanthracene
U064	1,2:7,8-Dibenzopyrene
U064	Dibenz[a,i]pyrene
U066	1,2-Dibromo-3-chloropropane
U069	Dibutyl phthalate
U062	S-(2,3-Dichloroallyl) diisopropylthiocarbamate
U070	o-Dichlorobenzene

HWNO	SUBSTANCE
U071	m-Dichlorobenzene
U072	p-Dichlorobenzene
U073	3,3'-Dichlorobenzidine
U074	1,4-Dichloro-2-butene (I,T)
U075	Dichlorodifluoromethane
U192	3,5-Dichloro-N-(1,1-dimethyl-2-propynyl)benzamide
U060	Dichloro diphenyl dichloroethane
U061	Dichloro diphenyl trichloroethane
U078	1,1-Dichloroethylene
U079	1,2-Dichloroethylene
U025	Dichloroethyl ether
U081	2,4-Dichlorophenol
U082	2,6-Dichlorophenol
U240	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, salts and esters
U083	1,2-Dichloropropane
U084	1,3-Dichloropropene
U085	1,2:3,4-Diepoxybutane (I,T)
U108	1,4-Diethylene dioxide
U086	N,N-Diethylhydrazine
U087	O,O-Diethyl S-methyl dithiophosphate
U088	Diethyl phthalate
U089	Diethylstilbestrol
U148	1,2-Dihydro-3,6-pyridazinedione
U090	Dihydrosafrole
U091	3,3'-Dimethoxybenzidine
U092	Dimethylamine (I)

HWNO	SUBSTANCE
U093	Dimethylaminoazobenzene
U094	7,12-Dimethylbenz[a]anthracene
U095	3,3'-Dimethylbenzidine
U096	alpha,alpha-Dimethylbenzylhydroperoxide (R)
U097	Dimethylcarbamoyl chloride
U098	1,1-Dimethylhydrazine
U099	1,2-Dimethylhydrazine
U101	2,4-Dimethylphenol
U102	Dimethyl phthalate
U103	Dimethyl sulfate
U105	2,4-Dinitrotoluene
U106	2,6-Dinitrotoluene
U107	Di-n-octyl phthalate
U108	1,4-Dioxane
U109	1,2-Diphenylhydrazine
U110	Dipropylamine (I)
U111	Di-n-propylnitrosamine
U001	Ethanal (I)
U174	Ethanamine, N-ethyl-N-nitroso-
U067	Ethane, 1,2-dibromo-
U076	Ethane, 1,1-dichloro-
U077	Ethane, 1,2-dichloro-
U114	1,2-Ethanediylbiscarbamodithioic acid, salts and esters
U131	Ethane, 1,1,1,2,2,2-hexachloro-
U024	Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis[2-chloro-
U003	Ethanenitrile (I,T)

HWNO	SUBSTANCE
U117	Ethane, 1,1'-oxybis- (I)
U025	Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-
U184	Ethane, pentachloro-
U208	Ethane, 1,1,1,2-tetrachloro-
U209	Ethane, 1,1,2,2-tetrachloro-
U218	Ethanethioamide
U227	Ethane, 1,1,2-trichloro-
U247	Ethane, 1,1,1-trichloro-2,2-bis(p-methoxyphenyl)-
U043	Ethene, chloro-
U042	Ethene, 2-chloroethoxy-
U078	Ethene, 1,1-dichloro-
U079	Ethene, trans-1,2-dichloro-
U210	Ethene, 1,1,2,2-tetrachloro-
U173	Ethanol, 2,2'-(nitrosoimino)bis-
U004	Ethanone, 1-phenyl-
U006	Ethanoyl chloride (C,R,T)
U112	Ethyl acetate (I)
U113	Ethyl acrylate (I)
U238	Ethyl carbamate (Urethan)
U038	Ethyl 4,4'-dichlorobenzilate
U114	Ethylenebis(dithiocarbamic acid), salts and esters
U067	Ethylene dibromide
U077	Ethylene dichloride
U115	Ethylene oxide (I,T)
U116	Ethylenethiourea
U117	Ethyl ether (I)

HWNO	SUBSTANCE
U076	Ethylidene dichloride
U118	Ethyl methacrylate
U119	Ethyl methanesulfonate
U139	Ferric dextran
U120	Fluoranthene
U122	Formaldehyde
U123	Formic acid (C,T)
U124	Furan (I)
U125	2-Furancarboxaldehyde (I)
U147	2,5-Furandione
U213	Furan, tetrahydro- (I)
U125	Furfural (I)
U124	Furfuran (I)
U206	D-Glucopyranose, 2-deoxy-2-(3-methyl-3-nitrosoureido)-
U126	Glycidylaldehyde
U163	Guanidine, N-nitroso-N-methyl-N'-nitro-
U127	Hexachlorobenzene
U128	Hexachlorobutadiene
U129	Hexachlorocyclohexane (gamma isomer)
U130	Hexachlorocyclopentadiene
U131	Hexachloroethane
U132	Hexachlorophene
U243	Hexachloropropene
U133	Hydrazine (R,T)
U086	Hydrazine, 1,2-diethyl-
U098	Hydrazine, 1,1-dimethyl-

HWNO	SUBSTANCE
U099	Hydrazine, 1,2-dimethyl-
U109	Hydrazine, 1,2-diphenyl-
U134	Hydrofluoric acid (C,T)
U134	Hydrogen fluoride (C,T)
U135	Hydrogen sulfide
U096	Hydroperoxide, 1-methyl-1-phenylethyl- (R)
U136	Hydroxydimethylarsine oxide
U116	2-Imidazolidinethione
U137	Indeno[1,2,3-cd]pyrene
U139	Iron dextran
U140	Isobutyl alcohol (I,T)
U141	Isosafrole
U142	Kepone
U143	Lasiocarpine
U144	Lead acetate
U145	Lead phosphate
U146	Lead subacetate
U129	Lindane
U147	Maleic anhydride
U148	Maleic hydrazide
U149	Malononitrile
U150	Melphalan
U151	Mercury
U152	Methacrylonitrile (I,T)
U092	Methanamine, N-methyl- (I)
U029	Methane, bromo-

HWNO	SUBSTANCE
U045	Methane, chloro- (I,T)
U046	Methane, chloromethoxy-
U068	Methane, dibromo-
U080	Methane, dichloro-
U075	Methane, dichlorodifluoro-
U138	Methane, iodo-
U119	Methanesulfonic acid, ethyl ester
U211	Methane, tetrachloro-
U153	Methanethiol (I,T)
U225	Methane, tribromo-
U044	Methane, trichloro-
U121	Methane, trichlorofluoro-
U123	Methanoic acid (C,T)
U036	4,7-Methanoindan, 1,2,4,5,6,7,8,8-octachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-
U154	Methanol (I)
U155	Methapyrilene
U247	Methoxychlor
U154	Methyl alcohol (I)
U029	Methyl bromide
U186	1-Methylbutadiene (I)
U045	Methyl chloride (I,T)
U156	Methyl chlorocarbonate (I,T)
U226	Methyl chloroform
U157	3-Methylcholanthrene
U158	4,4'-Methylenebis(2-chloroaniline)
U132	2,2'-Methylenebis(3,4,6-trichlorophenol)
U068	Methylene bromide

HWNO	SUBSTANCE
U080	Methylene chloride
U122	Methylene oxide
U159	Methyl ethyl ketone (I,T)
U160	Methyl ethyl ketone peroxide (R,T)
U138	Methyl iodide
U161	Methyl isobutyl ketone (I)
U162	Methyl methacrylate (I,T)
U163	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine
U161	4-Methyl-2-pentanone (I)
U164	Methylthiouracil
U010	Mitomycin C
U059	5,12-Naphthacenedione, (8S-cis)-8-acetyl-10-[(3-amino-2,3,6-trideoxy-alpha-L-lyxo-hexopyranosyl)oxy]-7,8,9,10-tetrahydro-6,8,11-trihydroxy-1-methoxy-
U165	Naphthalene
U047	Naphthalene, 2-chloro-
U166	1,4-Naphthalenedione
U236	2,7-Naphthalenedisulfonic acid, 3,3'-[(3,3'-dimethyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diyl)-bis(azo)]bis(5-amino-4-hydroxy)-, tetrasodium salt
U166	1,4-Naphthoquinone
U167	1-Naphthylamine
U168	2-Naphthylamine
U167	alpha-Naphthylamine
U168	beta-Naphthylamine
U026	2-Naphthylamine, N,N-bis(2-chloroethyl)-
U169	Nitrobenzene (I,T)
U170	p-Nitrophenol
U171	2-Nitropropane (I)

HWNO	SUBSTANCE
U172	N-Nitrosodi-n-butylamine
U173	N-Nitrosodiethanolamine
U174	N-Nitrosodiethylamine
U111	N-Nitrosodi-n-propylamine
U176	N-Nitroso-N-ethylurea
U177	N-Nitroso-N-methylurea
U178	N-Nitroso-N-methylurethane
U179	N-Nitrosopiperidine
U180	N-Nitrosopyrrolidine
U181	5-Nitro-o-toluidine
U193	1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide
U058	2H-1,3,2-Oxazaphosphorine, 2-[bis(2-chloroethyl)amino]tetrahydro-, 2-oxide
U115	Oxirane (I,T)
U041	Oxirane, 2-(chloromethyl)-
U182	Paraldehyde
U183	Pentachlorobenzene
U184	Pentachloroethane
U185	Pentachloronitrobenzene
U242	Pentachlorophenol
U186	1,3-Pentadiene (I)
U187	Phenacetin
U188	Phenol
U048	Phenol, 2-chloro-
U039	Phenol, 4-chloro-3-methyl-
U081	Phenol, 2,4-dichloro-
U082	Phenol, 2,6-dichloro-

HWNO	SUBSTANCE
U101	Phenol, 2,4-dimethyl-
U170	Phenol, 4-nitro-
U242	Phenol, pentachloro-
U212	Phenol, 2,3,4,6-tetrachloro-
U230	Phenol, 2,4,5-trichloro-
U231	Phenol, 2,4,6-trichloro-
U137	1,10-(1,2-Phenylene)pyrene
U145	Phosphoric acid, lead salt
U087	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-methyl ester
U189	Phosphorous sulfide (R)
U190	Phthalic anhydride
U191	2-Picoline
U192	Pronamide
U194	1-Propanamine (I,T)
U110	1-Propanamine, N-propyl- (I)
U066	Propane, 1,2-dibromo-3-chloro-
U149	Propanedinitrile
U171	Propane, 2-nitro- (I)
U027	Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-
U193	1,3-Propane sultone
U235	1-Propanol, 2,3-dibromo-, phosphate (3:1)
U126	1-Propanol, 2,3-epoxy-
U140	1-Propanol, 2-methyl- (I,T)
U002	2-Propanone (I)
U007	2-Propenamide
U084	Propene, 1,3-dichloro-
U243	1-Propene, 1,1,2,3,3,3-hexachloro-

HWNO	SUBSTANCE
U009	2-Propenenitrile
U152	2-Propenenitrile, 2-methyl- (I,T)
U008	2-Propenoic acid (I)
U113	2-Propenoic acid, ethyl ester (I)
U118	2-Propenoic acid, 2-methyl-, ethyl ester
U162	2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester (I,T)
U233	Propionic acid, 2-(2,4,5-trichlorophenoxy)-
U194	n-Propylamine (I,T)
U083	Propylene dichloride
U196	Pyridine
U155	Pyridine, 2-[(2-(dimethylamino)ethyl)-2-thenylamino]-
U179	Pyridine, hexahydro-N-nitroso-
U191	Pyridine, 2-methyl-
U164	4(1H)-Pyrimidinone, 2,3-dihydro-6-methyl-2-thioxo-
U180	Pyrrole, tetrahydro-N-nitroso-
U200	Reserpine
U201	Resorcinol
U202	Saccharin and salts
U203	Safrole
U204	Selenious acid
U204	Selenium dioxide
U205	Selenium disulfide (R,T)
U015	L-Serine, diazoacetate (ester)
U233	Silvex
U089	4,4'-Stilbenediol, alpha,alpha'-diethyl-
U206	Streptozotocin

HWNO	SUBSTANCE
U135	Sulfur hydride
U103	Sulfuric acid, dimethyl ester
U189	Sulfur phosphide (R)
U205	Sulfur selenide (R,T)
U232	2,4,5-T
U207	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene
U208	1,1,1,2-Tetrachloroethane
U209	1,1,2,2-Tetrachloroethane
U210	Tetrachloroethylene
U212	2,3,4,6-Tetrachlorophenol
U213	Tetrahydrofuran (I)
U214	Thallium(I) acetate
U215	Thallium(I) carbonate
U216	Thallium(I) chloride
U217	Thallium(I) nitrate
U218	Thioacetamide
U153	Thiomethanol (I,T)
U219	Thiourea
U244	Thiram
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U223	Toluene diisocyanate (R,T)
U222	o-Toluidine hydrochloride
U011	1H-1,2,4-Triazol-3-amine
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane

HWNO	SUBSTANCE
U228	Trichloroethene
U228	Trichloroethylene
U121	Trichloromonofluoromethane
U230	2,4,5-Trichlorophenol
U231	2,4,6-Trichlorophenol
U232	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U234	sym-Trinitrobenzene (R,T)
U182	1,3,5-Trioxane, 2,4,6-trimethyl-
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil, 5-[bis(2-chloroethyl)amino]-
U237	Uracil mustard
U043	Vinyl chloride
U239	Xylene (I)
U200	Yohimban-16-carboxylic acid, 11,17-dimethoxy-18-

§ 261.31: Amended 11/12/80, Effective Date 11/19/80
Amended 1/16/81, Effective Date 7/16/81
Amended 5/20/81, Effective Date 5/20/81

§ 261.31 Hazardous waste from nonspecific sources.

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Generic		
F001	The following spent halogenated solvents used in degreasing: tetrachloroethylene, trichloroethylene, methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, carbon tetrachloride, and chlorinated fluorocarbons; and sludges from the recovery of these solvents in degreasing operations.	(T)
F002	The following spent halogenated solvents: tetrachloroethylene, methylene chloride, trichloroethylene, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane, ortho-dichlorobenzene, and trichlorofluoromethane; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(T)
F003	The following spent non-halogenated solvents: xylene, acetone, ethyl acetate, ethyl benzene, ethyl ether, methyl isobutyl ketone, n-butyl alcohol, cyclohexanone, and methanol; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(I)
F004	The following spent non-halogenated solvents: cresols and cresylic acid, and nitrobenzene; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(T)
F005	The following spent non-halogenated solvents: toluene, methyl ethyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, and pyridine; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(I, T)
F006	Wastewater treatment sludges from electroplating operations except from the following processes: (1) sulfuric acid anodizing of aluminum; (2) tin plating on carbon steel; (3) zinc plating (segregated basis) on carbon steel; (4) aluminum or zinc-aluminum plating on carbon steel; (5) cleaning/stripping associated with tin, zinc and aluminum plating on carbon steel; and (6) chemical etching and milling of aluminum.	(T)
F019	Wastewater treatment sludges from the chemical conversion coating of aluminum.	(T)
F007	Spent cyanide plating bath solutions from electroplating operations (except for precious metals electroplating spent cyanide plating bath solutions).	(R, T)
F008	Plating bath sludges from the bottom of plating baths from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating plating bath sludges).	(R, T)
F009	Spent stripping and cleaning bath solutions from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating spent stripping and cleaning bath solutions).	(R, T)
F010	Quenching bath sludge from oil baths from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat-treating quenching bath sludges).	(R, T)
F011	Spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning from metal heat treating operations (except for precious metals heat treating spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning).	(R, T)
F012	Quenching wastewater treatment sludges from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat treating quenching wastewater treatment sludges).	(T)
F014	Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations.	(T)
F015	Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.	(R, T)

§ 261.32: Amended 11/12/80, Effective Date 11/19/80
Amended 1/16/81, Effective Date 7/16/81
Amended 5/20/81, Effective Date 5/20/81

1 = Hazardous wastes promulgated 5/19/80, Effective Date 11/19/80
2 = " 7/16/80, Effective Date 1/16/81
3 = " 11/12/80, Effective Date 5/12/81
4 = " 1/16/81, Effective Date 7/16/81

§ 261.32 Hazardous waste from specific sources.

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Wood Preservation:		
K001 [1]	Bottom sediment sludge from the treatment of wastewaters from wood preserving processes that use creosote and/or pentachlorophenol	(T)
Inorganic Pigments:		
K002 [1]	Wastewater treatment sludge from the production of chrome yellow and orange pigments	(T)
K003 [1]	Wastewater treatment sludge from the production of molybdate orange pigments	(T)
K004 [1]	Wastewater treatment sludge from the production of zinc yellow pigments	(T)
K005 [1]	Wastewater treatment sludge from the production of chrome green pigments	(T)
K006 [1]	Wastewater treatment sludge from the production of chrome oxide green pigments (anhydrous and hydrated)	(T)
K007 [1]	Wastewater treatment sludge from the production of iron blue pigments	(T)
K008 [1]	Oven residue from the production of chrome oxide green pigments	(T)
Organic Chemicals:		
K009 [1]	Distillation bottoms from the production of acetaldehyde from ethylene	(T)
K010 [1]	Distillation side cuts from the production of acetaldehyde from ethylene	(T)
K011 [1]	Bottom stream from the wastewater stripper in the production of acrylonitrile	(R,T)
K013 [1]	Bottom stream from the acetonitrile column in the production of acrylonitrile	(R,T)
K014 [1]	Bottoms from the acetonitrile purification column in the production of acrylonitrile	(T)
K015 [1]	Still bottoms from the distillation of benzyl chloride	(T)
K016 [1]	Heavy ends or distillation residues from the production of carbon tetrachloride	(T)
K017 [1]	Heavy ends (still bottoms) from the purification column in the production of epichlorohydrin	(T)
K018 [1]	Heavy ends from the fractionation column in ethyl chloride production	(T)
K019 [1]	Heavy ends from the distillation of ethylene dichloride in ethylene dichloride production	(T)
K020 [1]	Heavy ends from the distillation of vinyl chloride in vinyl chloride monomer production	(T)
K021 [1]	Aqueous spent antimony catalyst waste from fluoromethanes production	(T)
K022 [1]	Distillation bottom tars from the production of phenol/acetone from cumene	(T)
K023 [1]	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from naphthalene	(T)
K024 [1]	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from naphthalene	(T)
K093 [3]	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene	(T)
K094 [3]	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene	(T)
K025 [1]	Distillation bottoms from the production of nitrobenzene by the nitration of benzene	(T)
K026 [1]	Stripping still tails from the production of methy ethyl pyridines	(T)
K027 [1]	Centrifuge and distillation residues from toluene diisocyanate production	(R,T)
K028 [1]	Spent catalyst from the hydrochlorinator reactor in the production of 1,1,1-trichloroethane	(T)
K029 [1]	Waste from the product steam stripper in the production of 1,1,1-trichloroethane	(T)
K095 [3]	Distillation bottoms from the production of 1,1,1-trichloroethane	(T)
K096 [3]	Heavy ends from the heavy ends column from the production of 1,1,1-trichloroethane	(T)
K030 [1]	Column bottoms or heavy ends from the combined production of trichloroethylene and perchloroethylene	(T)
K083 [4]	Distillation bottoms from aniline production	(T)
K103 [4]	Process residues from aniline extraction from the production of aniline	(T)
K104 [4]	Combined wastewater streams generated from nitrobenzene/aniline production	(T)
K085 [3]	Distillation or fractionation column bottoms from the production of chlorobenzenes	(T)
K105 [4]	Separated aqueous stream from the reactor product washing step in the production of chlorobenzenes	(T)
Inorganic Chemicals:		
K071 [3]	Brine purification muds from the mercury cell process in chlorine production, where separately prepurified brine is not used	(T)
K073 [3]	Chlorinated hydrocarbon waste from the purification step of the diaphragm cell process using graphite anodes in chlorine production	(T)
K106 [4]	Wastewater treatment sludge from the mercury cell process in chlorine production	(T)

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Pesticides:		
K031	By-product salts generated in the production of MSMA and cacodylic acid	(T)
K032	Wastewater treatment sludge from the production of chlordane	(T)
K033	Wastewater and scrub water from the chlorination of cyclopentadiene in the production of chlordane	(T)
K034	Filter solids from the filtration of hexachlorocyclopentadiene in the production of chlordane	(T)
K097	Vacuum stripper discharge from the chlordane chlorinator in the production of chlordane	(T)
K035	Wastewater treatment sludges generated in the production of creosote	(T)
K036	Still bottoms from toluene reclamation distillation in the production of disulfoton	(T)
K037	Wastewater treatment sludges from the production of disulfoton	(T)
K038	Wastewater from the washing and stripping of phorate production	(T)
K039	Filter cake from the filtration of diethylphosphorodithioic acid in the production of phorate	(T)
K040	Wastewater treatment sludge from the production of phorate	(T)
K041	Wastewater treatment sludge from the production of toxaphene	(T)
K098	Untreated process wastewater from the production of toxaphene	(T)
K042	Heavy ends or distillation residues from the distillation of tetrachlorobenzene in the production of 2,4,5-T	(T)
K043	2,6-Dichlorophenol waste from the production of 2,4-D	(T)
K099	Untreated wastewater from the production of 2,4-D	(T)
Explosives:		
K044	Wastewater treatment sludges from the manufacturing and processing of explosives	(R)
K045	Spent carbon from the treatment of wastewater containing explosives	(R)
K046	Wastewater treatment sludges from the manufacturing, formulation and loading of lead-based initiating compounds	(T)
K047	Pink/red water from TNT operations	(R)
Petroleum Refining:		
K048	Dissolved air flotation (DAF) float from the petroleum refining industry	(T)
K049	Slop oil emulsion solids from the petroleum refining industry	(T)
K050	Heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry	(T)
K051	API separator sludge from the petroleum refining industry	(T)
K052	Tank bottoms (leaded) from the petroleum refining industry	(T)
Iron and Steel:		
K061	Emission control dust/sludge from the primary production of steel in electric furnaces	(T)
K062	Spent pickle liquor from steel finishing operations	(C, T)
Primary Copper:		
K064	Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production	(T)
Primary Lead:		
K065	Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities	(T)
Primary Zinc:		
K066	Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production	(T)
K067	Electrolytic anode slimes/sludges from primary zinc production	(T)
K068	Cadmium plant leachate residue (iron oxide) from primary zinc production	(T)
Secondary Lead:		
K069	Emission control dust/sludge from secondary lead smelting	(T)
K100	Waste leaching solution from acid leaching of emission control dust/sludge from secondary lead smelting	(T)
Veterinary Pharmaceuticals:		
K084	Wastewater treatment sludges generated during the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds	(T)
K101	Distillation tar residues from the distillation of aniline-based compounds in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.	(T)
K102	Residue from the use of activated carbon for decolorization in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.	(T)
Ink Formulation:		
K086	Solvent washes and sludges, caustic washes and sludges, or water washes and sludges from cleaning tubs and equipment used in the formulation of ink from pigments, driers, soaps, and stabilizers containing chromium and lead.	(T)
Coking:		
K060	Ammonia still lime sludge from coking operations	(T)
K087	Decanter tank tar sludge from coking operations	(T)

quired by § 172.202 and those additional entries that may be required by § 172.203.

(i) Must be entered first, or

(ii) Must be entered in a color that clearly contrasts with any description on the shipping paper of a material not subject to the requirements of this subchapter, except that a description on a reproduction of a shipping paper may be highlighted, rather than printed, in a contrasting color (the provisions of this paragraph apply only to the basic description required by §§ 172.202(a) (1), (2), and (3)), or

(iii) Must be identified by the entry of an "X" placed before the proper shipping name in a column captioned "HM." (The "X" may be replaced by "RQ," if appropriate.)

(2) The required shipping description on a shipping paper and all copies thereof used for transportation purposes, must be legible and printed (manually or mechanically) in English.

(3) Unless it is specifically authorized or required in this subpart, the required shipping description may not contain any code or abbreviation.

(4) A shipping paper may contain additional information concerning the material provided the information is not inconsistent with the required description. Unless otherwise permitted or required by this subpart, additional information must be placed after the basic description required by § 172.202(a).

(i) When appropriate, the entries "IMCO" or "IMCO Class" may be entered immediately before or immediately following the class entry in the basic description.

(ii) For a material meeting the definition of more than one hazard class, the additional hazard class or classes may be entered after the hazard class in the basic description.

(b) *Name of shipper.* A shipping paper for a shipment by water must contain the name of the shipper.

[Amdt. 172-29A, 41 FR 40677, Sept. 20, 1976, as amended by Amdt. 172-29B, 41 FR 57067, Dec. 30, 1976; Amdt. 172-58, 45 FR 34697, May 22, 1980; Amdt. 172-58, 45 FR 74664, Nov. 10, 1980]

§ 172.202 Description of hazardous material on shipping papers.

(a) Ths shipping description of a hazardous material on the shipping paper must include—

(1) The proper shipping name prescribed for the material in § 172.101 or § 172.102 (when authorized);

(2) The hazard class prescribed for the material in the same section. Except for a proper shipping name that contains words describing more than one hazard class, inclusion of the hazard class is not required when the words of the proper shipping name contain the key word or words of the hazard class of the material, such as Flammable liquid; Poison B, liquid; Radioactive device; or Corrosive liquid;

(3) The identification number (preceded by "UN" or "NA" as appropriate) prescribed for the material in the same section; and

(4) Except for empty packagings, the total quantity (by weight, volume, or as otherwise appropriate) of the hazardous material covered by the description.

(b) Except as provided in this subpart, the basic description specified in paragraphs (a) (1), (2) and (3) of this section must be shown in sequence. For example: "Gasoline, Flammable liquid, UN1203".

(c) The total quantity of the material covered by one description must appear before or after, or both before and after, the description required and authorized by this subpart.

(1) Abbreviations may be used to specify the type of packaging and weight or volume. For example:" 40 cyl. Nitrogen, Non-flammable gas,UN1066, 800 pounds; 1 box Cement, liquid n.o.s., Flammable liquid, NA1133, 25 lbs."

(2) The type of and destination marks may be entered in any appropriate manner before or after the basic description.

(d) Technical and chemical group names may be entered in parentheses between the proper shipping name and hazard class.

[Amdt. 172-101, 45 FR 74665, Nov. 10, 1980]

§ 172.203 Additional description requirements.

(a) *Exemptions.* Each shipping paper issued in connection with a shipment made under an exemption must bear the notation "DOT-E" followed by the exemption number assigned and so located that the notation is clearly associated with the description to which the exemption applies.

(b) *Limited quantities.* The description for a material defined as "limited quantities" in this subchapter must include the words "Limited Quantities" or "Ltd. Qty." following the basic description.

(c) *Hazardous substances.* (1) If the proper shipping name for a mixture or solution that is a hazardous substance does not identify the constituents making it a hazardous substance, the name or names of such hazardous substance constituents as shown in § 172.101 shall be entered in association with the basic desciption. This requirement also applies when descriptions from the Optional Table in § 172.102 are used.

(2)The letters "RQ" shall be entered on the shipping paper either before or after the basic description required by § 172.202 for each hazardous substance (see definition in § 171.8). For example: " RQ, Cresol, Corrosive material, NA 2076" or "Adipic acid, ORM-E, NA 9077, RQ"

(d) *Radioactive material.* (1) The description for a shipment of radioactive material must include the following additional entries as appropriate:

(i) The name of each radionuclide in the radioactive material that is listed in § 173.390 of this subchapter. Abbreviations, e.g., "^{99}Mo" are authorized.

(ii) A description of the physical and chemical form of the material, if the material is not in special form (generic chemical description is acceptable for chemical form).

(iii) The activity contained in each package of the shipment in terms of curies, millicuries, or microcuries. Abbreviations are authorized.

(iv) The category of label applied to each package in the shipment. For example: "RADIOACTIVE WHITE-I."

(v) The transport index assigned to each package in the shipment bearing RADIOACTIVE YELLOW-II or RADIOACTIVE YELLOW-III labels.

(vi) For a shipment of fissile radioactive materials—

(A) The words "Fissile Exempt," if the package is exempt pursuant to § 173.396(a) of this subchapter, or

(B) If not exempt, the fissile class of each package in the shipment, pursuant to § 173.389(a) of this subchapter; and

(C) For a Fissile Class III shipment, the additional notation: "Warning—Fissile Class III Shipment. Do not Load More Than * * * Packages per Vehicle." (Asterisks to be replaced by appropriate number.) "In loading and Storage Areas, Keep at Least 20 Feet (6 Meters) from Other Packages Bearing Radioactive Labels."

(D) If a Fissile Class III shipment is to be transported by water, the supplementary notation must also include the following statement: "For shipment by water, only one Fissile Class III shipment is permitted in each hold."

(vii) For a package approved by the U.S. Energy Research and Development Administration (ERDA) or U.S. Nuclear Regulatory Commission (USNRC), a notation of the package identification marking as prescribed in the applicable ERDA or USNRC approval. (See § 173.393a of the subchapter.)

(viii) For an export shipment or a shipment in a foreign made package, a notation of the package identification marking as prescribed in the applicable International Atomic Energy Agency (IAEA) Certificate of Competent Authority which has been issued for the package. (See § 173.393b(a)(3) of the subchapter.)

(ix) For a shipment of radioactive materials being offered and accepted for transportation and transported within the United States under the provisions of § 171.12(e) of this subchapter, the shipping paper shall be annotated with the following entry:

This shipment contains packages of Type A/low specific activity radioactive materials limited in accordance with the 1973 IAEA Regulations, pursuant to the provisions of 49 CFR 171.12(e). (Non-applicable entry to be deleted.)

sible for the material meeting the definition of one of these classes. In such cases, only the technical name of the component that is not appropriately identified in the n.o.s. description shall be entered in parentheses. For example: "Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (contains Xylene), Flammable liquid, UN2758."

(iii) To the identification of more than one hazardous material in a mixture prior to July 1, 1981.

(3) The entry "Skin corrosive only" must be included to also authorize "under deck" stowage for corrosive liquid, n.o.s. and corrrosive solid, n.o.s. that meet only the corrosion to skin criteria of § 173.240(a)(1).

(i) The n.o.s. description for the material (other than a mixture of hazardous materials of different classes meeting the definition of more than one hazard class) contains the name ot the of the chemical element or group which is primarily responsible for the material being included in the hazard class indicated. For example: "Mercury compound, n.o.s., solid, Poison B, UN 2025."

(ii) The n.o.s. description for the material (which is a mixture of hazardous materials of different classes meeting the definition of more than one hazard class) contains the name of the chemical element or group responsible for the material meeting the definition of these classes. In such cases, only the technical name of the component that is not appropriately identified in the n.o.s. description shall be entered in parentheses.

For example: "Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (contains Xylene), Flammable liquid, UN 2758."

(j) *Dangerous When Wet.* The words "Dangerous When Wet" shall be entered on the shipping paper in association with the basic description when a package covered by the basic description is required to be labeled with a DANGEROUS WHEN WET label.

(1) This requirement does not apply prior to July 1, 1981.

(k) *Poisonous materials.* Notwithstanding the class to which a material is assigned—

(1) If the name of the compound or principal constituent that causes a material to meet the definition of a poison (according to this subchapter) is not included in the proper shipping name for the material, the name of that compound or constituent shall be entered on the shipping paper in association with the shipping description for the material. The name of the compound or principal constituent may be either a technical name or any name for the material that is listed in the NIOSH Registry. This subparagraph does not apply to—

(i) A material having a proper shipping name that includes the chemical element or group which causes the material to be a poison.

(ii) Limited Quantities.

(2) If a liquid or solid material in a package meets the definition of a poison according to this subchapter, and the fact that it is a poison is not disclosed in the shipping name or class entry, the word "Poison" shall be entered on the shipping paper in association with the shipping description.

(3) The provisions of paragraphs (k) (1) and (2) of this section do not apply—

(i) To consumer commodities, ORM-D, or

(ii) To compounds or principal constituents that would cause death by corrosive destruction to tissue rather than by systemic poisoning.

(iii) Prior to July 1, 1981.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808)

[Amdt. 172-29A, 41 FR 40677, Sept. 20, 1976, as amended by Amdt. 172-29B, 41 FR 57067, Dec. 30, 1976; Amdt. 172-41, 43 FR 10918, Mar. 16, 1978; Amdt. 172-45, 43 FR 39791, Sept. 7, 1978]

NOTE: For amendments to § 172.203, see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

EFFECTIVE DATE NOTE: At 45 FR 62081, Sept. 18, 1980, § 172.203(f) was revised, effective July 1, 1983. For the convenience of the user the new text appears below.

§ 172.203 Additional description requirements.

* * * * *

(f) *Transportation by air.* When a package containing a hazardous material is offered for transportation by air and this subchapter prohibits its transportation aboard passenger-carrying aircraft, the words "Cargo aircraft only" must be entered after the basic description. However, until July 1, 1983, the words "Cargo-only aircraft" may be used.

the waters of the contiguous zone, with or without a warrant arrest any person who in his presence or view violates a provision of section 311 of the Act or any regulation issued thereunder, and execute any warrant or other process issued by an officer or court of competent jurisdiction, as prescribed in section 311(m) of the Act.

(b) The Chief, Office of Marine Environment and Systems, is delegated authority to—

(1) Carry out, in coastal waters, the functions contained in section 311(d) of the Act which are, whenever a marine disaster has created a substantial threat of a pollution hazard from a vessel, to coordinate and direct all public and private efforts directed at the removal or elimination of that threat, and to summarily remove and if necessary destroy that vessel;

(2) Authorize for each discharge of oil or hazardous substance an expenditure in excess of $1,000,000 from the Pollution Fund for costs allowed in § 153.407; and

(3) Determine an imminent and substantial threat to the public health or welfare of the United States because of an actual or threatened discharge of oil or hazardous substance into or upon the navigable waters of the United States from aircraft, motor vehicles, rolling stock, or pipeline system, and through the Chief Counsel secure the relief necessary to abate that actual or threatened discharge through the United States Attorney of the district in which the threat occurs, as prescribed in section 311(e) of the Act.

(c) Each Coast Guard official predesignated as On-Scene Coordinator by the applicable Regional Contingency Plan is delegated authority, pursuant to section 311(c)(1) of the Act, to remove or arrange for the removal of any oil or hazardous substance discharged into or upon the navigable waters of the United States, adjoining shorelines, or into or upon the waters of the contiguous zone, unless he determines that the removal is being done properly by the owner of the vessel or facility from which the discharge occurs.

§ 153.107 Redelegation.

Except for the authority granted in § 153.105(a)(5), (b)(3), and (c), each Coast Guard officer to whom authority is granted in § 153.105 may redelegate and authorize successive redelegations of that authority within the command under his jurisdiction, or to members of his staff.

Subpart B—Notice of the Discharge of Oil or a Hazardous Substance

§ 153.201 Purpose.

The purpose of this subpart is to prescribe the manner in which the notice required in section 311(b)(5) of the Act is to be given and to list the government officials to receive that notice.

§ 153.203 Procedure for the notice of discharge.

(a) Before January 1, 1977, any person in charge of a vessel or an onshore or offshore facility shall, as soon as he has knowledge of any discharge of oil or a hazardous substance from that vessel or facility in violation of section 311(b)(3) of the Act, immediately notify by telephone, radio telecommunication, or a similar means of rapid communication, one of the following persons:

(1) Duty Officer, National Response Center, U.S. Coast Guard, 400 Seventh Street, SW, Washington, D.C. 20590, toll free telephone number 800-424-8802.

(2) The government official predesignated in the applicable Regional Contingency Plan as the On-Scene Coordinator for the geographic area in which the discharge occurs.

NOTE: Regional Contingency Plans are available at Coast Guard District Offices and Environmental Protection Agency (EPA) Regional Offices, as indicated in Table 2. Coast Guard District Office and EPA Regional Office addresses are listed in Table 1.

(3) Commanding Officer or Officer-in-Charge of any Coast Guard unit in the vicinity of the discharge, or in the case of a discharge into the Panama Canal Zone, the Marine Traffic Control in Cristobal or Balboa

(4) Commander of the Coast Guard district in which the discharge occurs.

NOTE: Coast Guard Districts and corresponding states may be found in Part 3 of this Chapter.

(b) After December 31, 1976, any person in charge of a vessel or an onshore or offshore facility shall, as soon as he has knowledge of any discharge of oil or a hazardous substance from that vessel or facility in violation of section 311(b)(3) of the Act, immediately notify by telephone, radio telecommunication, or a similar means of rapid communication the official designated in paragraph (a)(1) of this section, except as prescribed in paragraph (c) and (d) of this section.

(c) If after December 31, 1976, to give notice as prescribed in paragraph (b) of this section is impractical, notice may be given to the officials listed in paragraphs (a)(2) through (a)(4) of this section in order of priority.

(d) After December 31, 1976 any person in charge of a vessel or an onshore or offshore facility shall, as soon as he has knowledge of any discharge of oil or a hazardous substance occurring in Alaska or Hawaii from that vessel or facility in violation of section 311(b)(3) of the Act, immediately notify by telephone, radio telecommunications, or a similar means of rapid communications any of the officials listed in paragraphs (a)(2) through (a)(4) of this section.

§ 153.205 Fines.

Section 311(b)(5) of the Act prescribes that any person who fails to notify the appropriate agency of the United States Government immediately of a discharge is, upon conviction, subject to a fine of not more than $10,000, or to imprisonment of not more than one year, or both.

TABLE 1—ADDRESSES AND TELEPHONE NUMBERS OF COAST GUARD DISTRICT OFFICES AND EPA REGIONAL OFFICES

	Address	Telephone
EPA REGIONAL OFFICES		
Region I	Room 2403, John F. Kennedy Federal Bldg., Boston, Mass. 02203	617-223-7265
	Room 908, 26 Federal Plaza, New York, N.Y. 10007	201-548-8730
III	Curtis Bldg., 6th and Walnut Sts., Philadelphia, Pa. 19106	215-597-9898
IV	1421 Peachtree St., NE., Atlanta, Ga. 30309	404-526-5062
V	230 S. Dearborn Ave., Chicago, Ill. 60604	312-896-7591
VI	Suite 1600, 1600 Patterson St., Dallas, Tex. 75201	214-749-3840
VII	1735 Baltimore Ave., Kansas City, Mo. 64108	816-374-3778
VIII	Suite 900, 1860 Lincoln St., Denver, Colo. 80203	303-837-3880
IX	100 California St., San Francisco, Calif. 94111	415-556-6254
X	1200 6th Ave., Seattle, Wash. 98101	206-442-1200
COAST GUARD DISTRICT OFFICES		
District		
1st	150 Causeway St., Boston, Mass. 02114	617-223-3644
2d	Federal Bldg., 1520 Market St., St. Louis, Mo. 63101	314-622-4614
3d	Governors Island, New York, N.Y. 10004	212-264-4800
5th	Federal Bldg., 431 Crawford St., Portsmouth, Va. 23705	703-393-9611
7th	Room 1018, Federal Bldg., 51 Southwest 1st Ave., Miami, Fla. 33130	305-350-5611
8th	Customhouse, New Orleans, La. 70130	504-527-6225
9th	1240 East 9th St., Cleveland, Ohio 44199	216-522-3981
11th	Heartwell Bldg., 19 Pine Ave., Long Beach, Calif. 90802	213-590-2311
12th	630 Sansome St., San Francisco, Calif. 94126	415-556-5600
13th	618 2nd Ave., Seattle, Wash. 98104	206-524-2902
14th	677 Ala Moana Blvd., Honolulu, Hawaii 96813	808-546-7109
17th	P.O. Box 3-5000, Juneau, Alaska 99801	907-586-7340

TABLE 2—STANDARD ADMINISTRATIVE REGIONS OF STATES AND CORRESPONDING COAST GUARD DISTRICTS AND EPA REGIONS

States and EPA region	Coast Guard district
Region I	
Maine	1
New Hampshire	1
Vermont	1
Massachusetts	1
Connecticut	3
Rhode Island	1
Region II	
New York	
Coastal area	1
Inland area	2
New Jersey	1
Puerto Rico	7
Virgin Islands	7
Eastern Atlantic Station	7

TABLE 2—STANDARD ADMINISTRATIVE REGIONS OF STATES AND CORRESPONDING COAST GUARD DISTRICTS AND EPA REGIONS—Continued

States and EPA regior.	Coast Guard district
Region I.	
Pennsylvania	
East coast	3
Lakeside	9
Maryland	5
Delaware	3
West Virginia	2
Virginia	5
District of Columbia	5
Region IV	
Kentucky	2
Tennessee	2
North Carolina	5
South Carolina	
Georgia	
Florida	
Atlantic and Gulf coasts	
Panhandle	8
Alabama	8
Mississippi	8
Cana. Zone	
Region V	
Minnesota	9
Wisconsin	9
Michigan	9
Illinois	9
Indiana	9
Ohio	9
Region VI	
New Mexico	8
Texas	8
Oklahoma	8
Arkansas	8
Louisiana	8
Region VII	
Nebraska	8
Iowa	8
Kansas	8
Missouri	8
Region VIII	
Montana	13
Wyoming	8
Utah	12
Colorado	8
North Dakota	8
South Dakota	8
Region IX	
California	
Northern	12
Southern	11
Nevada	12
Arizona	11
Hawaii	14
Guam	14
American Samoa	14
Trust Territory of the Pacific	14
Region X	
Washington	13
Oregon	13
Idaho	13
Alaska	17

Subpart C—Removal of Discharged Oil

§ 153.301 Purpose.

The purpose of this subpart is to prescribe methods and procedures to be used to remove discharges of oil from coastal waters.

§ 153.303 Applicability.

The provisions of this subpart apply to any owner or operator of a vessel or onshore or offshore facility from which a discharge of oil into coastal waters occurs who acts to remove or arranges for the removal of such discharges.

§ 153.305 Methods and procedures for the removal of discharged oil.

Each person who removes or arranges for the removal of a discharge of oil from coastal waters shall:

(a) Use to the maximum extent possible mechanical methods and sorbents that—

(1) Most effectively expedite removal of the discharged oil; and

(2) Minimize secondary pollution from the removal operations;

NOTE: The Federal OSC is authorized by the provisions of the National Contingency Plan to require or deny the use of specific mechanical methods and sorbents. Sorbent selection considerations of the OSC include hydrographic and meteorological conditions, characteristics of the sorbent, and availability of a mechanical method for containment and recovery.

(b) Control the source of discharge, prevent further discharges, and halt or slow the spread of the discharge by mechanical methods or sorbents or both to the maximum extent possible;

(c) Recover the discharged oil from the water or adjoining shorelines by mechanical or manual methods or both to the maximum extent possible;

(d) Use chemical agents only in accordance with the provisions of Annex X of the National Contingency Plan and with the prior approval of the Federal OSC; and

(e) Dispose of recovered oil and oil contaminated materials in accordance with applicable State and local government procedures.

§ 153.307 Penalties.

Section 311(j)(2) of the Act prescribes that any person who fails or refuses to comply with the provisions of this subpart is liable to a civil penalty of not more than $5,000.

Subpart D—Administration of the Pollution Fund

§ 153.401 Purpose.

This subpart prescribes policies, procedures, and reporting requirements for the payment from and deposit into the Fund established pursuant to section 311(k) of the Act.

§ 153.403 Applicability.

The provisions of this subpart apply to—

(a) Each Federal and State agency that desires reimbursement from the Fund for costs incurred during a removal activity; and

(b) The owner or operator of the vessel or onshore or offshore facility from which a discharge occurs that requires Federal removal activity.

§ 153.405 Liability to the pollution fund.

The owner or operator of the vessel or onshore or offshore facility from which a discharge occurs that requires Federal removal activity is liable to the pollution fund for the actual costs of Federal and State agencies, including the employment and use of personnel and equipment, not to exceed the limits established by sections 311(f) and (g) of the Act.

§ 153.407 Payments or reimbursement from the pollution fund.

(a) The following costs incurred during performance of a Phase III or IV activity, defined by the National Contingency Plan, as authorized by the appropriate OSC under the authority of section 311(c) of the Act and of the provisions of the National Contingency Plan, or during the removal or elimination of threats of pollution hazards from discharges, or imminent discharges, of oil or hazardous substances, and the removal and destruction of vessels, as authorized by the appropriate AC under the authority of section 311(d) of the Act are reimbursable to Federal and State agencies:

(1) Costs found to be reasonable by the Coast Guard incurred by government industrial type facilities, including charges for overhead in accordance with the agency's industrial accounting system.

(2) Actual costs for which an agency is required or authorized by any law to obtain full reimbursement.

(3) Costs found to be reasonable by the Coast Guard incurred as a result of removal activity that are not ordinarily funded by an agency's regular appropriations and that are not incurred during normal operations. These costs include, but are not limited to, the following:

(i) Travel (transportation and per diem) specifically requested of the agency by the On-Scene Coordinator.

(ii) Overtime for civilian personnel specifically requested of the agency by the On-Scene Coordinator.

(iii) Incremental operating costs for vessels, aircraft, vehicles, and equipment incurred in connection with the removal activity.

(iv) Supplies, materials, and equipment procured for the specific removal activity and fully expended during the removal activity.

(v) Lease or rental of equipment for the specific removal activity.

(vi) Contract costs for the specific removal activity.

(4) Claims payable under Part 25, Subpart J of this title.

(b) The District Commander may authorize the direct payment of the costs found to be reasonable under paragraph (a)(3) of this section.

(c) The Pollution Fund is not available to pay any foreign, Federal, State or local government or agency for the payment or reimbursement of its costs incurred in the removal of oil or hazardous substances discharged from a vessel or facility that it owns or operates.

NOTE: Federal procurement procedures governing contracts to purchase property and services apply to costs incurred as a

30

K. Walker

FLAMMABLE AND COMBUSTIBLE LIQUIDS CODE 1977

NFPA

Copyright © 1977
All Rights Reserved

NATIONAL FIRE PROTECTION ASSOCIATION
470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210

10M-10-78-FP(7.5M)
Printed in U.S.A.

NOTICE

All questions or other communications relating to this document should be sent only to NFPA Headquarters, addressed to the attention of the Committee responsible for the document.

For information on obtaining Formal Interpretations of the document, proposing Tentative Interim Amendments, proposing amendments for Committee consideration, and appeals on matters relating to the content of the document, write to the Assistant Vice President-Standards, National Fire Protection Association, 470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210.

Licensing Provision — This document is copyrighted by the National Fire Protection Association (NFPA).

1. Adoption by Reference — Public authorities and others are urged to reference this document in laws, ordinances, regulations, administrative orders or similar instruments. Any deletions, additions and changes desired by the adopting authority must be noted separately. Those using this method are requested to notify the NFPA (Attention: Assistant Vice President — Standards) in writing of such use. The term "adoption by reference" means the citing of title and publishing information only.

2. Adoption by Transcription — **A.** Public authorities with law-making or rule-making powers only, upon written notice to the NFPA (Attention: Assistant Vice President — Standards), will be granted a royalty-free license to print and republish this document in whole or in part, with changes and additions, if any, noted separately, in laws, ordinances, regulations, administrative orders or similar instruments having the force of law, provided that: (1) due notice of NFPA's copyright is contained in each law and in each copy thereof; and, (2) that such printing and republication is limited to numbers sufficient to satisfy the jurisdiction's law-making or rule-making process. **B.** Public authorities with advisory functions and all others desiring permission to reproduce this document or its contents in whole or in part in any form shall consult the NFPA.

All other rights, including the right to vend, are retained by NFPA.

(For further explanation, see the Policy Concerning the Adoption, Printing and Publication of NFPA Documents which is available upon request from the NFPA.)

Statement on NFPA Procedures

This material has been developed under the published procedures of the National Fire Protection Association, which are designed to assure the appointment of technically competent Committees having balanced representation. While these procedures assure the highest degree of care, neither the National Fire Protection Association, its members, nor those participating in its activities accepts any liability resulting from compliance or noncompliance with the provisions given herein, for any restrictions imposed on materials or processes, or for the completeness of the text.

NFPA has no power or authority to police or enforce compliance with the contents of this document and any certification of products stating compliance with requirements of this document is made at the peril of the certifier.

See Official NFPA Definitions at the back of this pamphlet.

SC-AM-78

Flammable and Combustible Liquids Code

NFPA 30 — 1977

1977 Edition of NFPA 30

This 1977 edition of the Flammable and Combustible Liquids Code supersedes the 1976 edition and all previous editions. This Code was prepared by the Sectional Committee on General Storage of Flammable Liquids, approved by the NFPA Flammable Liquids Correlating Committee, and adopted by the National Fire Protection Association at its meeting, November 14–17, in Atlanta, Georgia.

The major changes in this edition are to Chapter 4, Container and Portable Tank Storage, along with explanatory new Appendixes D and E which relate to the new provisions of Chapter 4. Also new definitions related to terms being used in Chapter 4 have been added to the Definitions section. Seven other relatively minor changes were made to other chapters in the Code.

All changes or revisions are indicated by a vertical line at the side of the new or revised material.

Origin and Development of NFPA 30

From 1913 to 1957 this standard was written in the form of a municipal ordinance known as the Suggested Ordinance for the Storage, Handling and Use of Flammable Liquids. In 1957 the format was changed from a municipal ordinance to a Code although the technical provisions were retained. During the 64-year existence of this suggested ordinance and Code, numerous editions have been published as conditions and experiences have dictated; for details see NFPA Technical Committee Reports.

Committee on Flammable Liquids

Correlating Committee

Paul C. Lamb, *Chairman*
140 Dwight Place, Englewood, NJ 07631

Miles E. Woodworth,† *Secretary*
National Fire Protection Association, 470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210

G. E. Cain, Manufacturing Chemists' Assn., Inc.
Donald M. Johnson, Western Oil & Gas Assn.
F. O. Kublas, Glidden-Durkee, Div. of SCM Corp.
W. J. Smith, Underwriters Laboratories Inc.
E. C. Sommer, American Petroleum Institute

Nonvoting

Dr. Ing. Gert Magnus,
Mannheim, Germany

†Nonvoting

Sectional Committee on General Storage of Flammable Liquids

E. C. Sommer, *Chairman*
Exxon Research & Engineering Co., P.O. Box 101, Florham Park, NJ 07932
(rep. American Petroleum Institute)

Miles E. Woodworth,† *Secretary*
National Fire Protection Association, 470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210

Charles D. Adcock, Manufacturing Chemists' Assn.
W. K. Aldridge, Fire Marshals Assn. of North America
Wayne E. Ault, Rolf Jansen & Associates, Inc.
G. A. Banfield, Distilled Spirits Council of the U.S., Inc.
W. C. Bluhm, American Petroleum Institute
W. L. Brundrett, Edison Electric Institute
J. A. Cedervall, Underwriters Laboratories Inc.
Edward W. Cooke, Fred S. James & Co.
J. D. Coons, Factory Mutuals
John R. Doggett,* American Warehousemen's Assn.
W. H. Doyle, Simsbury, CT
H. M. Faulconer, American Petroleum Institute
Chief Herb Fothergill, Int'l Assn. of Fire Chiefs
Duncan Glab, Steel Tank Institute
Pat Griffin, Pat Griffin Co.
Donald L. Hierman, Manufacturing Chemists' Assn.
Chief Earl Hood, Int'l. Assn. of Fire Chiefs
Donald M. Johnson, Western Oil & Gas Assn.
O. W. Johnson, Palo Alto, CA
E. Kiefer, Insurance Services of Oklahoma
W. D. Malmstedt, American Insurance Association
P. A. Mankin, Gasoline Pump Mfg. Assn.
Capt. Thomas W. McDonald, Fire Marshals Assn. of North America
G. J. Rosicky, NFPA Industrial Fire Protection Section
Jack C. Sanders, Fire Marshals Assn. of North America
Leon C. Schaller, Nat'l Paint & Coatings Assn.
R. I. Spencer, Industrial Risk Insurers
R. D. Stalker, NFPA Industrial Fire Protection Section
H. E. Thompson, Hiram Walker & Sons, Ltd.
W. Van Arnum, New Jersey Dept. of Labor & Industry
H. S. Wass, Jr., Improved Risk Mutuals

Alternates

John B. Ferguson, Occupational Safety & Health Administration (Alternate to M. B. Moore)
J. D. Manney, American Petroleum Institute (Alternate)
W. S. Marsh, Factory Mutual Research Corp. (Alternate to J. D. Coons)
H. S. Robinson, Industrial Risk Insurers (Alternate to R. I. Spencer)
Thomas Shand, Insurance Services Office (Alternate to E. Kiefer)
Richard Southers, American Petroleum Institute (Alternate to H. M. Faulconer)

Nonvoting

Michael B. Moore, Occupational Safety & Health Admin.

†Nonvoting

*Vote limited to Chapter 4 on NFPA 30

This list represents the membership at the time the Committee was balloted on the text of this edition. Since that time, changes in the membership may have occurred.

Foreword

This standard, known as the Flammable and Combustible Liquids Code, is recommended for use as the basis of legal regulations. Its provisions are intended to reduce the hazard to a degree consistent with reasonable public safety, without undue interference with public convenience and necessity which requires the use of flammable and combustible liquids. Thus compliance with this standard does not eliminate all hazard in the use of flammable and combustible liquids.

Contents

Chapter 1 General Provisions

1–1 Scope and Application 30– 7
1–2 Definitions 30– 9
1–3 Storage 30– 15
1–4 Pressure Vessel 30– 15
1–5 Exits 30– 15

Chapter 2 Tank Storage

2–1 Design and Construction of Tanks 30– 16
2–2 Installation of Outside Aboveground Tanks . . 30– 18
2–3 Installation of Underground Tanks 30– 34
2–4 Installation of Tanks Inside of Buildings 30– 38
2–5 Supports, Foundations and Anchorage for All Tank Locations 30– 39
2–6 Sources of Ignition 30– 40
2–7 Testing 30– 41
2–8 Fire Protection and Identification 30– 41
2–9 Prevention of Overfilling of Tanks 30– 42

Chapter 3 Piping, Valves and Fittings

3–1 General 30– 43
3–2 Materials for Piping, Valves and Fittings 30– 43
3–3 Pipe Joints 30– 44
3–4 Supports 30– 45
3–5 Protection Against Corrosion 30– 45
3–6 Valves 30– 45
3–7 Testing 30– 45

Chapter 4 Container and Portable Tank Storage

4–1 Scope 30– 46
4–2 Design, Construction, and Capacity of Containers 30– 46
4–3 Design, Construction, and Capacity of Storage Cabinets 30– 48

4–4 Design, Construction and Operation of Separate Inside Storage Areas 30– 48
4–5 Indoor Storage 30– 53
4–6 Protection Requirements for Protected Storage of Liquids 30– 59
4–7 Fire Control 30– 62
4–8 Outdoor Storage 30– 64

Chapter 5 Industrial Plants

5–1 Scope 30– 66
5–2 Incidental Storage or Use of Liquids 30– 66
5–3 Unit Physical Operations 30– 67
5–4 Tank Vehicle and Tank Car Loading and Unloading 30– 69
5–5 Fire Control 30– 69
5–6 Sources of Ignition 30– 70
5–7 Electrical Equipment 30– 70
5–8 Repairs to Equipment 30– 71
5–9 Housekeeping 30– 71

Chapter 6 Bulk Plants

6–1 Storage 30– 75
6–2 Buildings 30– 75
6–3 Loading and Unloading Facilities 30– 76
6–4 Wharves 30– 78
6–5 Electrical Equipment 30– 80
6–6 Sources of Ignition 30– 84
6–7 Drainage and Waste Disposal 30– 84
6–8 Fire Control 30– 84

Chapter 7 Service Stations

7–1 Scope 30– 85
7–2 Storage 30– 85
7–3 Piping, Valves and Fittings 30– 87
7–4 Fuel Dispensing System 30– 88

7-5 Electrical Equipment 30- 91
7-6 Heating Equipment 30- 95
7-7 Operational Requirements 30- 96
7-8 Sources of Ignition 30- 99
7-9 Fire Control 30- 99

Chapter 8 Processing Plants

8-1 Scope 30-100
8-2 Location 30-100
8-3 Processing Building 30-101
8-4 Liquid Handling 30-102
8-5 Tank Vehicle and Tank Car Loading and Unloading 30-104
8-6 Fire Control 30-104
8-7 Sources of Ignition 30-105
8-8 Housekeeping 30-109

Chapter 9 Refineries, Chemical Plants and Distilleries

9-1 Storage 30-110
9-2 Wharves 30-110
9-3 Location of Process Units 30-110
9-4 Fire Control 30-110

Appendix A 30-111

Appendix B 30-117

Appendix C 30-121

Appendix D 30-123

Appendix E 30-131

Flammable and Combustible Liquids Code

NFPA 30 — 1977

Chapter 1 General Provisions

1-1 Scope and Application.

1-1.1 This Code applies to all flammable and combustible liquids except those that are solid at 100° F or above.

1-1.2 Requirements for the safe storage and use of the great variety of flammable and combustible liquids commonly available depend primarily on their fire characteristics, particularly the flash point, which is the basis for the several classifications of liquids as defined in 1-2. It should be noted that the classification of a liquid can be changed by contamination. For example, filling a Class II liquid into a tank which last contained a Class I liquid can alter its classification, as can exposing a Class II liquid to the vapors of a Class I liquid via an interconnecting vapor line (*see 2-2.6.4 and 2-3.5.6*). Care shall be exercised in such cases to apply the requirements appropriate to the actual classification.

1-1.3 The volatility of liquids is increased by heating. When Class II or Class III liquids are heated above their flash points, ventilation and electrical classification may be necessary in the immediate area. However, the vapors from such heated liquids cool rapidly in the air, limiting the concern to that space in which the temperature of the vapors remains above the flash point of the liquid.

1-1.4 Additional requirements may be necessary for the safe storage and use of liquids which have unusual burning characteristics, which are subject to self-ignition when exposed to the air, which are highly reactive with other substances, which are subject to explosive decomposition, or have other special properties which dictate safeguards over and above those specified for a normal liquid of similar flash point classification.

1-1.5 In particular installations the provisions of this code may be altered at the discretion of the authority having jurisdiction after consideration of the special features such as topographical conditions, barricades, walls, adequacy of building exits, nature of occu-

Table 2-1

Stable Liquids (Operating Pressure 2.5 psig or Less)

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way and Shall Be Not Less Than 5 Feet	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property and Shall Be Not Less Than 5 Feet
Floating Roof [See 2-2.1.1(a)]	Protection for Exposures*	½ times diameter of tank	⅙ times diameter of tank
	None	Diameter of tank but need not exceed 175 feet	⅓ times diameter of tank
Vertical with Weak Roof to Shell Seam (See 2-2.1.1)	Approved foam or inerting system on tanks not exceeding 150 feet in diameter**	½ times diameter of tank	⅙ times diameter of tank
	Protection for Exposures*	Diameter of tank	⅓ times diameter of tank
	None	2 times diameter of tank but need not exceed 350 feet	⅓ times diameter of tank
Horizontal and Vertical with Emergency Relief Venting To Limit Pressures to 2.5 psig	Approved inerting system on the tank or approved foam system on vertical tanks	½ times Table 2-6	½ times Table 2-6
	Protection for Exposures*	Table 2-6	Table 2-6
	None	2 times Table 2-6	Table 2-6

*See definition for "Protection for Exposures."

**For tanks over 150 ft. in diameter use "Protection for Exposures" or "None" as applicable.

Table 2-2

Stable Liquids (Operating Pressure Greater Than 2.5 psig)

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
Any Type	Protection for Exposures*	1½ times Table 2-6 but shall not be less than 25 feet	1½ times Table 2-6 but shall not be less than 25 feet
	None	3 times Table 2-6 but shall not be less than 50 feet	1½ times Table 2-6 but shall not be less than 25 feet

*See Definition for "Protection for Exposures."

Table 2-3

Boil-over Liquids

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way and Shall Be Not Less Than 5 Feet	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property and Shall Be Not Less Than 5 Feet
Floating Roof [See 2-2.1.1(a)]	Protection for Exposures*	½ times diameter of tank	⅙ times diameter of tank
	None	Diameter of tank	⅙ times diameter of tank
Fixed Roof [See 2-2.1.4(a)]	Approved foam or inerting system	Diameter of tank	⅓ times diameter of tank
	Protection for Exposures*	2 times diameter of tank	⅔ times diameter of tank
	None	4 times diameter of tank but need not exceed 350 feet	⅔ times diameter of tank

*See definition for "Protection for Exposures."

Table 2-4 Unstable Liquids

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
Horizontal and Vertical Tanks with Emergency Relief Venting to Permit Pressure Not in Excess of 2.5 psig	Tank protected with any one of the following: Approved water spray, Approved inerting, Approved insulation and refrigeration, Approved barricade	Table 2-6 but not less than 25 feet	Not less than 25 feet
	Protection for Exposures*	2½ times Table 2-6 but not less than 50 feet	Not less than 50 feet
	None	5 times Table 2-6 but not less than 100 feet	Not less than 100 feet
Horizontal and Vertical Tanks with Emergency Relief Venting to Permit Pressure Over 2.5 psig	Tank protected with any one of the following: Approved water spray, Approved inerting, Approved insulation and refrigeration, Approved barricade	2 times Table 2-6 but not less than 50 feet	Not less than 50 feet
	Protection for Exposures*	4 times Table 2-6 but not less than 100 feet	Not less than 100 feet
	None	8 times Table 2-6 but not less than 150 feet	Not less than 150 feet

*See definition for "Protection for Exposures."

Table 2-5 Class IIIB Liquids

Capacity Gallons	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
12,000 or less	5	5
12,001 to 30,000	10	5
30,001 to 50,000	10	10
50,001 to 100,000	15	10
100,001 or more	15	15

Table 2-6

Reference Table for Use in Tables 2-1 to 2-4

Capacity Tank Gallons	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
275 or less	5	5
276 to 750	10	5
751 to 12,000	15	5
12,001 to 30,000	20	5
30,001 to 50,000	30	10
50,001 to 100,000	50	15
100,001 to 500,000	80	25
500,001 to 1,000,000	100	35
1,000,001 to 2,000,000	135	45
2,000,001 to 3,000,000	165	55
3,000,001 or more	175	60

2-2.1.7 Where two tank properties of diverse ownership have a common boundary, the authority having jurisdiction may, with the written consent of the owners of the two properties, substitute the distances provided in 2-2.2.1 through 2-2.2.6 for the minimum distances set forth in 2-2.1.

2-2.1.8 Where end failure of horizontal pressure tanks and vessels can expose property, the tank shall be placed with the longitudinal axis parallel to the nearest important exposure.

57 Cation-Exchange Capacity[1]

H. D. CHAPMAN
University of California
Riverside, California

57–1 INTRODUCTION

Cation exchange in soils is a reversible chemical reaction. The cations held on the surface of soil minerals and within the crystal framework of some mineral species plus those which are a part of certain organic compounds can be reversibly replaced by those of salt solutions and acids. Cation-exchange capacity (usually expressed as milliequivalents or me. per 100 g. of soil) is defined as the sum of the exchangeable cations of a soil.

Many methods have been and continue to be proposed for the determination of cation-exchange capacity (CEC), and while most of them will indicate the order of magnitude of exchange capacity (soils will vary in exchange capacity from <1.0 to >100 me. per 100 g.), the values may vary widely, depending upon the particular technique employed. Some of the reasons for these variations are that the kinds and proportions of the minerals and organic materials possessing replaceable cations vary widely in soils, as do the kinds and proportions of exchangeable cations held by soils.

The exchange materials of soil behave as weak acidoids and in the base-saturated state in equilibrium with air have an alkaline pH. The exact pH (in aqueous suspensions) will depend on the base with which the materials are saturated and on the exchange materials involved. Some exchangeable ions are more easily replaced than others, and the completeness of replacement of some cations will depend upon the particular salt solution used. Thus a method which will provide an accurate estimate of exchange capacity on one soil may not prove as accurate on another. Other materials in soils such as $CaCO_3$ and $CaSO_4$ also introduce complications because of their solubility in some extractants. In addition, there are the usual miscellaneous errors common to all analytical procedures. Because of the differ-

[1] Contribution from the Department of Soils and Plant Nutrition, University of California, Riverside, Calif.

ences among methods, it is especially important to specify the method used when reporting figures for the CEC of soils.

The various methods proposed for determining CEC can be grouped into several categories: (*1*) Those in which the soil is electrodialyzed or leached with a dilute acid, e.g. HCl, and the hydrogen- and aluminum-saturated exchange material is titrated to pH 7.0 with $Ba(OH)_2$ or to about pH 8.5 with NaOH; (*2*) those in which exchange capacity is considered to be the sum of replaceable hydrogen and replaceable bases; (*3*) those in which the exchangeable cations are replaced by the acetate of ammonium, barium, calcium, or sodium, and the amounts of the cation adsorbed are determined by appropriate means; (*4*) those which involve equilibrating soils (preleached with calcium acetate) with a dilute solution (100 ppm. Ca) of $Ca(NO_3)_2$ containing Ca^{45} and Ca^{40} (Blume and Smith, 1954).

Most investigators at present employ methods based on saturating the exchange complex with a given cation, and then determining the total of the adsorbed cations by appropriate means. Three reagents commonly used for this purpose are neutral (pH 7.0), 1*N* ammonium acetate; alkaline (pH 8.2), 1*N* sodium acetate; and alkaline (pH 8.2), 0.5*N* barium chloride plus 0.2*N* triethanolamine solution. The first two methods can be used on both calcareous and noncalcareous soils; the third is used on acid soils where it is desired to determine both exchange capacity and the amounts of exchangeable hydrogen.

There is still no agreement on whether to use a replacing salt at pH 8.2 or at pH 7.0. Those who prefer the former do so because it is closer to the equilibrium pH between soil and $CaCO_3$ at the partial pressure of CO_2 in the atmosphere, plus the fact that the exchange materials of soils are weak acidoids. Bradfield and Allison (1933) regarded a fully base-saturated soil as one which has reached equilibrium with a surplus of $CaCO_3$ at the partial pressure of CO_2 existing in the atmosphere and at a temperature of 25°C. Those who prefer pH 7.0 solutions do so because pH 7.0 is the neutral point of water and may more nearly represent the pH of the soil-bicarbonate-carbonic acid buffer system at partial pressures of CO_2 likely to prevail in the atmosphere of a fertile soil during the season of active growth.

Two methods are described here: (*1*) The ammonium acetate method (pH 7.0) and (*2*) the sodium acetate method (pH 8.2). For distinctly acid soils, the summation method is suggested. This method works fairly well on acid soils, but it is not as accurate with neutral, calcareous or saline soils, due to difficulties of making proper corrections for water-soluble bases and additional bases in the extract dissolved from silicates and carbonates.

In the ammonium-saturation method for CEC, soil is leached with an excess of neutral, 1*N* ammonium acetate solution to remove the exchangeable cations and to saturate the exchange material with ammonium. After

removal of the excess of ammonium present in the soil as the acetate, the exchangeable ammonium is determined.

Methods are described here for determining the exchangeable ammonium by aeration from a solution of Na_2CO_3 and by displacing the exchangeable ammonium from the soil by acidified NaCl followed by distillation. The author prefers the aeration method. The aeration apparatus can be made in permanent portable form from common laboratory materials and is suitable for either occasional or everyday use. The apparatus requires no more space or upkeep than the usual distillation equipment, and there is some indication that the results by the aeration method are more accurate than those obtained by the distillation method. Direct distillation of adsorbed ammonia usually gives values higher than those obtained with the aeration procedure. The aeration values agree closely with those obtained when some other neutral (pH 7.0) salt is used for replacement purposes, and this has led to the view that little, if any, ammonia is released from the soil organic matter when the aeration method is used. As compared with the aeration method, the displacement and distillation method has the advantage that ordinary Kjeldahl distillation equipment can be used and the disadvantage of requiring the additional operation of displacement.

For the purpose of measuring the CEC of soil, ammonium acetate has two particularly valuable qualities. First, it is highly buffered. As a result, when a neutral, 1*N* solution of ammonium acetate is used to saturate a soil with ammonium, the last part of the solution leached through the soil emerges with the same pH as the solution added. Second, ammonium is easily determined. In addition to the foregoing advantages, ammonium acetate has special advantages in connection with measurement of the cations displaced from soils. Probably because of these several advantages, ammonium acetate is employed widely, and measurements made by its use have come to be regarded as a standard of reference against which other methods are checked. Many data in the literature on soils are based on its use.

In addition to the foregoing advantages, ammonium acetate has some disadvantages. With soils of high organic matter content, and with soils containing appreciable kaolin, halloysite or other 1:1-type clay minerals, it will often give somewhat lower values for exchange capacity than the barium acetate or barium chloride-triethanolamine methods (Mehlich, 1945). This is due to the less complete replacement of adsorbed hydrogen and aluminum ions by ammonium acetate.

Also with soils which contain vermiculite clay, interlayer cations such as Ca^{2+}, Mg^{2+}, Na^+ or H^+ can be replaced by ammonium, but the ammonium so fixed is not then replaceable by the usual methods employed, e.g., aeration with Na_2CO_3 or replacement with acidified NaCl. On the other hand, if sodium acetate is used, the sodium that replaces the cations held in these interlayer positions is replaceable, and thus in these kinds of

soils the CEC as determined by sodium acetate will be higher than that obtained using ammonium acetate. Because of such differences among methods, the CEC of soil should preferably be specified in terms of the pH of the replacing solution and the kind of salt employed.

Calcareous soils present a problem with the ammonium acetate method because of the solubility of $CaCO_3$ in the ammonium acetate solution. Values for CEC are too low in the presence of $CaCO_3$ because the dissolved calcium present in the ammonium acetate solution prevents complete saturation of exchange positions with ammonium. To avoid this difficulty, some investigators decompose the carbonate by the NH_4Cl, steam-distillation technique of Shaw (1939), and follow this by use of the regular ammonium acetate procedure. Except for soils of very low exchange capacity, the author prefers to use less sample and to leach the soil with ammonium acetate solution until all the $CaCO_3$ has dissolved. Another alternative is to use the sodium acetate method of Bower et al. (1952). The solubility of $CaCO_3$ in 1*N* sodium acetate at pH 8.2 is much lower than it is in neutral, 1*N* ammonium acetate. Bower et al. (1952) observed that the CEC of soils by the sodium acetate method was unaffected by the presence of $CaCO_3$. The sodium acetate method has the additional advantage that, unlike ammonium, sodium does not decrease the exchange capacity of vermiculitic soils by becoming trapped in interlayer positions.

For those who wish to acquire a more complete understanding and background on CEC and its determination, the following publications will prove helpful: Chapman and Kelley (1930), Bradfield and Allison (1933), Mehlich (1939, 1945), Golden and Gammon (1943), Cantino (1944), Peech (1945), Schollenberger and Simon (1945), Peech et al. (1947), Piper (1947), Barrows and Drosdoff (1958), Toth (1949), Bower et al. (1952), Blume and Smith (1954), Pratt and Holowaychuck (1954), Jackson (1958), Blakemore and Metson (1960), and Peech et al. (1962).

57–2 CATION-EXCHANGE CAPACITY BY AMMONIUM SATURATION

57–2.1 Method of Ammonium Saturation

57–2.1.1 REAGENTS

1. Ammonium acetate (NH_4OAc), 1*N*: Dilute 114 ml. of glacial acetic acid (99.5%) with water to a volume of approximately 1 liter. Then add 138 ml. of concentrated ammonium hydroxide (NH_4OH), and add water to obtain a volume of about 1,980 ml. Check the pH of the resulting solution, add more NH_4OH as needed to obtain a reaction of pH 7, and dilute the solution to a volume of 2 liters with water.
2. Isopropyl alcohol, 99%.

3. Ammonium chloride (NH_4Cl), 1*N*, adjusted to pH 7.0 with NH_4OH.
4. Ammonium chloride (NH_4Cl), 0.25*N*, adjusted to pH 7.0 with NH_4OH.
5. Ammonium oxalate [$(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$], 10%.
6. Dilute ammonium hydroxide (NH_4OH): Add 1 volume of concentrated NH_4OH to an equal volume of water.
7. Silver nitrate ($AgNO_3$), 0.10*N*.

57–2.1.2 PROCEDURE

Place 10 g. of 2-mm., air-dried soil in a 500-ml. Erlenmeyer flask, and add 250 ml. of neutral, 1*N* NH_4OAc. Use 25 g. of soil if the exchange capacity is very low, e.g., 3 to 5 me. per 100 g. Shake the flask thoroughly, and allow it to stand overnight. Filter the soil with light suction using a 55-mm. Büchner funnel or a Pyrex Büchner funnel (Corning size No. 40). Do not allow the soil to become dry and cracked. Leach the soil with the neutral NH_4OAc reagent until no test for calcium can be obtained in the effluent solution. (For the calcium test, add a few drops of 1*N* NH_4Cl, 10% ammonium oxalate, and dilute NH_4OH to 10 ml. of the leachate in a test tube, and heat the solution to near the boiling point. The presence of calcium is indicated by a white precipitate or turbidity.) Save the leachate for the determination of exchangeable bases, as described in section 58. Then leach the soil four times with neutral 1*N* NH_4Cl and once with 0.25*N* NH_4Cl. Wash out the electrolyte with 150 to 200 ml. of 99% isopropyl alcohol. When the test for chloride in the leachate (use 0.10*N* $AgNO_3$) becomes negligible, allow the soil to drain thoroughly. Determine the adsorbed NH_4 either by the aeration method (section 57–2.2) or by the acid-NaCl method (section 57–2.3).

57–2.1.3 COMMENTS

According to Peech et al. (1962), some loss of ammoniated organic constituents occurs when ammonium-saturated soil is leached with 95% ethyl alcohol or 100% methyl alcohol to remove the residual electrolyte. In the past it has been customary to use one of these reagents. Some investigators have used NH_4OH to neutralize methyl alcohol to pH 7.0 with bromothymol blue as an indicator. Higher values for CEC are obtained where the excess electrolyte is removed by neutralized methyl alcohol rather than by untreated methyl alcohol. Peech et al. (1962) consider that the higher values obtained with the neutralized alcohol are caused by further adsorption of ammonium by the soil during the leaching process. It seems desirable, therefore, to abandon the use of both ethyl and methyl alcohol and to adopt the use of isopropyl alcohol, which causes less loss of ammoniated organic material.

57–2.2. Method of Aeration for Adsorbed Ammonium[2]

57–2.2.1 SPECIAL APPARATUS

Figure 57–1 shows one complete evolution and absorption unit. Make the inlet tube to the Kjeldahl evolution flask long enough to extend within 1 to 2 mm. of the bottom. Connect 6 to 12 such assemblies in series as shown in Fig. 57–2. Arrange to pass the entering stream of air through H_2SO_4 to remove any ammonia and through water to remove any H_2SO_4. At some point in the air line, place a flowmeter that will permit measure-

[2] Method of Potter and Snyder (1914) as modified by A. P. Vanselow, University of California, Riverside.

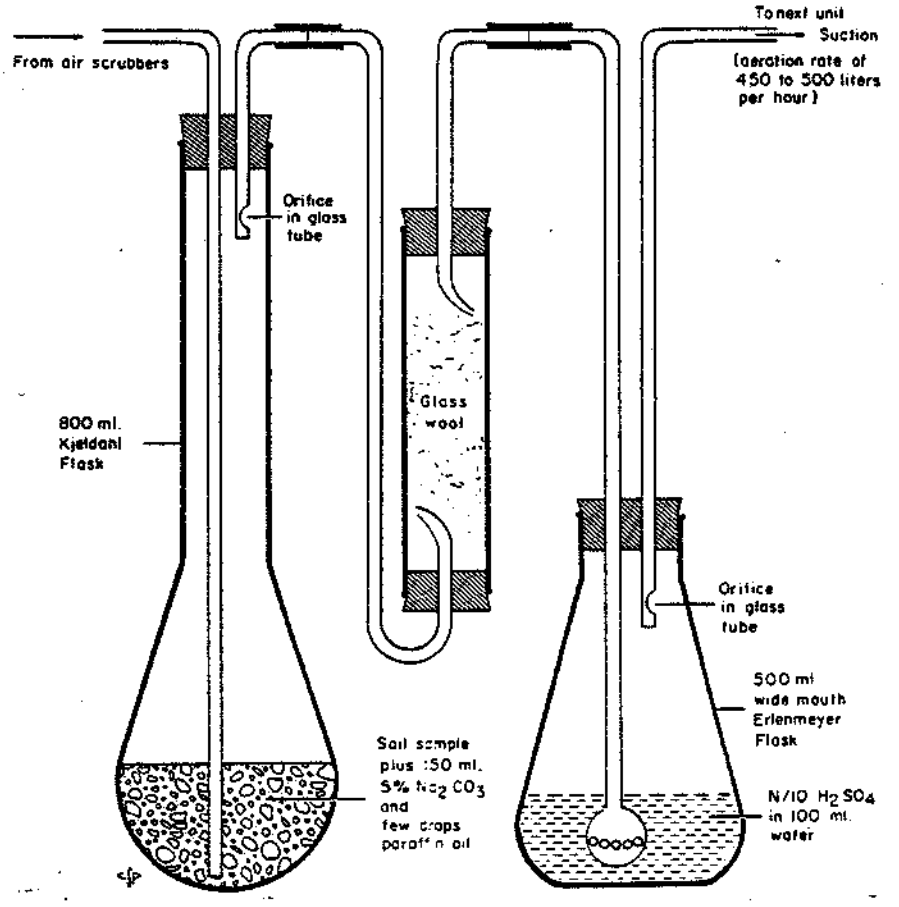


Fig. 57–1. Diagram of aeration unit for determination of absorbed ammonia. Six to twelve such units is a convenient number for routine work; they can be mounted on a portable rack. (Apparatus as modified by Dr. A. P. Vanselow, Dept. of Soils & Plant Nutrition, University of California, Riverside, Calif.)

ment of a flow rate of 450 to 500 liters of air per hour. Between the outlet end of the apparatus and the source of suction, place a check valve to prevent the solutions from sucking back in the event of failure of suction. Include also a flow-limiting device if the suction is unstable and subject to increases above the preset flow rate of 450 to 500 liters per hour.

57–2.2.2 REAGENTS

1. Sodium carbonate solution (Na_2CO_3), 5%.
2. Paraffin oil.
3. Sulfuric acid (H_2SO_4), 0.1*N* standard.
4. Sodium hydroxide (NaOH), 0.1*N* standard.
5. Methyl red indicator, 0.1% in 95% ethyl alcohol.

57–2.2.3 PROCEDURE

Place an excess of 0.1*N* standard H_2SO_4 in a 500-ml. Erlenmeyer flask of the aeration apparatus (50 ml. is an ample quantity for most soils), and add 10 drops of methyl red indicator and enough distilled water to make the total volume about 100 ml. Attach the flask to the apparatus. Then transfer the ammonium-saturated sample of soil (from section 57–2.1.2) quantitatively to the 800-ml. Kjeldahl flask located in the flow line just before the Erlenmeyer flask with the standard acid. Use a rubber policeman and a stream of distilled water from a wash bottle as needed to complete the trans-

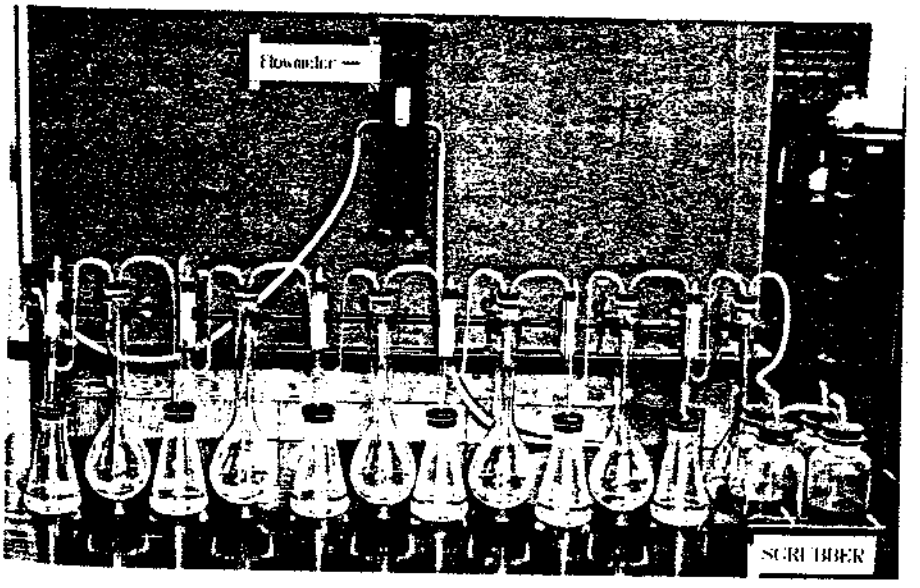


Fig. 57–2. Battery of six aeration units, together with flow meter and scrubbers. Scrubber train starting with air inlet consists of (*1*) empty bottle; (*2*) sulfuric acid, 10%; (*3*) empty bottle; (*4*) distilled water.

fer. Then add 150 ml. of Na_2CO_3 solution and a few drops of paraffin oil, and attach the flask to the apparatus.

Repeat the procedure in the preceding paragraph for each sample to be analyzed. Include one or more blanks without soil in each run. Then apply suction to the outflow end of the apparatus, and adjust the rate of flow to 450 to 500 liters of air per hour. Continue the aeration for 17 hours. Then shut off the suction, and remove the flasks in order for titration, beginning with the inlet end. Titrate the residual acid in the absorption solutions with standard 0.1*N* NaOH from the original red color through orange to yellow at the end point. From the titration values obtained with the soil and blank solutions, calculate the content of adsorbed ammonium in milligram equivalents per 100 g. of soil.

57–2.2.4 COMMENTS

In preparing and assembling the apparatus, it is important to have the inlet tube to the evolution flask come within 1 or 2 mm. of the bottom of the flask. Otherwise, the soil sample will tend to settle out. It is important also to keep to a minimum the amount of rubber tubing exposed at the connections between glass tubing. Small errors may result where long rubber connections are used.

The high rate of aeration employed makes the glass wool traps a necessity. In the absence of the traps, a fine spray of Na_2CO_3 solution finds its way into the standard acid in the absorption flask.

A multiperforated bulb is shown in the absorption flask in Fig. 57–1, but a bulb of this type is not necessary. Tests have demonstrated that even with a plain-ended delivery tube, no detectable amount of ammonia passes through the acid.

57–2.3 Method of Displacement and Distillation for Adsorbed Ammonium[3]

57–2.3.1 REAGENTS

1. Sodium chloride, NaCl (acidified): Prepare a 10% aqueous solution of NaCl (ammonia-free), and acidify it with enough HCl to make the solution approximately 0.005*N* with respect to acidity.
2. Sodium hydroxide (NaOH), 1*N*.
3. Boric acid (H_3BO_3), 2% solution.
4. Standard sulfuric acid (H_2SO_4), 0.1*N*.
5. Bromocresol green-methyl red mixed indicator: Triturate 0.1 g. of bromocresol green with 2 ml. of 0.1*N* NaOH in an agate mortar, and add 95% ethyl alcohol to obtain a total volume of 100 ml. Triturate 0.1 g. of methyl red with a few ml. of 95% ethyl alcohol in an agate mortar. Add 3 ml. of 0.1*N* NaOH, and dilute the solution to a volume of 100 ml.

[3] Modified from Peech (1945).

with 95% ethyl alcohol. Mix 75 ml. of the bromocresol green solution with 25 ml. of the methyl red solution, and dilute the mixture to 200 ml. with 95% ethyl alcohol.

57–2.3.2 PROCEDURE

Leach the ammonium-saturated soil from section 57–2.1.2 with 10% acidified NaCl until 225 ml. have passed through the sample. Add small portions at a time, allowing each portion to pass through the sample before adding the next portion. Transfer the leachate quantitatively to an 800-ml. Kjeldahl flask, add 25 ml. of 1*N* NaOH, and distill 60 ml. of the solution into 50 ml. of 2% H_3BO_3. Add 10 drops of bromocresol green-methyl red mixed indicator, and titrate the boric acid solution with standard 0.1*N* H_2SO_4. The color change is from bluish green through bluish purple to pink at the end point. Run blanks on the reagents. Correct the titration figure for the blanks, and calculate the milliequivalents of ammonium in 100 g. of soil.

57–3 CATION-EXCHANGE CAPACITY BY SODIUM SATURATION [4]

57–3.1 Reagents

1. Sodium acetate (NaOAc), 1.0*N*: Dissolve 136 g. of $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$ in water, and dilute it to 1,000 ml. The pH of this solution should be 8.2. If needed, add a few drops of acetic acid or NaOH solution to bring the reaction of the solution to pH 8.2.
2. Reagents 1 and 2 in section 57–2.1.1.

57–3.2 Procedure

Weigh 4 g. of medium- or fine-textured soil or 6 g. of coarse-textured soil, and transfer the sample to a 50-ml., round-bottom, narrow-neck centrifuge tube. Add 33 ml. of 1.0*N* NaOAc solution, stopper the tube, shake it in a mechanical shaker for 5 minutes, and centrifuge it until the supernatant liquid is clear. Decant the liquid, and repeat the extraction three more times. Then wash the sample in an identical manner with three 33-ml. portions of 99% isopropyl alcohol.

Using the shaking and centrifuging procedure of the preceding paragraph, replace the adsorbed Na with three 33-ml. portions of NH_4OAc reagent, decanting each washing into a 100-ml. volumetric flask. Dilute the solution to volume with NH_4OAc reagent. Determine the Na as described in section 62–3.3 or 72–2.2. Express the results in me. per 100 g. of oven-dry soil.

[4] Modified from Bower et al. (1952).

57–3.3 Comments

Bower et al. (1952) found that the amount of Ca + Mg removed from soil after four extractions with NaOAc was very small and that the pH of the fourth extract was 7.9 to 8.2, indicating that extraction was essentially complete.

57–4 CATION-EXCHANGE CAPACITY BY SUMMATION

In noncalcareous soils, and particularly in acid soils, the sum of the exchangeable hydrogen, as determined by the $BaCl_2$-triethanolamine procedure of section 59–3, and the exchangeable bases of section 58–2 provides the most accurate estimate of CEC. Alternatively, the sum of individual exchangeable bases found as described in sections 68, 71–3, and 72–3 may be employed in place of the total exchangeable bases.

57–5 LITERATURE CITED

Barrows, Harold L., and Drosdoff, Matthew. 1958. A comparison of methods for determining the base-exchange capacity of some soils of the lower Coastal Plain of the Southeastern United States. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 22:119–122.

Blakemore, L. C., and Metson, A. J. 1960. Micro-determination of cation-exchange capacity and total exchangeable bases. Soil Sci. 89:202–208.

Blume, James M., and Smith, Donald. 1954. Determination of exchangeable calcium and cation-exchange capacity by equilibration with Ca^{45}. Soil Sci. 77:9–17.

Bower, C. A., Reitemeier, R. F., and Fireman, M. 1952. Exchangeable cation analysis of saline and alkali soils. Soil Sci. 73:251–261.

Bradfield, R., and Allison, W. H. 1933. Criteria of base saturation in soils. Trans. Second Comm. Intern. Soc. Soil Sci. A:63–79.

Cantino, E. C. 1944. Semi-microdetermination of the exchange capacity of soils. Soil Sci. 57:399–404.

Chapman, H. D., and Kelley, W. P. 1930. The determination of the replaceable bases and the base exchange capacity of soils. Soil Sci. 30:391–406.

Chapman, H. D., and Pratt, Parker F. 1961. Methods of analysis for soils, plants, and waters. Div. of Agr. Sci. University of California, Berkeley.

Golden, L. B., Gammon, N., and Thomas, R. P. 1943. A comparison of methods of determining the exchangeable cations and the exchange capacity of Maryland soils. Soil Sci. Soc. Am. Proc. (1942) 7:154–161.

Hanna, W. J., and Reed, J. F. 1948. A comparison of ammonium acetate and buffered barium chloride methods for determining cation-exchange properties of limed soils. Soil Sci. 66:447–458.

Jackson, M. L. 1958. Soil Chemical Analysis. Prentice Hall, Inc., Englewood Cliffs, New Jersey.

Kelley, Walter P. 1948. Cation Exchange in Soils. Reinhold Publishing Corp., New York.

Mehlich, A. 1939. Use of triethanolamine acetate—barium hydroxide buffer for the determination of some base exchange properties and lime requirements of soil. Soil Sci. Soc. Am. Proc. (1938) 3:165–166.

Mehlich, A. 1945. Effect of type of soil colloid on cation absorption capacity and on exchangeable hydrogen and calcium as measured by different methods. Soil Sci. 60:289–304.

Peech, Michael. 1945. Determination of exchangeable cations and exchange capacity of soils—rapid micromethods utilizing centrifuge and spectrophotometer. Soil Sci. 59:25–38.

Peech, Michael, Alexander, L. T., Dean, L. A., and Reed, J. Fielding. 1947. Methods of soil analysis for soil-fertility investigations. U. S. Dept. Agr. Circ. 757.

Peech, M., Cowan, R. L., and Baker, J. H. 1962. A critical study of the $BaCl_2$—triethanolamine and the ammonium acetate methods for determining the exchangeable hydrogen content of soils. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 26:37–40.

Piper, C. S. 1947. Soil and Plant Analysis. Interscience Publishers, Inc., New York.

Potter, R. S., and Snyder, R. S. 1914. The determination of ammonium in soils. Iowa Agr. Exp. Sta. Res. Bull. 17.

Pratt, P. F., and Holowaychuck, N. A. 1954. A comparison of ammonium acetate, barium acetate, and buffered barium chloride methods of determining cation-exchange capacity. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 18:365–368.

Schollenberger, C. J., and Simon, R. H. 1945. Determination of exchange capacity and exchangeable bases in soil—ammonium acetate method. Soil Sci. 59:13–25.

Shaw, W. M. 1939. Report on the ammonium chloride—distillation procedure for the determination of exchangeable bases in soils. J. Assoc. Offic. Agr. Chemists 22:242–248.

Toth, S. J. 1949. Estimation of cation-exchange capacity and exchangeable Ca, K, and Na contents of soils by flame photometer techniques. Soil Sci. 67:439–445.

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY

40 CFR Part 261

[SWH-FRL 1950-8]

Hazardous Waste Management System: Identification and Listing of Hazardous Waste

AGENCY: Environmental Protection Agency.

ACTION: Interim final rule and request for comments.

SUMMARY: The Environmental Protection Agency (EPA) is today revising the regulations for hazardous waste management under the Resource Conservation and Recovery Act to exempt certain categories of mixtures of solid wastes and hazardous wastes from the presumption of hazardousness presently contained in the regulations. EPA is taking this action because the Agency believes that the risk posed to human health and the environment from the management of these waste mixtures is not substantial, so that automatically defining these waste mixtures as hazardous is inappropriate. This amendment will substantially reduce the regulatory burden to those persons who would otherwise have applied the regulations for hazardous waste management to these mixtures.

DATES: Effective date: November 17, 1981. Comment date: EPA will accept public comment on this amendment until January 18, 1982.

ADDRESS: Comments should be sent to Deneen M. Shrader, Docket Clerk (Docket 3001), Office of Solid Waste (WH-562), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460.

Public Docket: The public docket for this regulation is located in Room 2711, U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street S.W., Washington, D.C. 20460, and is available for viewing from 9:00 am to 4:00 pm, Monday through Friday, excluding holidays.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: RCRA Hotline, toll free at (800) 424-9346 or at (202) 554-1404. For technical information contact Judith S. Bellin, Ph.D, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460 (202) 755-9187.

SUPPLEMENTARY INFORMATION:

I. Background

On May 19, 1980, EPA promulgated the first phase of regulations implementing the hazardous waste management system under Subtitle C of the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (RCRA). 45 FR 33066 (1980). These regulations included the identification and listing of hazardous wastes in 40 CFR Part 261. Section 261.3 of these regulations (45 FR 33119) defines a hazardous waste as a solid waste which (1) exhibits any of the characteristics defined in Subpart C of Part 261; (2) is listed in Subpart D of Part 261, and has not been excluded by application of §§ 260.20 and 260.22; or (3) is a mixture of a solid waste and one or more hazardous wastes listed in Subpart D of Part 261 and has not been excluded by application of §§ 260.20 and 260.22. This latter provision was adopted to prevent generators from evading Subtitle C requirements simply by commingling listed hazardous wastes with non-hazardous solid wastes (45 FR 33095), and because many wastes do indeed remain hazardous after admixture or dilution.

EPA recognized that a rule designating all waste mixtures containing listed hazardous wastes as hazardous could create some unintended results (45 FR 33095). It could, for example, result in some waste mixtures being considered hazardous wastes which do not pose a substantial hazard to human health or the environment because they contain only very small amounts of listed hazardous wastes. It was felt that many of these problems could be addressed by using the petition procedures of §§ 260.20 and 260.22. Moreover, it seemed likely that, in many cases, the burden of having to manage a waste mixture as a hazardous waste could be easily avoided by carefully segregating hazardous from non-hazardous waste. It was further recognized, however, that these solutions may not readily address the unintended problems brought about by this provision, and EPA, therefore, expressly invited public comment on other approaches for solving these problems (45 FR 33095).

The regulated community has contended in comments to the May 19 regulation that the petition process, alone, is not workable because it would require excessive numbers of petitions to address the myriad of such problems, and, therefore, would be too resource-intensive for both the regulated community and for EPA. In addition, they argue that, in many cases, the segregation of hazardous and non-hazardous wastes needed in order to comply with the rule cannot be easily or inexpensively accomplished. Finally, they claim that mixtures which contain only small amounts of listed hazardous wastes often do not pose a substantial threat to human health or the environment, and therefore do not merit the rigorous regulation required by the Subtitle C regulations. These commenters have raised these arguments particularly with respect to wastewater mixtures that contain only small amounts of process wastes listed as hazardous under §§ 261.31 and 261.32, or small amounts of discarded commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates listed under §§ 261.33 (e) and (f).

A second area where the current rule does not appear necessary involves mixtures of solid wastes and wastes which are listed as hazardous solely because they exhibit one or more of the characteristics of hazardous wastes. Under the current rule these mixtures are presumed to be hazardous unless they are delisted, even when they do not exhibit any of the applicable characteristics.

The Agency is therefore taking action to exclude from the presumption of hazardousness certain types of mixtures of listed hazardous wastes and wastewaters, and mixtures of solid wastes and hazardous wastes which are listed solely because they exhibit one or more of the hazardous waste characteristics.

The following sections of this preamble describe the particular types of mixtures which will be excluded. Any excluded mixture may still be a hazardous waste if it is listed independently, or if it exhibits a hazardous waste characteristic.

II. Problems Encountered With Application of the Current Mixture Rule to Wastewater Treatment Facilities

The Agency believes that the mixture rule, as presently drafted, sweeps too broadly when applied to all mixtures of wastewater and listed hazardous wastes.[1] Strict application of the mixture rule would cause to be hazardous waste a mixture of large volumes of non-hazardous wastewater and the relatively small amounts of listed hazardous wastes which are introduced

[1] This is not to say that the mixture presumption does not have validity in many settings involving mixtures of listed wastes and wastewater. There are situations where toxic wastes are mixed with wastewaters in concentrations sufficient to render hazardous the resulting mixture and wastewater treatment sludges. Furthermore, many wastewater treatment facilities contain unlined surface impoundments, which are of special environmental concern when they are used to treat, store, or dispose of hazardous waste. Many pollutants are water soluble, and impounded wastes are constantly exposed to water under conditions where a hydraulic head can develop. Hazardous constituents are especially available for leaching to the environment under these conditions.

into the wastewater as a result of normal manufacturing operations or on-site laboratory operations. Resulting wastewater treatment sludges would likewise be hazardous wastes under § 261.3(c)(2). In many cases, however, these relatively small amounts of listed hazardous wastes are likely to be greatly diluted in the wastewater, so that the resulting mixture is not hazardous. In addition, hazardous constituents of the listed hazardous wastes may adsorb to soil, degrade or otherwise attenuate during the course of wastewater treatment, further reducing the potential hazardousness of the mixture. A presumption of hazardousness is not warranted in these situations.

Data submitted by the Chemical Manufacturers Association (CMA) and the American Petroleum Institute (API) indicate that small amounts of spent solvents listed in § 261.31, discarded commercial chemical products and manfacturing chemical intermediates listed in § 261.33, and discarded laboratory wastes often are mixed with large volumes of process wastewater in a relatively innocuous manner. They claim that these practices, in some cases, are unavoidable (e.g., unanticipated spills into a manufacturing plant's sewer system) and, in other cases, are reasonable and efficient practices for managing these small volumes of wastes. In addition, data from API indicates that relatively small amounts of the sludge resulting from cleaning of heat exchangers (EPA Hazardous Waste No. K050) often is mixed with large volumes of wastewater as a result of reasonable and efficient waste management practices, without significantly increasing the resulting concentration of hexavalent chromium in the wastewater.

Although these data, in some cases, show sizable amounts of listed hazardous wastes discharged into non-hazardous wastewaters, the relative quantity of these listed wastes mixed into the wastewaters is small, oftentimes exceedingly small. Consequently, the resulting concentration in the wastewater of the hazardous constituents of the listed hazardous wastes are very small. For example, 1,1,1-trichloroethane, a solvent used in large quantities in petroleum refineries for degreasing purposes, has been measured in the untreated refinery wastewater at 4—283 ppb, averaging 21 ppb.[2,3] Additionally, sampling performed by the Agency in the petroleum refining and pharmaceutical industries (two industries with high solvent usage) show that their raw wastewaters contain an aggregate of 0.01 and 0.08 ppm, respectively, of the carcinogenic [4] solvents carbon tetrachloride, tetrachloroethylene and trichloroethylene.[5,6] Agency data also show that the combined concentration in the raw wastewater of the listed solvents methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, o-dichlorobenzene, and toluene is 0.2 ppm in petroleum refineries, and 2.3 ppm in the pharmaceutical industry.[7,8,9]

Leaks and other *de minimis* discharges of § 261.33 chemical products or manufacturing intermediates from normal manufacturing operations are another source of listed hazardous wastes that are frequently discharged into and mixed with non-hazardous wastewater, but which appear to contribute little to total pollutant loadings. Data provided by CMA for several chemical manufacturing operations (two facilities processing petrochemicals, one producing hydrogen fluoride, and one synthesizing formaldehyde resins) show that the incremental amounts of § 261.33 materials reaching the wastewater treatment system as a result of spills, leaks, maintenance and laboratory activities usually constitute a small percentage (in all cases except one less than one percent) of the total amount of such materials contained in the wastewater influent.[10] For example, a plastics manufacturing plant using acrylonitrile (a commercial chemical product listed in § 261.33(f)) discharges into its wastewater treatment system only 8 lb per day of discarded acrylonitrile resulting from equipment leakage and cleanup, relief-device discharges, and line rinsings, whereas the quantity of acrylonitrile introduced into its wastewaters from the manufacturing process *per se* amount to 800 lb per day.[11]

On-site laboratory operations also often discharge small amounts of listed hazardous wastes into a plant's wastewater. Many of the commercial chemical products listed in § 261.33 are either used or analyzed in laboratories. Also, laboratory operations typically use a variety of solvents and often discharge small quantities of the spent solvents listed in § 261.31 into a plant's wastewater treatment system. An industrial laboratory is estimated to produce between 20 and 1600 kg of hazardous wastes per year.[12] A high proportion of these wastes is probably discarded to wastewater.

Another source of listed hazardous wastes which is mixed into wastewater is of particular concern to the petroleum refining industry.[13] Refinery operations and maintenance activities require removal of accumulated residues from the cooling water side of heat exchangers. These residues are listed as a hazardous waste (EPA Hazardous Waste No. K050). In the course of daily cleaning operations, these residues are managed most efficiently by being discharged into the refinery's wastewater treatment system. On the average, in a typical refinery, about 75–150 kg per year of heat exchanger bundle sludges are flushed to the sewer system.[14] Dilution of these residues in the large volumes of refinery wastewater results in very low concentrations of total chromium. It is estimated that these concentrations are almost always less than 1 ppm (usually much less than 0.1 ppm).[15] Sampling performed by the Agency at seven refineries showed less than 0.05 ppm of total chromium.[16] Concentrations of hexavalent chromium, the species of chromium of specific concern because of its toxicity, are estimated to be even smaller.

Based on the foregoing evidence, EPA believes there is a justified need for amending the mixture rule in § 261.3(a)(2)(ii) to restrict this rule as it applies to wastewater mixtures, so as to avoid Subtitle C regulation of wastewater mixtures that do not pose a substantial threat to human health or

[2] Data submission of the American Petroleum Institute (API), April 3, 1981. Although the data were gathered from only four refineries, API has indicated that they are representative of the petroleum refining industry.

[3] Development Document for Effluent Limitations Guidelines and Standards for the Petroleum Refining Point Source Category, EPA 440/1-79-014b, December 1979.

[4] EPA's Carcinogen Assessment Group (CAG) has determined that there is substantial evidence to indicate that these substances are potentially carcinogenic in human beings.

[5] See footnote 2

[6] See footnote 3

[7] See footnote 3

[8] Development Document for Effluent Limitations Guidelines and Standards for the Pharmaceutical Industry Point Source Category, EPA 440/1-80-084a, June 1980.

[9] The presence of these compounds in the wastewater does not necessarily derive from their use as solvents. They may also derive from manufacturing processes where the material is used as a reactant/raw material, rather than as a solvent, or from laboratory operations. Increased concentrations of these materials in wastewater attributable to their use as solvents will thus be less than the values reported above, reinforcing the Agency's view that its contemplated relaxation of the mixture rule for these materials will not jeopardize human health or the environment.

[10] Submission of the Chemical Manufacturers Association (CMA), March 25, 1981.

[11] See footnote 10.

[12] See footnote 2.

[13] See footnote 2.

[14] See footnote 2.

[15] Calculated from submission of API (see footnote 2).

[16] See footnote 3.

the environment. In doing this, however, the Agency must ensure that modification of the mixture rule will not allow or encourage generators to discharge large quantities of listed hazardous wastes into wastewater treatment systems to circumvent proper management of these listed wastes. Today's amendment is designed to meet these purposes by limiting the mixture rule so that, with respect to wastewater mixtures, it does not apply to non-hazardous wastewaters that receive small quantities of listed hazardous wastes which are not principal wastewater streams, and which are reasonably and efficiently managed by being discharged into a plant's wastewater treatment system. EPA believes that the small quantities of listed hazardous wastes allowed by today's amendment in exempted wastewater mixtures will be present in such low concentrations that they do not pose a substantial hazard to human health or the environment, and, furthermore, often will be treated in the plant's wastewater treatment system.[17]

Today's amendment (except for § 261.3(a)(2)(iii)) applies only to wastewater mixtures managed in wastewater treatment systems whose discharge is subject to regulation under either Section 402 or 307(b) of the Clean Water Act. This requirement will help to prevent indiscriminate discharge of wastes into wastewater treatment systems, because to do so could jeopardize the generator's ability to comply with its Clean Water Act discharge requirements. By the phrase "wastewater subject to regulation under either Section 402 or 307(b) of the Clean Water Act" used in today's amendment, the Agency means to include all facilities which generate wastewater which is discharged into surface water or into a POTW sewer system. The Agency also means to include those facilities (known as "zero dischargers") that have eliminated the discharge of wastewater as a result of, or by exceeding, NPDES or pretreatment program requirements.

The amendment does not apply to facilities which discharge into privately owned treatment works. The Agency has no information on the types of listed waste and wastewater mixtures occurring at these facilities. In addition, they have no regulatory obligation to treat their wastes prior to discharge. The likelihood of indiscriminate mixing of listed hazardous wastes and wastewaters at these facilities is thus greater than in those subject to regulation under the Clean Water Act. The privately owned treatment works to which these unregulated facilities discharge, however, may qualify for the mixture rule exclusion provided their own discharge is subject to regulation under the NPDES or pretreatment programs, and provided further that the influent streams to these treatment works meet the relevant exclusion limits contained in today's regulations.

The following sections of this preamble describe the several provisions of today's amendment in more detail.

A. Mixtures of Wastewater and Hazardous Waste From Non-Specific Sources Listed in 40 CFR 261.31

The Agency believes that, of the hazardous wastes listed in § 261.31, only the spent solvents need be covered by today's amendment because these are the only wastes in § 261.31 that seldom are principal wastestreams, and often are discharged in small quantities into wastewaters as a practical way of managing them. Most of the other wastes listed in § 261.31 are principal wastestreams generated in manufacturing operations, and typically would be introduced into wastewaters[18] in relatively large quantities.

Spent solvents are generated in a great many manufacturing and allied operations such as degreasing, maintenance, extraction, purification and constituent application procedures. (The same substances may also be used in a manufacturing process as chemical reactants or process intermediates, and, when so used, are not considered to be spent solvents.[19]) It is not always possible to collect and segregate spent solvents (e.g., various spills or incidental losses from degreasing or maintenance operations); those materials often drain or are washed into wastewater sewer systems. Also, it is often practical and reasonable to discharge the small quantities of spent solvent generated in diverse and separate manufacturing and allied operations into the nearest sewer connected to the wastewater treatment system. These small quantities of spent solvent are conveniently managed by and treated in the chemical or biological wastewater treatment system.

The Agency has decided to deal with these situations by amending § 261.3(a)(2) to provide that the mixture rule does not apply to mixtures of § 261.31 spent solvents in wastewaters if the combined concentrations of the spent solvent in the resulting mixture are no greater than 1 or 25 ppm, depending on the type of solvent (§ 261.3(a)(2)(iv) (A) and (B) of today's amendment). The lower limit applies to those listed spent solvents determined by the Agency's Carcinogen Assessment Group (CAG) to possess substantial evidence of carcinogenicity, namely, carbon tetrachloride, tetrachloroethylene (perchloroethylene) and trichloroethylene. The upper limit applies to the remaining listed spent solvents which are listed in § 261.31 because they are toxic (T): methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, o-dichlorobenzene, cresols, creyslic acid, nitrobenzene, toluene, methyl ethyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, pyridine, and spent chlorofluorocarbon solvents.[20] The Agency chose these limits after considering a number of factors. First, it concluded that different limits should be set for these two groups of spent solvents because the scientific literature shows a decisive difference among the concentrations of these solvents in water that produce adverse health and environmental effects.[21] Second, the agency considered the factors listed in § 261.11(a)(3) to make a judgment about the concentration of spent solvents for each group that it deemed would not cause the wastewater mixture, if improperly managed, to pose a

[17] Most wastewaters are currently treated by chemical or biological treatment processes designed to degrade organic materials. Most of the listed hazardous wastes covered by today's amendment are hazardous because they contain organic hazardous constituents. Many of these constituents are capable of being treated by these wastewater treatment systems at the concentration allowed in today's amendment.

[18] Several of the other wastes listed in § 261.31 are sludgs from wastewater treatment and thereby are derived from rather than introduced into wastewaters.

[19] See Background Document to hazardous waste listings F001–F005, response to comments, November 14, 1980.

[20] The spent fluorocarbon solvents are included in this aggregate limitation even though their listing rests on a different basis than that of the other spent solvents, namely, the threat to the ozone layer after volatilization. Limitation of the concentration of these solvents in wastewater should, as a practical matter, help meet this concern by reducing the amount of fluorocarbon solvent available for release. The Agency, therefor has tentatively determined to include the spent fluorocarbon solvents in the aggregate limitation. We do however, solicit comments as to whether a separate limit should be adopted for this class of solvents, and what this limit should be.

[21] The Water Quality Criteria established by EPA under Section 304(a) of the Clean Water Act set criteria of 0.8, 2.7 and 0.4 ppb for carbon tetrachloride, trichloroethylene and tetrachloroethylene, respectively, and set much higher criteria (ranging from 0.4 to 19.8 ppm) for seven of the substances in the second group of spent solvents. The figures cited for the carcinogenic solvents are for a 10^{-6} additional cancer risk level due to a lifetime exposure from daily ingestion of two liters of water, and consumption of 6.5 g of fish and shellfish. See 45 Fed. Reg. 79318 (November 28, 1980).

substantial hazard to human health or the environment. An important factor in the consideration was the reduction of spent solvent concentrations that typically would be achieved in the treatment of the wastewater mixture before its intended or unintended (e.g., subsurface leakage) release into the environment. The Agency reasoned that virtually all of the wastewater mixtures covered by today's amendment will be given treatment, and that this treatment will typically be biological, physical or chemical treatment capable of reducing the spent solvent concentrations in the wastewater, particularly at the low concentrations assured by the limits selected. The Agency concluded that, if the spent solvent concentrations in the wastewater mixture prior to treatment are limited to 1 and 25 ppm, the wastewater treatment process will typically reduce these concentrations in any releases of the wastewater to levels that do not pose a substantial harm to human health or the environment. Indeed, effluent guidelines data and data submitted by API[22] indicate that wastewater treatment typically reduces these concentrations to a range of 10–100 ppb, levels that approach the Water Quality Criteria[23] which the Agency considered as a guide in assessing the relevant factors.

Spent solvent wastewater mixtures may be released before treatment is complete. Even in these situations, however, other attenuative mechanisms such as adsorption to organic soil constituents, biodegradation and dilution will typically operate to reduce the spent solvent concentrations in these releases before they are transported to points where human or environmental exposure may occur. Thus the Agency concluded that even where wastewater releases occur prior to full treatment, attenuative mechanisms will reduce spent solvent concentrations to levels that will not pose a substantial hazard to human health or the environment when the influent concentrations are limited to 1 and 25 ppm.

The Agency does not intend to determine compliance with this provision by requiring that generators actually monitor the concentration of spent solvent in untreated wastewater. Instead, the generator must be able to demonstrate that the maximum amount of solvents used during a week divided by the average weekly flow of the influent into the headworks of the final wastewater treatment step would not exceed the standards established herein. This demonstration can be made through an audit of various records already maintained at most facilities, including invoices showing solvent purchases, lists indicating to whom and how much solvent was distributed, and other, similar, operating records.[24] An EPA inspector would look to such documents to verify the computation made by the generator. The Agency is selecting the average weekly influent flow, rather than a system's design flow, to take account of situations when the wastewater treatment system does not operate at design capacity; the treatment system's headworks is the appropriate part of the treatment facility on which to base average raw wastewater influent concentrations, because final combination of different raw wastewater streams typically takes place at that location.

The following example shows how compliance could be demonstrated: If a facility estimates that it uses a maximum of 700 kg of 1,1,1-trichloroethane (methyl chloroform, MC), and 150 kg of methylene chloride per week as solvents, and if the weekly flow into the headworks of the generator's wastewater treatment facility is estimated to average 5 MGD, the mixed wastewater would be exempt from the mixture rule because the average MC concentration in its influent wastewater is 5.3 ppm,[25] the average methylene chloride concentration is 1.1 ppm, and the combined concentration is 6.4 ppm, less than the exemption maximum of 25 ppm for the non-carcinogenic solvents.

In using this means of evaluating compliance, the Agency is making a worst-case assumption that all solvent used at a facility becomes mixed with process wastewater, unless the facility can demonstrate that a certain portion of the solvent is not disposed to wastewater. This assumption is one of the factors the Agency believes justifies its decision to adopt a concentration level for the spent solvents above health-based concentration values. The audit should be repeated whenever a change in the generator's operations could affect the amount of spent solvents in the wastewater.

If EPA were to suspect a generator was violating the provisions of this amendment, the Agency would follow normal investigatory steps (such as verifying supply records or interviewing employees) to ascertain the company's compliance. Deliberate falsification of relevant records, of course, could subject a generator to civil or criminal sanctions.

B. Mixtures of Wastewater and Hazardous Wastes From Specific Sources Listed in 40 CFR 261.32

The Agency believes that hazardous wastes listed in § 261.32 typically are generated in large volumes relative to the non-hazardous wastewaters generated at the same plant, and, if mixed with the wastewater, often constitute a significant portion of the wastewater mixture, thereby causing the mixture to pose a substantial hazard to human health or the environment. The Agency, therefore, believes that § 261.32—listed wastes which are mixed with non-hazardous wastewater ordinarily should not be excluded from the mixture rule. However, the Agency will consider amending the mixture rule on a case-by-case basis if a particular industry can provide sufficient evidence that their § 261.32—listed wastes, when mixed with their non-hazardous wastewater, would not present a substantial hazard. In fact, the petition processes established in § 260.20 can be used for this purpose.[26]

At this time, in § 261.3(a)(2)(iv)(C) of today's amendment, the Agency has decided to grant API's request to exclude from the mixture rule wastewater mixtures that are hazardous only because they contain EPA Hazardous Waste No. K050 (Heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry) and which are treated in a facility subject to regulation under Section 402 or Section 307(b) of the Clean Water Act. This listed hazardous waste often is mixed with non-hazardous wastewater as a consequence of backflushing of the heat exchanger bundles during intermittent cleaning operations in the course of refinery operations. Back-flushing is a daily routine maintenance procedure. More vigorous cleaning, often by hydroblasting, is performed every one to two years. In either case, the accumulated sludges are often disposed

[22] See footnotes 2 and 3.

[23] See footnote 21.

[24] However, if a facility can demonstrate by means of appropriate records that any portion of solvents used at the facility are not disposed to wastewater, that portion is to be excluded from the calculation. That portion of solvents which is volatilized may not be excluded from the calculation of solvent usage.

[25] Calculated as follows: 700kg/wk x 1/7 wk/d x 1/5x10⁶ d/gal x 1/3.8 gal/1 x 1 1/kg=5.3 ppm.

[26] For making such a demonstration for an individual plant, the petition process under § 260.22 can be used.

to the refinery's sewer system. In two large refineries, these sludges correspond to 0.0004 percent and 0.002 percent of the wastewater flow into the refineries treatment systems.[27]

The heat exchanger bundle sludges are listed as hazardous because they contain hexavalent chromium. However, data provided by API indicate that the cleaning operations raise the total chromium content of the raw wastewater to much less than 1 ppm (24 to 63 ppb),[28] a level unlikely to cause harm, since it virtually meets the National Interim Primary Drinking Water Standard. The chromium also would undoubtedly undergo further attenuation before reaching environmental receptors. In addition, almost all of the chromium is reduced to the trivalent state by reducing agents such as sulfides present in the raw wastewater. Refinery wastewater (effluent from DAF float or API separator) contains about 7.1 ppm of sulfide, 0.7 ppm of trivalent chromium and 0.02 ppm of hexavalent chromium.[29] Two large refineries report 10–30 ppm of sulfide in untreated wastewater.[30] Although these wastes are alkaline (pH8–9)[31] a condition conducive to the oxidation of chromium, the tenfold excess of sulfide is sufficient to reduce the hexavalent chromium. Most of the already small incremental increase of chromium concentrations from this source will therefore be in the relatively non-toxic trivalent form.[32] Although the total environmental loading of chromium in petroleum refinery wastewaters resulting from heat exchanger bundle cleaning sludges is not inconsiderable (about 1300 kkg/year),[33] the fact that it is almost completely trivalent, and is present in low concentrations in those wastewaters, justifies exempting them from the mixture rule at 40 CFR 261.3(a)(2).

[27] Letter from S. M. D'Orsie, Exxon Company to M. Steinberg, Morgan, Lewis and Bockius, August 12, 1981.

[28] See footnote 3. These data were calculated from Tables III-5 and III-10 of the referenced document.

[29] See footnote 28.

[30] See footnote 27.

[31] See footnote 28.

[32] In addition, the overwhelming proportion of chromium in the wastewater will end up in the wastewater treatment sludges which are subject to the EP toxicity characteristic for hexavalent chrome to determine whether they are hazardous wastes. These sludges are the wastes of real concern in the process, and the EP characteristic provides a means of asserting appropriate regulatory control if they contain unacceptable levels of hexavalent chromium.

[33] See footnote 2.

[34] U.S. EPA. 1978. Compilation of Air Pollutant Emission Factors, 3rd. ed. Suppl. No. 8. NTIS. Springfield, VA Publ. No. PB 288-905, May 1978.

[35] U.S. EPA. 1980. VOC Fugitive Emissions in the Synthetic Organic Chemicals Manufacturing Industry—Background Information for Proposed Standards. EPA 450/3-80-033a. November 1980.

[36] U.S. DHHS. 1981. Control of Emissions from Seals and Fittings in Chemical Process Industries. DHHS (NIOSH) Publication No. 81.

C. Mixtures of Wastewater and Discarded Commercial Chemical Products and Manufacturing Chemical Intermediates Listed in 40 CFR 261.33

In § 261.3(a)(2)(iv)(D) of today's amendment, EPA is excluding from the mixture rule wastewater mixtures that are hazardous waste solely because they contain discarded commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates listed in § 261.33 arising from *de minimis* losses in the normal handling of these materials, either as raw products used in the manufacturing process or as intermediate or chemical products used in or produced by the manufacturing process. Small amounts of § 261.33 materials which are being produced by or used as raw product in a manufacturing process are often unavoidably lost in normal material handling operations. For example, small amounts of raw material are lost in various unloading or material transfer operations (e.g., small drippage when transfer hose lines are disconnected, and fugitive dusts when certain materials are emptied from bags or transferred from bins). Additionally, small amounts of manufactured products or intermediates are lost in material handling, manufacturing process or storage activities (e.g., losses from packing of pumps being used to transfer product, unanticipated spills, relief valve discharges, rinsates from drained or otherwise emptied containers and purgings associated with pressure relief or taking samples).[34-36] These are all normal losses which are typically minimized because the materials have value, and their loss creates an economic penalty. Although these losses theoretically can be prevented, it often is only at considerable cost, which usually exceeds the cost of the lost material.

These small losses of raw materials, products or intermediates are often disposed of by draining or washing them into the wastewater treatment system. This typically is a reasonable and practical means of disposing of these lost materials. Segregating and separately managing them often would be exceedingly expensive and may not be necessary because the small quantities can be assimilated and treated in the wastewater treatment system.

EPA believes that where the above described losses of § 261.33 materials are being disposed of by being mixed into non-hazardous wastewaters, the amount of such discarded § 261.33 materials will typically be very small relative to the quantity of wastewater. At the resulting concentrations in the wastewater, which often will be reduced by the wastewater treatment process, the Agency does not believe the wastewater mixture will pose a substantial hazard to human health or the environment.

Section 261.3(a)(2)(iv)(D) of today's amendment only exempts wastewater mixtures resulting from § 261.33 materials where such materials arise from *de minimis* losses of these materials in normal manufacturing operations and where such materials are being used as raw materials or are being produced by the generator.[37] By so restricting this amendment, the Agency believes it is limiting the mixture rule exemption to wastewater mixtures that contain very small concentrations of § 261.33 materials and concentrations unlikely to pose a substantial hazard to human health and the environment. The Agency has not employed the alternative of applying a concentration or quantity limit on § 261.33 materials allowed in mixtures to which the exemption applies. The Agency believes that this alternative and the auditing procedures that would be necessary for its implementation is not necessary because the value of § 261.33 materials typically will preclude other than *de minimis* losses and resulting discharges. There may, however, be situations where a particular facility or group of facilities are operated so sloppily that losses of § 261.33 materials to wastewater during normal manufacturing activities are high, and results in hazardous concentrations of these chemicals in the wastewater. In these circumstances, the Agency will use its listing authority to list the wastewaters from individual facilities. Comments are solicited on the Agency's approach to this potential problem.

This amendment does not exempt wastewater mixtures that derive from the discarding of off-specification § 261.33 materials, the discarding of these materials during abnormal manufacturing operations (e.g., plant shutdowns, operation malfunctions resulting in substantial spills, leaks or other releases), or the discarding of these materials where they are not being used as raw materials or are not being manufactured as intermediate or final

products (e. g., the discarding of § 261.33 pesticides being used for pest control on the plant property or the discarding of § 261.33 solvents or other materials used in plant maintenance). EPA believes that these discarded § 261.33 materials can and should be segregated and separately managed as hazardous wastes. If they are intentionally or unintentionally mixed with non-hazardous wastewaters, then such wastewaters must managed as hazardous wastes.

D. Mixtures of Wastewater and Wastes Which Are Generated by Laboratory Operations

In section 261.3(a)(2)(iv)(E) of today's amendment, EPA is exempting from the mixture rule mixtures of non-hazardous wastewaters and laboratory wastewaters that contain or may contain listed hazardous wastes, provided that the annual average concentration of laboratory wastewaters in the generator's total wastewater flow is less than one percent. Most manufacturing plants operate on-site laboratories either for the purpose of providing quality control [38] or for performing research and development, or both. These laboratories typically generate a variety of listed hazardous wastes including many of the spent solvents listed in § 261.31 and many materials listed in § 261.33.[39] These laboratories may also discard samples or portions of samples of listed hazardous wastes brought into the laboratory for analysis.

Proper disposal of these hazardous wastes and other laboratory wastes is a problem for all laboratories. [40-42] Some of these hazardous wastes are segregated and disposed of separately (e.g., by being sent to a landfill in carefully packed "lab packs", or to an off-site or on-site incinerator). However, a majority of these wastes are believed to be discharged through the laboratories' sewers into the plants' wastewater collection and treatment systems. Indeed, some of these discharges are almost unavoidable (e.g., laboratory spills washed into a sink drain, and residues from the washing of glassware which are carried in the washwater into the sewer). Other discharges are the most reasonable and efficient way of disposing of many of these wastes.

The Agency believes that these discharges from laboratories into a plant's wastewater treatment system typically will be small relative to the total volume of the plant's wastewater. Moreover, the Agency believes that the concentration of listed hazardous wastes imparted to the plant's wastewaters by these laboratory discharges will be even smaller. API estimates [43] that refinery laboratories discard to the wastewater sewer and treatment systems about 20 to 150 kg/month of various chemical wastes, some of which may be listed hazardous wastes. Even if one assumes that all of these chemical wastes are listed hazardous wastes and are discharged into a typical daily wastewater flow of 5 million gallons, the resulting concentration of listed hazardous wastes in the wastewater would be 0.26 ppm. The Agency believes that these concentrations, and even higher concentrations—up to 1 ppm—do not pose a substantial hazard to human health or the environment, even if these concentrations are represented in wastewater discharges from the treatment systems (e.g., subsurface discharges from unlined surface impoundments).[44]

To assure that the exemption in today's amendment is only available to highly diluted [45] mixtures of laboratory wastes and nonhazardous wastewaters, EPA has incorporated a limit of one percent of laboratory wastewaters to total wastewater on an annual average volumetric basis. The limit is expressed in this way to simplify the implementation of this exemption, that is, to avoid the necessity of sampling and calculating or otherwise measuring or estimating the actual concentrations of listed hazardous wastes introduced by laboratories into wastewater sewer and treatment systems. Under today's amendment, a generator may demonstrate compliance with this limit by measuring (preferably) or conservatively calculating values of the annual average wastewater discharge from the laboratory and the annual average wastewater flow entering the wastewater treatment system. EPA believes that this limitation will typically assure laboratory-derived listed hazardous waste concentrations in wastewaters of less than 1 ppm, which the Agency deems will not pose a substantial hazard to human health or the environment.

It is possible that some facilities, whose average laboratory wastewater flow exceeds the exemption limit of one percent of the total wastewater flow, do not discharge hazardous chemical wastes into their wastewaters in amounts warranting application of the mixture rule. The Agency has therefore provided another compliance test, which some facilities may prefer to employ; facilities may be able to show that the estimated combined average concentration of toxic (T) §§ 261.31, 261.32 and 261.33 materials resulting from laboratory operations, in the headworks of their wastewater treatment system does not exceed 1 ppm.[46] If choosing this option, a facility will be able to show compliance by means of an audit of laboratory purchases, an estimate of the aggregate amounts of §§ 261.31, 261.32 and 261.33 toxic materials utilized, and data on wastewater flow into the headworks of its treatment or pre-treatment facility. Facilities must make the worst case

[37] Where an unused material (such as toluene) which would be a listed spent solvent if discarded after use as a solvent, is instead discarded to wastewater prior to use, the principle set out in this section applies, and the discharge does not count against the 1 or 25 ppm exclusion level for spent solvents mixed with wastewater. In this case, what is being discarded is not a spent solvent, but an unused commercial product or intermediate.

[38] This exclusion covers laboratory wastes generated in the course of quality control measurements conducted near a unit operation, as well as analyses conducted in a formal laboratory setting. A pilot plant, however, is not considered to be a laboratory operation, because it is a scaled-down version of a manufacturing process, and so does not generate the diversity of chemical wastes which are characteristic of laboratory operations.

[39] A recent survey determined that more than 25 different chemicals are used daily in 47 percent of 1439 academic and industrial laboratories questioned, and that 100 different chemicals are used daily in 30 percent of these laboratories. (Survey of Laboratory Practices and Policies for Employee Protection from Exposure to Chemicals). American Chemical Society, 1155 16th Street N.W., Washington, D.C. 20036. July 1981.

[40] Survey of Laboratory Practices and Policies for Employee Protection from Exposure to Chemicals. American Chemical Society, 1155 16th Street NW. Washington, D.C. 20036. July 1981.

[41] Muir, G. D., Hazards in the Chemical Laboratory. The Chemical Society, Burlington House, London W1V0BN. Second Edition, March 1977.

[42] N. A. S. Prudent Practices for Handling Hazardous Chemicals in Laboratories. National Academy Press, Washington, D.C. 1981.

[43] See Footnote 2.

[44] Moreover, the Agency believes that these concentrations in wastewaters will often be reduced by the physical, chemical or biological wastewater treatment processes typically employed.

[45] For reasons of laboratory safety, it is standard operating procedure to discard laboratory wastes to the sewer system by admixture with copious amounts of water. See footnotes 40-42.

[46] For the purpose of rendering regulatory compliance less burdensome the Agency has chosen to set a single limit for all hazardous laboratory wastes. The limit was set at 1 ppm of toxic (T) listed wastes because laboratories work with a wide mix of chemicals (see footnote 39), and an appreciable fraction of these chemicals are carcinogens: 5% of the laboratories surveyed use more than 250 gm of OSHA-regulated carcinogens daily, weekly or monthly (see document referred to in footnote 41). As a point of clarification: listed wastes which are hazardous solely because they exhibit one or more of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart C of Part 261 are not included in this calculation. (See discussion in the text at III above). The regulatory language in § 261.2(a)(v)(E) reflects this point.

assumption that all listed hazardous wastes used in the laboratories will be discarded to wastewater, unless they can demonstrate through appropriate records that these materials were disposed of elsewhere. The data should be averaged on a yearly basis (an annualized basis was chosen in order to even out fluctuations, and in order to simplify recordkeeping).

III. Wastes Listed Solely Because They Exhibit a Hazardous Waste Characteristic

Certain wastes are listed in §§ 261.31, 261.32 and 261.33 solely because they exhibit one of the characteristics of hazardous waste. Examples are hazardous wastes F003 (certain ignitable solvents), K044, K045 and K047 (certain residues from explosives manufacture), and certain discarded commercial chemicals listed in § 261.33 (e) and (f). Mixtures of any of these wastes and other solid wastes are presumptively hazardous by application of the mixture rule. This result seems inappropriate, because the mixture itself can be tested to determine whether it exhibits the characteristics of hazardous wastes. Therefore, in § 261.3(a)(2)(iii) of today's amendment, EPA is exempting from the mixture rule mixtures of non-hazardous solid wastes and wastes listed in subpart D solely because they exhibit one or more of the hazardous waste characteristics identified in Subpart C. This amendment, unlike the others adopted today, applies to all waste mixtures, not just to mixtures of listed wastes and wastewaters whose discharge is subject to regulation under section 402 or 307(b) of the Clean Water Act.

IV. Effective Date

Section 3010(b) of RCRA provides that EPA's hazardous waste regulations and revisions to the regulations take effect six months after promulgation. The purpose of this requirement is to allow persons handling hazardous waste sufficient lead time to prepare and to comply with major new regulatory requirements. For the amendment promulgated today, however, the Agency believes that an effective date of six months after promulgation would cause unnecessary disruption in the implementation of the regulation and would not be in the public interest. Since this amendment reduces, rather than increases, the existing requirements for persons generating hazardous waste, there is no basis for allowing a lengthy period of time for persons managing treatment facilities, to prepare for compliance. Therefore, this amendment will take effect immediately as an interim final rule.

V. Interim Final Rule and Request for Comment

EPA has determined under section 553 of the Administrative Procedure Act, 4 U.S.C. 553, that there is good cause for promulgating these amendments as interim final rules without prior notice and comment. In the first place, the Agency during the comment period on the May 19 regulations, already has received comments criticizing the applicability of the mixture of certain discarded process wastes and process wastewaters. Today's action is a direct outgrowth of these comments. The Agency thus believes that the policy underlying the notice and comment requirement has been substantially satisfied here. EPA further believes that the effect of delaying promulgation of this amendment would be disruptive and counterproductive and could cause unnecessary hardship to many facilities. We are particularly concerned that facilities which otherwise would not be deemed to be managing hazardous wastes might have to install groundwater monitoring wells at substantial expense because their wastewater is presumptively hazardous. Since the groundwater monitoring requirement becomes effective on November 19, 1981, the present amendment, as a practical matter, must be implemented immediately to provide relief to this class of facilities. In this situation, we think the use of advance notice and comment procedures would be contrary to the public interest.

At the same time, the Agency believes that the public should have an opportunity to comment on this rule, and, indeed, specifically invites comment on the issues raised herein. Thus, readers will have ample opportunity to comment before these amendments are issued in "final final" form.

VI. Regulatory Impact

Under Executive Order 12291, EPA must judge whether a regulation is "major" and therefore subject to the requirement of a Regulatory Impact Analysis. This interim final regulation is not a major rule because it will not result in an effect on the economy of $100 million or more, nor will it result in an increase in costs or prices to industry. In fact, this regulation will reduce the overall costs and economic impact of EPA's hazardous waste management regulations. There will be no adverse impact on the ability of U.S.-based enterprises to compete with the foreign-based enterprises in domestic or export markets. Because this amendment is not a major regulation, no Regulatory Impact Analysis is being conducted.

This amendment was submitted to the Office of Management and Budget (OMB) for review as required by Executive Order 12291.

VII. Regulatory Flexibility Act

Pursuant to the Regulatory Flexibility Act, 5 U.S.C. 601 *et seq.*, whenever an agency is required to publish general notice of rulemaking for any proposed or final rule, it must prepare and make available for public comment a regulatory flexibility analysis which describes the impact of the rule on small entities (i.e., small business, small organizations, and small governmental jurisdiction). The Administrator may certify, however, that the rule will not have a significant economic impact on a substantial number of small entities.

This amendment will generally have no adverse economic impact on small entities. Accordingly, I hereby certify that this regulation will not have a significant economic impact on a substantial number of small entities. This regulation therefore does not require a regulatory flexibility analysis.

Dated: November 12, 1981.

Anne M. Gorsuch,

Administrator.

PART 261—IDENTIFICATION AND LISTING OF HAZARDOUS WASTE

For the reasons set out in the preamble, 40 CFR Part 261 is amended as follows:

1. The authority citation for Part 261 reads as follows:

Authority: Secs. 1006, 2002(a), 3001, and 3002 of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (42 U.S.C. 6905, 6912, 6921, and 6922).

2. In § 261.3, paragraph (a)(2) is revised to read as follows:

§ 261.3 Definition of hazardous waste.

(a) * * *

(2) It meets any of the following criteria:

(i) It exhibits any of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart C.

(ii) It is listed in Subpart D and has not been excluded from the lists in Subpart D under §§ 260.20 and 260.22 of this chapter.

(iii) It is a mixture of a solid waste and a hazardous waste that is listed in Subpart D solely because it exhibits one or more of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart

C, unless the resultant mixture no longer exhibits any characteristic of hazardous waste identified in Subpart C.

(iv) It is a mixture of solid waste and one or more hazardous wastes listed in Subpart D and hasd not been excluded from this paragraph under §§ 260.20 and 260.22 of this chapter; however, the following mixtures of solid wastes and hazardous wastes listed in Subpart D are not hazardous wastes (except by application of paragraph (a)(2) (i) or (ii) of this Section) if the generator can demonstrate that the mixture consists of wastewater the discharge of which is subject to regulation under either Section 402 or Section 307(b) of the Clean Water Act (including wastewater at facilities which have eliminated the discharge of wastewater) and:

(A) One or more of the following spent solvents listed in § 261.31—carbon tetrachloride, tetrachloroethylene, trichoroethylene—provided that the maximum total weekly usage of these solvents (other than the amounts that can be demonstrated not to be discharged to wastewater) divided by the average weekly flow of wastewater into the headworks of the facility's wastewater treatment or pre-treatment system does not exceed 1 part per million; or

(B) One or more of the following spent solvents listed in § 261.31—methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, o-dichlorobenzene, cresols, cresylic acid, nitrobenzene, toluene, methyl ethyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, pyridine, spent chlorofluorocarbon solvents—provided that the maximum total weekly usage of these solvents (other than the amounts that can be demonstrated not to be discharged to wastewater) divided by the average weekly flow of wastewater into the headworks of the facility's wastewater treatment or pre-treatment system does not exceed 25 parts per million; or

(C) One of the following wastes listed in § 261.32—heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry (EPA Hazardous Waste No. K050); or

(D) A discarded commercial chemical product, or chemical intermediate listed in § 261.33, arising from *de minimis* losses of these materials from manufacturing operations in which these materials are used as raw materials or are produced in the manufacturing process. For purposes of this sub-paragraph, *"de minimis"* losses include those from normal material handling operations (e.g. spills from the unloading or transfer of materials from bins or other containers, leaks from pipes, valves or other devices used to transfer materials); minor leaks of process equipment, storage tanks or containers; leaks from well-maintained pump packings and seals; sample purgings; relief device discharges; discharges from safety showers and rinsing and cleaning of personal safety equipment; and rinsate from empty containers or from containers that are rendered empty by that rinsing; or

(E) Wastewater resulting from laboratory operations containing toxic (T) wastes listed in Subpart D, provided that the annualized average flow of laboratory wastewater does not exceed one percent of total wastewater flow into the headworks of the facility's wastewater treatment or pre-treatment system, or provided the wastes, combined annualized average concentration does not exceed one part per million in the headworks of the facility's wastewater treatment or pre-treatment facility. Toxic (T) wastes used in laboratories that are demonstrated not to be discharged to wastewater are not to be included in this calculation.

* * * * *

[FR Doc. 81-33191 Filed 11-16-81; 8:45 am]
BILLING CODE 6560-30-M

(4) When mixed with water, it generates toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.

(5) It is a cyanide or sulfide bearing waste which, when exposed to pH conditions between 2 and 12.5, can generate toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.

(6) It is capable of detonation or explosive reaction if it is subjected to a strong initiating source or if heated under confinement.

(7) It is readily capable of detonation or explosive decomposition or reaction at standard temperature and pressure.

(8) It is a forbidden explosive as defined in 49 CFR 173.51, or a Class A explosive as defined in 49 CFR 173.53 or a Class B explosive as defined in 49 CFR 173.88.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of reactivity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D003.

§ 261.24 Characteristic of EP Toxicity.

(a) A solid waste exhibits the characteristic of EP toxicity if, using the test methods described in Appendix II or equivalent methods approved by the Administrator under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21, the extract from a representative sample of the waste contains any of the contaminants listed in Table I at a concentration equal to or greater than the respective value given in that Table. Where the waste contains less than 0.5 percent filterable solids, the waste itself, after filtering, is considered to be the extract for the purposes of this section.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of EP toxicity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number specified in Table I which corresponds to the toxic contaminant causing it to be hazardous.

TABLE I.—MAXIMUM CONCENTRATION OF CONTAMINANTS FOR CHARACTERISTIC OF EP TOXICITY

EPA hazardous waste number	Contaminant	Maximum concentration (milligrams per liter)
D004	Arsenic	5.0
D005	Barium	100.0
D006	Cadmium	1.0
D007	Chromium	5.0
D008	Lead	5.0
D009	Mercury	0.2
D010	Selenium	1.0
D011	Silver	5.0
D012	Endrin (1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-endo, endo-5,8-dimethano naphthalene.	0.02
D013	Lindane (1,2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexane, gamma isomer.	0.4
D014	Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2,2-bis (p-methoxyphenyl)ethane).	10.0
D015	Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$, Technical chlorinated camphene, 67–68 percent chlorine).	0.5
D016	2,4-D, (2,4-Dichlorophenoxyacetic acid).	10.0
D017	2,4,5-TP Silvex (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid).	1.0

Subpart D—Lists of Hazardous Wastes

§ 261.30 General.

(a) A solid waste is a hazardous waste if it is listed in this Subpart, unless it has been excluded from this list under §§ 260.20 and 260.22.

(b) The Administrator will indicate his basis for listing the classes or types of wastes listed in this Subpart by em-

(8) NACE Standard TM-01-69 is titled, "Test Method Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries," 1969 edition.

(9) IME Standard 22 is titled, "IME Standard for the Safe Transportation of Class C Detonators (Blasting Caps) in a Vehicle With Certain Other Explosives," Revised March 21, 1979 (IME Safety Library Publication No. 22).

(10) IAEA "Regulations for the Safe Transport of Radioactive Materials", 1967 Edition and 1973 Revised Edition, Safety Series, No. 6.

(11) United States Atomic Energy Commission (USAEC):

(i) Title 10, Code of Federal Regulations, Part 71 is titled, "Packaging of Radioactive Materials for Transport and Transportation of Radioactive Materials Under Certain Conditions."

(12) U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards Handbook H28 (1957)—Part II is titled, "Screw-Thread Standards for Federal Services 1957," December 1966 edition.

(13) National Wooden Box Association's Specification 1-1B is titled "Specifications for Nailed Wooden and Lock Corner Boxes for Industrial Use," May 1958. Amended in part October 1961.

(14) American Water Works Association (AWWA) Standard C207-55 is titled, "AWWA Standard for Steel Pipe Flanges," 1955 edition.

(15) American Welding Society (AWS):

(i) AWS Code B-3.0 is titled, "Standard Qualification Procedure," 1972 edition.

(ii) AWS Code D-1.0 is titled, "Code for Welding in Building Construction," 1966 edition.

(16) USDC, CAPE-1662, one of the series of "Civilian Applications Program Engineering Drawings" which is a package of information including drawings and bills of material, describing phenolic-foam insulated, protective overpacks.

(i) USDC, USDOE Material and Equipment Specification No. SP-9, Rev. 1, and Supplement, is titled "Fire Resistant Phenolic Foam."

(ii) USDC, ORO-651 is titled, "Uranium Hexafluoride Handling Procedures and Container Criteria," Revision 3, 1972 edition.

(17) "International Maritime Dangerous Goods Code," (IMCO Code), Volumes I, II, III and IV, 1977 Edition, and Amendments 14-76, 15-77, and 16-78 thereto.

(18) "Uniform Freight Classification 11."

(19) General Services Administration, Federal Specification RR-C-901b is titled "Cylinders, Compressed Gas: With Valve or Plug and Cap; ICC 3AA," August 1, 1967.

(20) NIOSH Registry is titled, "Registry of Toxic Effects of Chemical Substances," 1978 edition, available from the Superintendent of Documents.

(21) United Nations Recommendations (UN Recommendations) is titled, "Transport of Dangerous Goods (1977)."

(22) SADT is titled, "Self Accelerating Decomposition Temperature Test," published by the OPPSD.

(e) Matters referenced by footnote are included as part of the regulations of this subchapter.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53, App. A to Part 1, and paragraph (a) of App. A to Part 106)

[Amdt. 171-4, 34 FR 18247, Nov. 14, 1969]

NOTE: For amendments to § 171.7 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 171.8 Definitions and abbreviations.

In this subchapter,

"Approved" means approval issued or recognized by the Department unless otherwise specifically indicated in this subchapter.

"Away from" See § 176.83.

"Barge" means a non-selfpropelled vessel.

"Bottle" means a container having a neck of relatively smaller cross section than the body and an opening capable of holding a closure for retention of the contents.

"Break-bulk" means packages of hazardous materials that are handled individually, palletized, or unitized for purposes of transportation as opposed to bulk and containerized freight.

"Bureau of Explosives" means the Bureau of Explosives (B of E) of the Association of American Railroads.

"C" means Celsius or Centigrade.

"Captain of the Port" means the Officer of the Coast Guard, under the command of a District Commander, so designated by the Commandant for the purpose of giving immediate direction to Coast Guard law enforcement activities within his assigned area or, with respect to remaining areas in his District not assigned to officers designated by the Commandant, the District Commander.

"Carfloat" means a vessel that operates on a short run on an irregular basis and serves one or more points in a port area as an extension of a rail line or highway over water, and does not operate in ocean, coastwise, or ferry service.

"Cargo-only aircraft" means an aircraft that is used to transport cargo and is not engaged in carrying passengers.

"Cargo tank" means any tank permanently attached to or forming a part of any motor vehicle or any bulk liquid or compressed gas packaging not permanently attached to any motor vehicle which by reason of its size, construction, or attachment to a motor vehicle, is loaded or unloaded without being removed from the motor vehicle. Any packaging fabricated under specifications for cylinders is not a cargo tank.

"Cargo vessel" means: (1) Any vessel other than a passenger vessel; and

(2) Any ferry being operated under authority of a change of character certificate issued by a Coast Guard Officer-in-Charge, Marine Inspection.

"Carrier" means a person engaged in the transportation of passengers or property by:

(1) Land or water, as a common, contract, or private carrier, or

(2) Civil aircraft.

"CC" means closed-cup.

"Character of vessel" means the type of service in which the vessel is engaged at the time of carriage of a hazardous material.

"Class A explosives" See § 173.53.

"Class B explosives" See § 173.88.

"Class C explosives" See § 173.100.

"COFC" means container-on-flatcar.

"Combustible liquid" See § 173.115.

"Compressed gas" See § 173.300.

"Consumer commodity" means a material that is packaged and distributed in a form intended or suitable for sale through retail sales agencies or instrumentalities for consumption by individuals for purposes of personal care or household use. This term also includes drugs and medicines.

"Containership" means a cargo vessel designed and constructed to transport, within specifically designed cells, portable tanks and freight containers which are lifted on and off with their contents intact.

"Corrosive material" See § 173.240.

"Crewmember" means a person assigned to perform duty in an aircraft during flight time.

"Cylinder" means a pressure vessel designed for pressures higher than 40 psia and having a circular cross section. It does not include a portable tank, multi-unit tank car tank, cargo tank, or tank car.

"District Commander" means the District Commander of the Coast Guard, or his authorized representative, who has jurisdiction in the particular geographical area.

"DOD" means the U.S. Department of Defense.

"Designated facility" means a hazardous waste treatment, storage, or disposal facility that has been designated on the manifest by the generator.

"Engine" means a locomotive propelled by any form of energy and used by a railroad.

"EPA" means U.S. Environmental Protection Agency.

"Etiologic agent" See § 173.386.

"F" means degree Fahrenheit.

"Ferry vessel" means a vessel which is limited in its use to the carriage of deck passengers or vehicles or both, operates on a short run on a frequent schedule between two points over the most direct water route, other than in ocean or coastwise service, and is offered as a public service of a type normally attributed to a bridge or tunnel.

"Flammable gas" See § 173.300(b).

"Flammable liquid" See § 173.115 (a)(1).

"Flammable solid" See § 173.150.

"Flash point" means the minimum temperature at which a substance gives off flammable vapors which in contact with spark or flame will ignite. For liquids, see § 173.115 and for solids, see § 173.150.

"Freight container" means a reusable container having a volume of 64 cubic feet or more, designed and constructed to permit being lifted with its contents intact and intended primarily for containment of packages (in unit form) during transportation.

"Fuel tank" means a tank other than a cargo tank, used to transport flammable or combustible liquid, or compressed gas for the purpose of supplying fuel for propulsion of the transport vehicle to which it is attached, or for the operation of other equipment on the transport vehicle.

"Full load" applies only to radioactive materials. See § 173.389 of this subchapter for its definition.

"Gross weight" means the weight of a packaging plus the weight of its contents.

"Hazardous material" means a substance or material which has been determined by the Secretary of Transportation to be capable of posing an unreasonable risk to health, safety, and property when transported in commerce, and which has been so designated.

"Hazardous substance", for the purposes of this subchapter, means a material, and its mixtures or solutions, that is identified by the letter "E" in Column 1 of the Table to § 172.101 when offered for transportation in one package, or in one transport vehicle if not packaged, and when the quantity of the material therein equals or exceeds the reportable quantity (RQ). This definition does not apply to petroleum products that are lubricants or fuels; or to a mixture or solution containing a material identified by the letter "E" in Column 1 of the Table to § 172.101 if it is in a concentration less than that shown in the following table based on the reportable quantity (RQ) specified for the materials in Column 2 of the Table to § 172.101:

RQ pounds	RQ kilograms	Concentration by weight	
		Percent	PPM
5000	2,270	10	100,000
1000	454	2	20,000
100	45.4	0.2	2,000
10	4.54	0.02	200
1	0.45	0.002	20

"Hazardous waste", for the purposes of this subchapter, means any material that is subject to the hazardous waste manifest requirements of the EPA specified in 40 CFR Part 262 or would be subject to these requirements absent an interim authorization to a state under 40 CFR Part 123, Subpart F.

"Hermetically sealed" means closed by fusion, gasketing, crimping, or equivalent means so that no gas or vapor can enter or escape.

"IATA" means International Air Transport Association.

"IMCO" means Inter-governmental Maritime Consultative Organization.

"Intermodal container" means a freight container designed and constructed to permit it to be used interchangeably in two or more modes of transport.

"Irritating material" See § 173.381.

"Limited quantity," when specified as such in a section applicable to a particular material with the exception of Poison B materials, means the maximum amount of a hazardous material for which there is a specific labeling and packaging exception.

"Magnetic materials" See § 173.1020.

"Magazine vessel" means a vessel used for the receiving, storing, or dispensing of explosives.

"Marking" means applying the descriptive name, instructions, cautions, weight, or specification marks or combination thereof required by this subchapter to be placed upon outside containers of hazardous materials.

"Mixture" means a material composed of more than one chemical compound or element.

"Mode" means any of the following transportation methods; rail, highway, air, or water.

"Motor vehicle" includes a vehicle, machine, tractor, trailer, or semitrailer, or any combination thereof, propelled or drawn by mechanical power and used upon the highways in the transportation of passengers or property. It does not include a vehicle, locomotive, or car operated exclusively on a rail or rails, or a trolley bus operated by electric power derived from a fixed overhead wire, furnishing local passenger transportation similar to street-railway service.

60-159 O—81——5

"MTB" means the Materials Transportation Bureau, U.S. Department of Transportation, Washington, D.C. 20590.

"Name of contents" means the proper shipping name as specified in § 172.101 or § 172.102 (when authorized).

"Navigable waters" means, for the purposes of this subchapter, waters of the United States, including the territorial seas.

"Net weight" means a measure of weight referring only to the contents of a package, and does not include the weight of any packaging material.

"N.O.S." means not otherwise specified.

"NRC (non-reusable container)" means a container whose reuse is restricted in accordance with the provisions of § 173.28.

"Occupied caboose" means a rail car being used to transport non-passenger personnel.

"Officer in Charge, Marine Inspection" means a person from the civilian or military branch of the Coast Guard designated as such by the Commandant and who under the supervision and direction of the Coast Guard District Commander is in charge of a designated inspection zone for the performance of duties with respect to the enforcement and administration of Title 52, Revised Statutes, acts amendatory thereof or supplemental thereto, rules and regulations thereunder, and the inspection required thereby.

"Operator" means a person who controls the use of an aircraft, vessel, or vehicle.

"Organic peroxide" See § 173.151.

"ORM" means Other Regulated Materials.

"Outside container" means the outermost enclosure used in transporting a hazardous material other than a freight container.

"Overpack" means an enclosure not intended for reuse that is used by a single consignor to consolidate two or more packages for convenience in handling.

"Oxidizer" or "Oxidizing material" See § 173.151.

"Package" or "Outside Package" means a packaging plus its contents.

"Packaging" means the assembly of one or more containers and any other components necessary to assure compliance with the minimum packaging requirements of this subchapter and includes containers (other than freight containers or overpacks), portable tanks, cargo tanks, tank cars, and multi-unit tank car tanks.

"Passenger" (With respect to vessels and for the purposes of Part 176 only) means a person being carried on a vessel other than—

(1) The owner or his representative;

(2) The operator;

(3) A bona fide member of the crew engaged in the business of the vessel who has contributed no consideration for his carriage and who is paid for his services; or

(4) A guest who has not contributed any consideration directly or indirectly for his carriage.

"Passenger-carrying aircraft" means an aircraft that carries any person other than a crewmember, company employee, an authorized representative of the United States, or a person accompanying the shipment.

"Passenger vessel" means—(1) A vessel subject to any of the requirements of the International Convention for the Safety of Life at Sea, 1960, which carries more than 12 passengers;

(2) A cargo vessel documented under the laws of the United States and not subject to the Convention, which carries more than 16 passengers;

(3) A cargo vessel of any foreign nation that extends reciprocal privileges and is not subject to the Convention and which carries more than 16 passengers; and

(4) A vessel engaged in a ferry operation and which carries passengers.

"Person" means an individual, firm, co-partnership, corporation, company, association, or joint-stock association, and includes any trustee, receiver, assignee, or personal representative thereof.

"Placarded car" means a rail car which is placarded in accordance with the requirements of Part 172 of this subchapter except those cars displaying only the FUMIGATION placards as required by § 172.510.

"Poison A" See § 173.326.

"Poison B" See § 173.343.

"Portable tank" means any packaging (except a cylinder having a 1000-pound or less water capacity) over 110 U.S. gallons capacity and designed primarily to be loaded into or on or temporarily attached to a transport vehicle or ship, and equipped with skids, mounting, or accessories to facilitate handling of the tank by mechanical means. It does not include any cargo tank, tank car tank, tank of the DOT-106A or 110A type, or trailers carrying 3AX, 3AAX, or 3T cylinders.

"Private track" or "Private siding" means track located outside of a carrier's right-of-way, yard, or terminals where the carrier does not own the rails, ties, roadbed, or right-of-way and includes track or portion of track which is devoted to the purpose of its user either by lease or written agreement, in which case the lease or written agreement is considered equivalent to ownership.

"Proper shipping name" means the name of the hazardous material shown in Roman print (not italics) in § 172.101 of this subchapter.

"P.s.i.a. or psia" means pounds per square inch absolute.

"P.s.i.g. or psig" means pounds per square inch gauge.

"Public vessel" means a vessel owned by and being used in the public service of the United States. It does not include a vessel owned by the United States and engaged in a trade or commercial service or a vessel under contract or charter to the United States.

"Pyrophoric liquid" See § 173.115.

"Pyrophoric solid" See § 173.150.

"Radioactive materials" See § 173.389.

"Railroad" means a person engaged in transportation by rail.

"Rail freight car" means a car designed to carry freight or non-passenger personnel by rail, and includes a box car, flat car, gondola car, hopper car, tank car, and occupied caboose.

"Reportable quantity (RQ)" for the purposes of this subchapter means the quantity specified in Column 2 of the Table to § 172.101, for any material identified by the letter "E" in Column 1.

"Research" means investigation of experimentation aimed at the discovery of new theories or laws and the discovery and interpretation of facts or revision of accepted theories or laws in the light of new facts.

"Separated by a complete hold or compartment from" See § 176.83.

"Separated from" See § 176.83.

"Separated longitudinally by a complete hold or compartment from" See § 176.83.

"Sheathing" means a covering consisting of a smooth layer of wood placed over metal and secured to prevent any movement.

"Shipping paper" means a shipping order, bill of lading, manifest or other shipping document serving a similar purpose and containing the information required by §§ 172.202, 172.203 and 172.204.

"STC (single-trip container)" means a container that may not be refilled and reshipped after having been previously emptied, except as provided in § 173.28.

"Solution" means any homogeneous liquid mixture of two or more chemical compounds or elements that will not undergo any segregation under conditions normal to transportation.

"Spontaneously combustible material (solid)" means a solid substance (including sludges and pastes) which may undergo spontaneous heating or self-ignition under conditions normally incident to transportation or which may upon contact with the atmosphere undergo an increase in temperature and ignite.

"Stowage" means the act of placing hazardous materials on board a vessel.

"Strong outside container" means the outermost enclosure which provides protection against the unintentional release of its contents under conditions normally incident to transportation.

"Technical name" means a recognized chemical name currently used in scientific and technical handbooks, journals, and texts. Generic descriptions authorized for use as technical names are, Organic phosphate compound, Organic phosphorus compound, Organic phosphate compound mixture, Organic phosphorus compound mixture, Methyl parathion, and Parathion.

"TOFC" means trailer-on-flat-car.

"Trailership" means a vessel other than a carfloat, specifically equipped to handle highway vehicles, and fitted with installed securing devices to tie down each vehicle.

"Train" means one or more engines coupled with one or more rail cars, except during switching operations or where the operation is that of classifying and assembling rail cars within a railroad yard for the purpose of making or breaking up trains.

"Trainship" means a vessel other than a rail car ferry or carfloat, specifically equipped to transport railroad vehicles, and fitted with installed securing devices to tie down each vehicle.

"Transport vehicle" means a motor vehicle or rail car used for the transportation of cargo by any mode. Each cargo-carrying body (trailer, railroad freight car, etc.) is a separate transport vehicle.

"UFC" means Uniform Freight Classification.

"United States" means the fifty States, the District of Columbia, the Commonwealth of Puerto Rico, the Virgin Islands, American Samoa, or Guam.

"Vessel" includes every description of watercraft, used or capable of being used as a means of transportation on the water.

"Viscous liquid" means a liquid material which has a measured viscosity in excess of 2500 centistokes at 25° C (77° F.) when determined in accordance with the procedures specified in ASTM Method D 445-72 "Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and the Calculation of Dynamic Viscosity)" or ASTM Method D 1200-70 "Viscosity of Paints, Varnishes, and Lacquers by Ford Viscosity Cup."

"Volatility" refers to the relative rate of evaporation of materials to assume the vapor state.

"Water reactive material (solid)" means any solid substance (including sludges and pastes) which, by interaction with water, is likely to become spontaneously flammable or to give off flammable or toxic gases in dangerous quantities.

"Water resistant" means having a degree of resistance to permeability by and damage caused by water in liquid form.

"W.T." means watertight.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53 and App. A to Part 1)

[Amdt. 171-32, 41 FR 15994, Apr. 15, 1976, as amended by Amdt. 171-34, 41 FR 38179, Sept. 9, 1976]

NOTE: For amendments to § 171.8 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 171.9 Rules of construction.

(a) In this subchapter, unless the context requires otherwise: (1) Words imparting the singular include the plural;

(2) Words imparting the plural include the singular; and

(3) Words imparting the masculine gender include the feminine;

(b) In this subchapter, the word: (1) "Shall" is used in an imperative sense;

(2) "Must" is used in an imperative sense;

(3) "Should" is used in a recommendatory sense;

(4) "May" is used in a permissive sense to state authority or permission to do the act described, and the words "no person may * * *" or "a person may not * * *" means that no person is required, authorized, or permitted to the act described; and

(5) "Includes" is used as a word of inclusion not limitation.

[Amdt. 171-32, 41 FR 15996, Apr. 15, 1976, as amended by Amdt. 171-32A, 41 FR 40630, Sept. 20, 1976]

§ 171.10 Flammable or combustible liquids in bulk on board vessels.

(a) Nothing in Parts 170-189 of this subchapter shall be construed as affecting the transportation of flammable or combustible liquids in bulk on board vessels which transportation is governed by the rules and regulations promulgated under R.S. 4417a; 46 U.S.C. 391a (46 CFR Part 146).

[29 FR 18653, Dec. 29, 1964. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 171-42, 43 FR 48843, Oct. 19, 1978]

§ 171.11 [Reserved]

§ 171.12 Import and export shipments.

(a) Except in the case of a shipment from Canada conforming to § 173.8,

§ 172.3 Applicability.

(a) This part applies to—(1) Each person who offers a hazardous material for transportation, and

(2) Each carrier by air, highway, rail, or water who transports a hazardous material.

(b) When a person, other than one of those provided for in paragraph (a) of this section, performs a packaging labeling or marking function required by this part, that person shall perform the function in accordance with this part.

[Amdt. 172-29, 41 FR 15996, Apr. 15, 1976, as amended by Amdt. 172-32, 41 FR 38179, Sept. 9, 1976]

Subpart B—Tables of Hazardous Materials, Their Description, Proper Shipping Name, Class, Label, Packaging, and Other Requirements

§ 172.101 Purpose and use of hazardous materials table.

(a) The Hazardous Materials Table (Table) in this section designates the materials listed therein as hazardous materials for the purpose of transportation of those materials in commerce. The Table identifies the class of each listed material, and specifies or references requirements in this subchapter pertaining to its packaging, labeling, and transportation.

(b) Column 1 contains the four symbols as appropriate: Plus (+) and the letters "A", "W", and "E".

(1) The plus (+) fixes the proper shipping name and the hazard class for that entry without regard to whether the material (including its mixtures and solutions) meets the definition of that class. An alternate proper shipping name and hazard class may be authorized by the Associate Director, Office of Hazardous Materials Regulation, MTB.

(2) A letter "A" restricts the application of this subchapter to materials being transported by aircraft, but a letter "A" has no significance or effect when—

(i) A letter "E" also appears with it and the material is a hazardous substance; or

(ii) The material is a hazardous waste.

(3) A letter "W" restricts the application of this subchapter to materials being transported by vessel, but a letter, "W" has no significance or effect when—

(i) A letter "E" also appears with it and the material is a hazardous substance; or

(ii) The material is a hazardous waste.

(4) A letter "E" identifies materials which are subject to the requirements of this subchapter, regardless of the mode of transportation or hazard class, if it is a hazardous substance (as defined in § 171.8 of this subchapter). A hazardous substance which does not meet the defining criteria for another hazard class remains subject to certain requirements of this subchapter as an ORM-E.

(c) Column 2 lists the proper shipping name of materials designated as hazardous materials. Modification of a proper shipping name may otherwise be required or authorized by this section (see Paragraphs (b)(4), (c)(10), (c)(11), (c)(12) and (c)(13) of this section). Proper shipping names are limited to those shown in Roman type (not italics).

(1) Shipping names may be used in the singular or plural and in either capital or lower case letters.

(2) The words in italics are not part of the proper shipping name but may be used in addition to the proper shipping name. The word "or" in italics indicates that any terms in the sequence may be used as the proper shipping name as appropriate.

(3) The abbreviation "n.o.i.", which means "not otherwise indexed", or "n.o.i.b.n.", which means "not otherwise indexed by name", may be used interchangeably with "n.o.s.".

(4) Except for hazardous wastes, when qualifying words are used as part of proper shipping name, their sequence on the package markings and shipping paper descriptions is optional. However, the entry in the Table reflects the preferred sequence.

(5) Except for organic peroxides, when one entry references another entry by use of the word "*see*", if both names are in Roman type, either name may be used as the proper shipping name (e.g., Carbolic acid. *See* Phenol).

For an organic peroxide, the technical name shall be used as the proper shipping name.

(6) The words "poison" or "poisonous" in this column refer to materials that would cause death by systemic poisoning rather than by corrosive destruction of tissue.

(7) When a shipping name includes a concentration range as part of the shipping description, the actual concentration being shipped, if it is within the range stated, may be used in place of the concentration range. For example, a hydrogen peroxide solution containing 30% peroxide may be shipped as either "Hydrogen peroxide solution (8% to 40% peroxide)" or "Hydrogen peroxide solution, 30% peroxide".

(8) The use of the prefix "mono" is optional in any shipping name when appropriate. Thus, Monoethanolamine may be used interghangeably with Ethanolamine. In "Difluoromonochloroethane" the term "mono" is considered to be a prefix to the term "chloroethane" and may be deleted.

(9) The numbers in italics following a proper shipping name of a material identified by the letter "E" in column 1 specify, in pounds and kilograms, the minimum quantity of the material that constitutes a reportable quantity. For example: Sodium arsenate (*RQ-1000/454*) means that the reportable quantity is 1,000 pounds or 454 kilograms.

(10) If not included in a proper shipping name in the Table, the proper shipping name for a hazardous material that is a hazardous waste must include the word "Waste" preceding the name of the material. For example: Waste acetone.

(11) A mixture or solution comprised of a hazardous material identified in the Table by technical name and a non-hazardous material may be described using the proper shipping name of the hazardous material, if—

(i) The mixture or solution is not specifically identified in the Table;

(ii) The hazard class of the mixture or solution is the same as that of the hazardous material, and

(iii) The qualifying word "mixture" or "solution", as appropriate, is added as part of the proper shipping name. For example, a solution of Acetone, mineral oil, and water, meeting the defintion of a flammable liquid, may be described under this optional provision as "Acetone solution, Flammable liquid, UN 1090."

(12) If the proper shipping name for a mixture or solution that is a hazardous substance does not include the name of the hazardous substance or substances, each hazardous substance must be identified in association with the basic description.

(13) Except for proper shipping names in the Table that are preceded by a plus (+)—

(i) If it is specifically determined that a material meets the definition of a hazard class other than the class shown in association with the proper shipping name, the material must be described by an appropriate shipping name listed in association with the correct class for the material or—

(ii) If an appropriate technical name is not shown in the Table, selection of a proper shipping name must be made from the general descriptions or n.o.s. entries corresponding to the specific hazard class of the material being shipped. The name that most appropriately describes the material must be used e.g., an alcohol not listed by name in the Table must be shipped as "Alcohol, n.o.s." rather than "Flammable liquid, n.o.s." Some mixtures may be more appropriately described according to their application, such as "Compound, cleaning, liquid" or "Compound rust removing," rather than by an n.o.s. entry, such as "Corrosive liquid, n.o.s."

(iii) If a material meets the definition of more than one hazard class, and is not specifically identified in the Table, the hazard class of the material must be determined by using the precedence specified in § 173.2 of this subchapter, and an appropriate shipping description must be selected as described in paragraph (c)(13)(ii) of this section.

(iv) If it is specifically determined that a material is not a forbidden material and does not meet the definition of any hazard class, the material is not a hazardous material.

(d) Column 3 contains a designation of the hazard class corresponding to

each proper shipping name, or the word "Forbidden".

(1) A material for which the entry in this column is "Forbidden" is prohibited from being offered or accepted for transportation. This prohibition does not apply if these materials are diluted, stabilized, or incorporated in devices and they are classed in accordance with the definitions of hazardous materials contained in Part 173 of this subchapter.

(2) When re-evaluation of test data or new data indicates a need to modify the "Forbidden" designation or the hazard class specified for a material specifically identified in the Table, this data should be submitted to the Associate Director, Office of Hazardous Materials Regulation, MTB.

(e) Column 3(a) lists the identification numbers assigned to hazardous materials. Those preceded by a "UN" are associated with descriptions considered appropriate for international shipments as well as domestic shipments. Those preceded by an "NA" are associated with descriptions that are not recognized for international shipments, except to and from Canada. If an identification number is in the "NA9000" series, it is either associated with the description of a material that is not appropriately covered by international hazardous materials (dangerous goods) shipping standards or not appropriately addressed by such standards for emergency response information purposes, except for transportation between the United States and Canada.

(f) Column 4 specifies the labels required to be applied to each package, subject to the additional labeling requirements in § 172.402.

(g) Column 5 references the applicable packaging section of Part 173 of this subchapter. Exceptions from some of the requirements of this subchapter are noted in column 5(a). Other exceptions relating to the specific mode of transportation are contained in Parts 174, 175, 176, and 177 of this subchapter. Reference to specific packaging requirements and certain additional exceptions are noted in column 5(b).

(h) Column 6 specifies the maximum net quantity in one package for transportation by aircraft or passenger rail-car. In this column, "Forbidden" means the material may not be offered or carried and is limited in its applicability only to the types of transportation covered by the column. In addition, an exception for certain flammable liquids is provided in § 173.118 of this subchapter.

(1) Column 6(a) specifies the maximum net quantity permitted in one package for transportation by passenger-carrying aircraft or passenger rail-car. For transportation by aircraft, any material forbidden on passenger-carrying aircraft but permitted on cargo aircraft, or which exceeds the maximum quantity authorized on passenger-carrying aircraft, must be shipped by cargo-only aircraft and bear the CARGO AIRCRAFT ONLY label as described in § 172.448.

(2) Column 6(b) specifies the maximum net quantity permitted in one package for transportation by cargo-only aircraft. When offered for transportation by aircraft, a package must bear the CARGO AIRCRAFT ONLY label when the quantity of hazardous material in one package exceeds that authorized on passenger-carrying aircraft, or is forbidden on passenger-carrying aircraft.

(i) Column 7 specifies each of the authorized locations on board cargo vessels and passenger vessels and certain additional requirements for shipments of each listed hazardous material. Section 176.63 of this subchapter sets forth the physical requirements for each of the authorized locations listed in Column 7. (For bulk shipments by vessel see 46 CFR Parts 30 to 40, 70, 98, 148, 151, 153, and 154.)

(1) "1" means the material may be stowed "on deck" subject to the requirements of § 176.63(b) of this subchapter. When both "on deck" and "under deck" are authorized, "under deck" should be used if is available.

(2) "2" means the material may be stowed "under deck" in a compartment or hold subject to the requirements of § 176.63(c). When both "on deck" and "under deck" are authorized, "under deck" should be used if it is available.

(3) "3" means the material may be stowed "under deck away from heat" in a ventilated compartment or hold

subject to the requirements of § 176.63(d) of this subchapter.

(4) "4" means the material is authorized to be transported in only the limited quantities specified in the CFR section listed in Column 5 and is subject to the stowage requirements specified for a cargo vessel for the same material.

(5) "5" means the material is forbidden and may not be offered or accepted for transportation.

(6) "6" means the material is authorized to be transported in a magazine subject to the requirements of §§ 176.135 through 176.144 of this subchapter.

(j) If the proper shipping name or hazard class of a material is changed by an amendment to the Table, such a change does not apply to the shipment of any package filled prior to the effective date of the amendment, unless specifically stated otherwise in the amendment.

(k) Except for hazardous substances and hazardous wastes, Amendment No. 172-58, to the extent that it requires a change in the shipping name or class of a material, applies after June 30, 1981.

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+ / E / A / W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Accumulator, pressurized (*pneumatic or hydraulic*), *containing nonflammable gas*	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306		No limit	No limit	1,2	1,2	
	Acetal	Flammable liquid	UN1088	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
E	Acetaldehyde (*ethyl aldehyde*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1089	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
EA	Acetaldehyde ammonia (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1841	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Acetic acid (*aqueous solution*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2790	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Stow separate from nitric acid or oxidizing materials
E	Acetic acid, glacial (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2789	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Stow separate from nitric acid or oxidizing materials. Segregation same as for flammable liquids
E	Acetic anhydride (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1715	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Acetone	Flammable liquid	UN1090	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
E	Acetone cyanohydrin (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1541	Poison	None	173.346	Forbidden	55 gallons	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from corrosive materials
	Acetone oil	Flammable liquid	UN1091	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Acetonitrile	Flammable liquid	NA1648	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1	4	Shade from radiant heat
	Acetyl acetone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2080								
	Acetyl acetone peroxide with more than 9% by weight active oxygen	Forbidden									
	Acetyl benzoyl peroxide, *not more than 40% in solution. See* Acetyl benzoyl peroxide solution, *not over 40% peroxide*		UN2081								
	Acetyl benzoyl peroxide, solid, or more than 40% in solution	Forbidden									
	Acetyl benzoyl peroxide solution, *not over 40% peroxide*	Organic peroxide	UN2081	Organic peroxide	None	173.222	Forbidden	1 quart	1,2	1	
E	Acetyl bromide (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1716	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Acetyl chloride (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1717	Flammable liquid	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Stow away from alcohols. Keep cool and dry. Separate longitudinally by an intervening complete compartment or hold from explosives

Acetyl cyclohexanesulfonyl peroxide, more than 82%, wetted with less than 12% water	Forbidden	UN2083											
Acetyl cyclohexanesulphonyl peroxide, *not more than 82%, wetted with not less than 12% water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2083											
Acetyl cyclohexanesulphonyl peroxide, *not more than 32% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN1001	Flammable gas	None	173.303	Forbidden	300 pounds	1	1	Shade from radiant heat			
Acetylene	Flammable gas												
Acetylene (liquid)	Forbidden												
Acetylene ether nitrate	Forbidden	UN2604	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons						
Acetylene tetrabromide	ORM-A	UN1598	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys *not* permitted on passenger vessels			
Acetyl iodide	Corrosive material												
Acetyl peroxide, *not more than 25% in solution. See* Acetyl peroxide solution, *not over 25% peroxide*	Forbidden	UN2084											
Acetyl peroxide, solid, or more than 25% in solution	Forbidden												
Acetyl peroxide solution, *not over 25% peroxide*	Organic peroxide	UN2084	Organic peroxide	173.153	173.222	Forbidden	1 quart	1,2	1				
Acid butyl phosphate	Corrosive material	UN1718	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck			
Acid carboy, empty. *See* Carboy, empty.													
Acid, liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	4	Keep cool			
Acid, sludge	Corrosive material	UN1906	Corrosive	None	173.248	Forbidden	1 quart	1,2	1				
Acrolein, inhibited (*IQ-1/0.454*)	Flammable liquid	UN1092	Flammable liquid and Poison	None	173.122	Forbidden	1 quart	1,2	5	Keep cool. Stow away from living quarters			
Acrylic acid	Corrosive material	UN2218	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1				
Acrylonitrile (*RQ-100/45.4*)	Flammable liquid	UN1093	Flammable liquid and Poison	None	173.119	Forbidden	1 quart	1,2	5	Keep cool			
Actuating cartridge, explosive/*fire extinguisher, or valve*)	Class C explosive		Explosive C	173.114		50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	Keep cool and dry			
Adhesive, n.o.s. *See* Cement, liquid, n.o.s.													
Adipic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9077	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2				
Aerosol product. See Compressed gas, n.o.s.													
Air, compressed	Nonflammable gas	UN1002	Nonflammable gas	None	173.302	150 pounds	900 pounds	1,2	1,2				
Air conditioning machine. *See* Refrigerating machine													
Aircraft rocket engine (*Commercial*)	Flammable solid	NA9191	Flammable solid	None	173.238	Forbidden	550 pounds	1,3	6				
Aircraft rocket engine igniter (*Commercial*)	Flammable solid	UN9192	Flammable solid	None	173.238	Forbidden	25 pounds	1,3	5				
Airplane flare. See Fireworks, special													
Alcoholic beverage	Flammable liquid	UN1170	Flammable liquid	173.118	173.125	See 173.118(3)	10 gallons	1,3	1				
Alcoholic beverage	Combustible liquid	UN1170	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,3	1,3				
Alcohol, n.o.s.	Flammable liquid	UN1987	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,3	1				

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/ E/ A/ W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Alcohol, n.o.s.	Combustible liquid	UN1987	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Aldrin (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.376	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Aldrin, cast solid (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Aldrin mixture, dry (*with more than 65% aldrin*) (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.376	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Aldrin mixture, dry, with 65% or less aldrin (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Aldrin mixture, liquid (*with more than 60% aldrin*) (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2762	Poison	173.345	173.361	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	If flash point less than 141 deg F, segregation same as for flammable liquids
EA	Aldrin mixture, liquid, with 60% or less aldrin (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2762	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Alkaline *(corrosive)* liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1719	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Alkaline battery fluid	Corrosive material	UN2797	Corrosive	173.244	173.249 173.257	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Alkaline battery fluid with empty storage battery	Corrosive material	NA2797	Corrosive	None	173.258	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
	Alkanesulfonic acid	Corrosive material	UN2584	Corrosive	173.244	173.245	5 pints	1 gallon	1,2	1	
	Alkyl aluminum halides. See Pyrophoric liquid, n.o.s.										
A	Allethrin	ORM-A	NA2802	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
E	Allyl alcohol (*RQ-100/45.4*)	Flammable liquid	UN1098	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Allyl bromide	Flammable liquid	UN1099	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
E	Allyl chloride (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1100	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Allyl chlorocarbonate	Flammable liquid	UN1722	Flammable liquid	None	173.288	Forbidden	5 pints	1	5	Keep dry. Separate longitudinally by an intervening complete hold or compartment from explosives. Segregation same as for corrosive materials
	Allyl chloroformate. *See* Allyl chlorocarbonate										
	Allyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1724	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Aluminum alkyl. *See* Pyrophoric liquid, n.o.s.										

	Aluminum bromide, anhydrous	Corrosive material Forbidden Flammable solid	UN1725	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Aluminum dross, wet or hot. See 173.173 Aluminum hydride	UN2463	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.236	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	
	Aluminum, liquid. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish, *etc.*										
	Aluminum, metallic, powder	Flammable solid	UN1396	Flammable solid	173.232	173.232	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Segregation same as for flammable solids labeled dangerous when wet
	Aluminum nitrate	Oxidizer	UN1438	Oxidizer	173.152	173.152	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Aluminum phosphate solution	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Aluminum phosphide	Flammable solid	UN1397	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.154	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids and oxidizing materials
E	Aluminum sulfate, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9078	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	Aluminum sulfate solution (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA1760	None	173.506	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Amidol. See High explosive										
	2-(2-Aminoethoxy) ethanol	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	N-Aminoethylpiperazine	Corrosive material	UN2815	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Aminopropyldiethanolamine	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	N-Aminopropylmorpholine	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	bis (Aminopropyl) piperazine	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Ammonia, anhydrous (*RQ-100/45.4*)	Nonflammable gas	UN1005	Nonflammable gas	173.303	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	Stow in well ventilated space
E	Ammonia solution (*containing more than 44% ammonia*) (*RQ-1000/454*)	Nonflammable gas	UN2073	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	Stow in well ventilated space
E	*Ammonia solution (containing 44% or less ammonia in water). See* Ammonium hydroxide										
E	Ammonium acetate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9078	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ammonium arsenate, solid	Poison B	UN1546	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	*Ammonium azide*	Forbidden									
E	Ammonium benzoate (*RQ-5000/2270*)	OHM-E	NA9080	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium bicarbonate (*RQ-5000/2270*)	OHM-E	NA9081	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium bifluoride, solid or solution. *See* Ammonium hydrogen fluoride, solid *or* solution										
EA	Ammonium bisulfite, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Ammonium bisulfite solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2693	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Ammonium bromate	Forbidden									
EA	Ammonium carbamate (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA9083	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	Keep away from heat.
EA	Ammonium carbonate (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA9084	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	Keep away from heat, acids, alum and salts of iron or zinc.
	Ammonium chlorate	Forbidden									
E	Ammonium chloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9085	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9088	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

60-159 O—81——6

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7) Water shipments		(8)
					Packaging		Maximum net quantity in one package				
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	Other requirements
E	Ammonium citrate, dibasic (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9067	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ammonium dichromate (*ammonium bichromate*) (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN1439	Oxidizer	173.153	173.154 173.235	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Ammonium fluoborate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA9098	None	None	173.510	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	
EA	Ammonium fluoride (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	UN2505	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	
	Ammonium fulminate	Forbidden									
E	Ammonium hydrogen fluoride, solid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1727	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
E	Ammonium hydrogen fluoride solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN9817	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Keep dry
A	Ammonium hydrogen sulfate	ORM-B	UN2506	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds			
A	Ammonium hydrosulfide solution	ORM-A	NA2683	None	173.505	173.815	10 gallons	55 gallons			
E	Ammonium hydroxide (*containing not less than 12% but not more than 44% ammonia*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA2672	Corrosive	173.244	173.245	2 gallons	2 gallons	1	4	
RAW	Ammonium hydroxide (*containing less than 12% ammonia*)(*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA2672	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons	1	1	
	Ammonium nitrate-carbonate mixture	Oxidizer	UN9068	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate fertilizer, *containing no more than 0.2% carbon*	Oxidizer	UN9067	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate - fuel oil mixture. See High explosive										
	Ammonium nitrate-fuel oil mixture(*containing only prilled ammonium nitrate and fuel oil*)	Blasting agent		Blasting agent	None	173.114a	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate - fuel oil mixture (*Containing only prilled ammonium nitrate and fuel oil*). *See* Blasting agent, n.o.s.	Poison B	UN1942	Poison	None	173.354	Forbidden	25 gallons	1	5	If flashpoint is less than 141 DEG F, segregation same as for flammable liquids
	Ammonium nitrate mixed fertilizer	Oxidizer	UN9069	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate (no organic coating)	Oxidizer	UN1942	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	
	Ammonium nitrate (organic coating)	Oxidizer	NA1942	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate-phosphate	Oxidizer	UN9070	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrate, solution (*containing not less than 15% water*). *See 173.154(a)(17) and 173.154(a)(18)*	Oxidizer	UN2426	Oxidizer	173.153	173.185	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium nitrite	Forbidden									
E	Ammonium oxalate (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA2449	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Ammonium perchlorate	Oxidizer	UN1442	Oxidizer	173.153	173.238a	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from powdered metals
	Ammonium perchlorate. *See* High explosive										

	Ammonium permanganate	Oxidizer	NA9180	Oxidizer	None	173.154	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide. This material may be forbidden in water transportation by certain countries
	Ammonium picrate, dry. See High explosive										
	Ammonium picrate, wet (*with 10% or more water*)	Flammable solid	UN1310	Flammable solid	173.192		1 pound	1 pound	4	5	Stow away from heavy metals and their compounds
	Ammonium picrate, wet, with 10% or more water, over 16 ounces in one outside packaging. See High explosive										
A	Ammonium polysulfide solution	ORM-A	UN2818	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons	1.2	1.2	
EA	Ammonium silicofluoride (*RQ-1000/454*)	ORM-B	UN2854	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	
E	Ammonium sulfamate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA9049	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
W	Ammonium sulfate nitrate	ORM-C	NA1477	None	173.505	173.810			1.2	1.2	Must not be accepted for transportation while hot. Separate by an intervening hold or compartment from Class A explosives. Separate from other explosives, corrosive materials, flammable solids, liquids, or gases, oxidizing materials, organic peroxides, or organic materials
E	Ammonium sulfide solution (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN2683	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	
E	Ammonium sulfite (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9080	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
E	Ammonium tartrate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9081	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
E	Ammonium thiocyanate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9082	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
E	Ammonium thiosulfate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9083	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Ammunition, chemical (containing a Poison A liquid or gas). See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A material*)										
	Ammunition, chemical (containing a Poison B material). See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison B material*)										
	Ammunition, chemical (containing an irritating liquid or solid). See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing an irritating material*)										
	Ammunition, chemical, explosive, with Poison A material	Class A explosive		Explosive A and Poison gas	None	173.59	Forbidden	Forbidden	6	5	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Ammunition, chemical, explosive, with Poison B material	Class A explosive		Explosive A and Poison gas	None	173.59	Forbidden	Forbidden	6	5	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Ammunition, chemical, explosive, with irritant	Class A explosive		Explosive A and Irritant	None	173.59	Forbidden	Forbidden	6	5	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Ammunition for cannon with empty projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1.2	5	
	Ammunition for cannon with explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with gas projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with illuminating projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with incendiary projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with inert loaded projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1.2	5	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Ammunition for cannon without projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2		5
	Ammunition for cannon with smoke projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with solid projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2	5	
	Ammunition for cannon with tear gas projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.54	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for cannon with tear gas projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.89	Forbidden	Forbidden	1,2	5	
	Ammunition for small-arms with explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.58	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition for small-arms with incendiary projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.58	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Ammunition, non-explosive. See 173.55										
	Ammunition, rocket. See Rocket ammunition with ...										
	Ammunition, small-arms. *See* Small-arms ammunition										
E	Amyl acetate (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1104	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Amyl acid phosphate	Corrosive material	UN2819	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Amylamine	Flammable liquid	UN1106	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Amyl chloride	Flammable liquid	UN1107	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Amylene, *normal*	Flammable liquid	UN1108	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	1,3	
	Amyl formate	Flammable liquid	UN1109	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Amyl mercaptan	Flammable liquid	UN1111	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Amyl nitrite	Flammable liquid	UN1113	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10gallons	1,3	4	
	tert-Amyl peroxy-2-ethylhexanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2898								
	tert-Amyl peroxyneodecanoate, *not more than 75% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2891								

	Amyl trichlorosilane	Corrosive material		UN1728	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	5	Keep dry
E	Anhydrous ammonia. *See* Ammonia, anhydrous												
	Anhydrous hydrazine. *See* Hydrazine, anhydrous												
E	Anhydrous hydrofluoric acid. *See* Hydrogen fluoride												
	Aniline oil drum, empty *See 173.347(d)*	Poison B								1.2	1		Do not accept unless returnable package sealed is on drum and the instructions thereon have been carried out
+E	Aniline oil, liquid *(RQ-1000/454)*	Poison B		UN1547	Poison	None	173.247	Forbidden	55 gallons	1.2	1.2		Store away from oxidizing materials and acids
	Anisoyl chloride	Corrosive material		UN1729	Corrosive	None	173.244	1 quart	1 quart	1	1		Keep dry
	Antifreeze compound, liquid	Flammable liquid		NA1142	Flammable liquid		173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Antifreeze compound, liquid	Combustible liquid		NA1142	None		173.118a	None	No limit	No limit	1.2		
	Antifreeze preparation, liquid	Flammable liquid		NA1142	Flammable liquid		173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Antifreeze preparation, liquid	Combustible liquid		NA1142	None		173.118a	None	No limit	No limit	1.2		
E	Antimonous chloride. *See* Antimony trichloride												
A	Antimony lactate, solid	ORM-A		UN1550	None		173.505	No limit	No limit	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Antimony pentachloride *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		UN1730	Corrosive		None	1 quart	1 quart	1	1		
B	Antimony pentachloride solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		UN1731	Corrosive		173.244	1 quart	5 pints	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Antimony pentafluoride	Corrosive material		UN1732	Corrosive		None	173.246	Forbidden	25 pounds	1	5	Keep dry
EA	Antimony potassium tartrate, solid *(RQ-7000/454)*	ORM-A		UN1551	None		173.505	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
A	*Antimony sulfide and a chlorate, mixtures of*	Forbidden											
B	Antimony sulfide, solid	ORM-A		NA1325	None		173.505	173.510	No limit	No limit	1.2		
	Antimony tribromide, solid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		NA1549	Corrosive		173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry.
E	Antimony tribromide solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		NA1549	Corrosive		173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry.
E	Antimony trichloride, solid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		UN1733	Corrosive		173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry
E	Antimony trichloride solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		UN1733	Corrosive		173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry
E	Antimony trifluoride, solid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		NA1549	Corrosive		173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry.
E	Antimony trifluoride solution *(RQ-1000/454)*	Corrosive material		NA1549	Corrosive		173.244	173.245	1 quart	5 pints	1	1	Keep dry.
E	Antimony trioxide *(RQ-5000/2270)*	ORM-E		NA9201	None		None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	
E	Aqua ammonia solution *(containing 44% or less ammonia)*. *See* Ammonium hydroxide												
	Argon	Nonflammable gas		UN1006	Nonflammable gas		173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1.2	1.3	
	Argon, liquid pressurized	Nonflammable gas		UN1951	Nonflammable gas		None	173.304	Forbidden	300 pounds	1.3	1.3	
	Arsenic acid, solid	Poison B		UN1554	Poison		173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Arsenic acid solution	Poison B		UN1553	Poison		173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2	
	Arsenical compound, liquid, n.o.s., *or* Arsenical mixture, liquid, n.o.s.	Poison B		UN1556	Poison		173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/B/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Arsenical compound, solid, n.o.s., *or* Arsenical mixture, solid, n.o.s.	Poison B	UN1557	Poison	173.384	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Arsenical dip, liquid *(sheep dip)*	Poison B	NA1557	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Arsenical dust	Poison B	UN1562	Poison	173.384	173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenical pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Flammable liquid	UN2760	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Arsenical pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2759	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Arsenical pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2759	Poison	173.384	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenic bromide, solid	Poison B	UN1555	Poison	173.384	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Arsenic chloride liquid. *See* Arsenic trichloride										
E	Arsenic disulfide. *See* Arsenic sulfide, solid										
	Arsenic iodide, solid	Poison B	NA1557	Poison	173.384	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Arsenic pentoxide, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1559	Poison	173.384	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenic, solid	Poison B	UN1558	Poison	173.384	173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Arsenic sulfide and a chlorate, mixtures of	Forbidden									
E	Arsenic sulfide, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	NA1557	Poison	173.384	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Keep dry
E	Arsenic trichloride, liquid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1560	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
E	Arsenic trioxide, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1561	Poison	173.384	173.366 173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Arsenic trisulfide (*RQ-5000/2270*)	Poison B	NA1557	Poison	173.384	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	2	
E	Arsenic, white, solid. *See* Arsenic trioxide, solid										
E	Arsenious acid, solid. *See* Arsenic trioxide, solid										
	Arsenious and mercuric iodide solution	Poison B	NA2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Segregation same as for flammable gases
	Arsine	Poison A	UN2188	Poison gas and Flammable gas	None	173.338	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Asbestos	ORM-C		None	173.1090	173.1090	No limit	No limit	1,2	1,2	Stow and handle to avoid airborne particles.
	Ascaridole (organic peroxide)	Forbidden									
W	Asphalt, *at or above its flashpoint*	ORM-C	NA1999	None	None	None	Forbidden	Forbidden	1	5	When applicable, no fire or residue thereof may be present in the furnace heating the substance while the vehicle is on board a cargo vehicle
	Asphalt, cut back	Flammable liquid	NA1999	Flammable liquid	173.118	173.131	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Asphalt, cut back	Combustible liquid	NA1999	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	

Automobile, motorcycle, tractor, or other self-propelled vehicle. See Motor vehicle	Forbidden													
Automobile, motorcycle, tractor, or other self-propelled vehicle, engine, or other mechanical apparatus, with charged electric storage battery, wet. See Motor vehicle	Forbidden													
Azacitidine (AZC)	Forbidden													
3-Azido-1,2-Propylene glycol dinitrate	Forbidden													
3-Azido-1-hydroxy triazole	Forbidden													
Azidodithiocarbonic acid	Forbidden													
Azidoethyl nitrate	Forbidden													
Azido guanidine picrate (dry)	Forbidden													
Azido hydroxy triazole (mercury and silver salts)	Forbidden													
E Aziaphos methyl (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2		4				
E Aziaphos methyl mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	1 pint	1 quart	1.2		5				
1-Aziridinyl phosphine oxide (tris). *See* Tris-(1-aziridinyl) phosphine oxide														
Azoteraxole (dry)	Forbidden													
Bags, burlap, used, must be classed for the hazardous material previously contained in bag. See 173.28, 173.29														
Bags, sodium nitrate, empty and unwashed	Flammable solid	UN1359	Flammable solid	None	173.165	Forbidden	25 pounds	1.2		1.2			Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
Barium azide, wet, 50% *or more water*	Flammable solid	UN1571	Flammable solid	None	173.239	Forbidden	1 pound	1.2		1.2			Stow away from heavy metals	
Barium chlorate	Oxidizer	UN1445	Oxidizer	173.153	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2			Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals	
Barium chlorate, wet	Oxidizer	NA1445	Oxidizer	173.153	173.153	25 pounds	200 pounds	1.2		1.2			Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals	
E Barium cyanide, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1565	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1.2		1.3			Stow away from acids	
Barium nitrate	Oxidizer	UN1446	Oxidizer	173.153	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2				
A Barium oxide	ORM-B	UN1884	None	173.505	173.505	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2			Stow away from powdered metals	
Barium perchlorate	Oxidizer	UN1447	Oxidizer	173.153	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2			Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide	
Barium permanganate	Oxidizer	UN1448	Oxidizer	173.153	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2			Keep dry	
Barium peroxide	Oxidizer	UN1449	Oxidizer	173.153	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2				
Barrel, empty. *See* Drum, empty														
Battery charger with electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid	Corrosive material	NA2794	Corrosive	None	173.259	Forbidden	5 pints	1.2		1.2				
Battery, dry. Not subject to Parts 170-189 of this subchapter														
Battery, electric storage, wet	Corrosive material	NA2794	Corrosive	173.260	173.260	Forbidden	No limit	1.2		1.2			Keep dry	
Battery, electric storage, wet, with automobile, auto parts, engine *(or other specifically named mechanical apparatus)*	Corrosive material	NA2794	Corrosive	173.260	173.260	No limit	No limit	1.2		1.2				
Battery, electric storage, wet, with containers of electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid	Corrosive material	NA2794	Corrosive	None	173.258	Forbidden	2 gallons	1.2		1.2				
Battery fluid. See Electrolyte (acid) *or* Alkaline battery fluid														
Battery, lithium. See 173.206(f)														
W Battery parts *(plates, grids, etc. unwashed, exhausted)*	ORM-C		None	173.505	173.915			1.2		4				
Benzaldehyde	Combustible liquid	NA1990	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2		1.2				

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
B	Benzene (*benzol*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1114	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Benzene diazonium chloride (dry)	Forbidden									
	Benzene diazonium nitrate (dry)	Forbidden									
	Benzene phosphorus dichloride	Corrosive material	UN2798	Corrosive	None	173.250a	Forbidden	5 pints	1	5	
	Benzene phosphorus thiodichloride	Corrosive material	UN2799	Corrosive	None	173.250a	Forbidden	5 pints	1	5	
	Benzene triozonide	Forbidden									
	Benzidine	Poison B	UN1885	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1	
	Benzine	Flammable liquid	UN1115	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Benzoic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9094	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Benzoic derivative pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2770	Flammable liquid	173.118	173.118	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Benzoic derivative pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2769	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Benzoic derivative pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2769	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Benzonitrile (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN2224	None	173.118b	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Benzoxidiazoles (dry)	Forbidden									
	Benzoyl azide	Forbidden									
E	Benzoyl chloride(*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1736	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Benzoyl peroxide	Organic peroxide	NA2085	Organic peroxide	None	173.157 173.158	Forbidden	25 pounds	1,2	1	
	Benzoyl peroxide, *more than 77% but less than 95% with water. See* Benzoyl peroxide.		UN2088								
	Benzoyl peroxide, *not less than 30% but not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2089								
	Benzoyl peroxide, *not more than 72% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2087								
	Benzoyl peroxide, *not more than 77% with water. See* Benzoyl peroxide.		UN2000								
	Benzoyl peroxide, *technically pure or* Benzoyl peroxide, *more than 52% with inert solid. See* Benzoyl peroxide.		UN2085								
	Benzyl bromide (*bromotoluene, alpha*)	Corrosive material	UN1737	Corrosive	None	173.281	Forbidden	5 pints	1	5	Keep dry

E	Benzyl chloride (RQ-100/45.4)	Corrosive material	UN1738	Corrosive	172.244	173.295	Forbidden	1 quart	1	4	Keep dry	
	Benzyl chloroformate (benzyl chlorocarbonate)	Corrosive material	UN1739	Corrosive	None	173.286	Forbidden	5 pints	1	6	Keep dry	
E	Beryllium chloride (RQ-5000/2270)	Poison B	NA1566	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2		
	Beryllium compound, n.o.s.	Poison B	UN1566	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2		
E	Beryllium fluoride (RQ-5000/2270)	Poison B	NA1566	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2		
E	Beryllium nitrate (RQ-5000/2270)	Oxidizer	UN2464	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
	Biphenyl isocyanide	Forbidden										
	Bipyridilium pesticide, liquid, n.o.s. (compounds and preparations).	Flammable liquid	UN2782	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4		
	Bipyridilium pesticide, liquid, n.o.s. (compounds and preparations).	Poison B	UN2781	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2		
	Bipyridilium pesticide, solid, n.o.s. (compounds and preparations).	Poison B	UN2781	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2		
	Black powder	Class A explosive		Explosive A	None	173.80	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Black powder igniter with empty cartridge bag	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3		
	Blasting agent, n.o.s.	Blasting agent		Blasting agent	None	173.114a	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2		
	Blasting caps. See Detonators, Class A *or* Class C explosives											
	Blasting caps, electric. See Detonators, Class A *or* Class C explosives											
	Blasting caps, percussion activated. See Detonators, Class A *or* Class C explosives											
	Blasting caps with detonating cord. See Detonators, Class A *or* Class C explosives and Detonating primers, Class A or Class C explosives.											
	Blasting caps with metal clad mild detonating fuse. See Detonators, Class A *or* Class C explosives											
	Blasting caps with safety fuse. See Detonators, Class A *or* Class C explosives											
	Blasting caps with shock tube. See Detonators, Class A *or* Class C explosives											
	Blasting gelatin. See High explosive											
	Blasting powder. See Black powder											
W	Bleaching powder, *containing 39% or less available chlorine*	ORM-C	UN2208	None	173.505	173.920			1,2	1,2	Keep dry. Store separate from flammable liquids and acids. (Store away from oils, grease, and similar organic materials.	
	Boiler compound, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	10 gallons	1,2	1,2		
	Bomb, explosive. See Explosive bomb											
	Bomb, explosive with gas, smoke, or incendiary material. See Explosive bomb											
	Bomb, fireworks. See Fireworks, special											
	Bomb, gas, smoke, or incendiary, nonexplosive. See Chemical ammunition, nonexplosive											
	Bomb, incendiary, or smoke without bursting charge. See Fireworks, special											
	Bomb, practice, with electric primer or electric squib (non-explosive). See 173.55											
	Bomb, sand-loaded or empty (non-explosive). See 173.55											
A	Bone oil	ORM-A		None	173.505	173.510	No limit	No limit				

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Booster, explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.69	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Bordeaux arsenite, liquid	Poison B	NA2759	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Bordeaux arsenite, solid	Poison B	NA2759	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Boron tribromide	Corrosive material	UN2692	Corrosive	None	173.251	Forbidden	1 quart	1	5	
	Boron trichloride	Corrosive material	UN1741	Corrosive	None	173.251	Fobidden	1 quart	1,2	5	Stow in well ventilated space. Shade from radiant heat. Segregation same as for nonflammable gases.
+	Boron trifluoride	Nonflammable gas	UN1008	Nonflammable gas and Poison	None	173.302	Forbidden	Forbidden	1	5	Stow away from living quarters and foodstuffs
	Boron trifluoride-acetic acid complex	Corrosive material	UN1742	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Bottles, having previously contained a hazardous material and not cleaned. See 173.29										
W	Box toe board (*nitrocellulose base*)	ORM-C		None	173.505	173.925			1,3	1,3	Provide cool stowage in a compartment having a temperature not exceeding 130 deg F., well away from any sources of heat, and in position to protect or move, even to jettison in event of fire. Separate from explosives, flammable liquids or gases, oxidizing materials, organic peroxides, or corrosive liquids.
	Box toe gum	Combustible liquid	UN2060	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Box toe gum	Flammable liquid	UN2059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Bromine	Corrosive material	UN1744	Corrosive	None	173.252	Forbidden	1 quart	1	5	Keep cool
	Bromine azide	Forbidden									
	Bromine pentafluoride	Oxidizer	UN1745	Oxidizer	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1	5	Shade from radiant heat. Segregation same as for corrosives
	Bromine trifluoride	Oxidizer	UN1746	Oxidizer and Poison	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1	5	Shade from radiant heat. Segregation same as for corrosives
	4-Bromo-1,2-dinitrobenzene (unstable at 59 deg C.)	Forbidden									
	1-Bromo-2-nitrobenzene (unstable at 59 deg C.)	Forbidden									
	Bromoacetic acid, solid	Corrosive material	UN1938	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry

	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Corrosive material	ID No.	Corrosive	172.244	172.245	1 quart	1 quart	1.2	1.3	Glass carboys in hampers not permitted under deck Segregation same as for flammable liquids
	Bromoacetone, liquid	Poison A	UN1569	Poison gas	None	173.929	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Bromobenzene	Combustible liquid	UN2514	None	172.101a	None	No limit	No limit	1.2	1.3	
A	Bromochloromethane	ORM-A	UN1887	None	173.505	173.905	10 gallons	55 gallons			
	Bromoxylene, alpha. See Benzyl bromide	Forbidden									
	Brucine, solid (*dimethoxy strychnine*)	Poison B	UN1570	Poison	173.364	173.865	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
W	Burlap bags, cleaned (*vacuum cleaned, wheel cleaned, or otherwise mechanically brushed*). *See* Burlap cloth										
W	Burlap bags, new. *See* Burlap cloth										
AW	Burlap bags, used and unwashed, *or* not cleaned	ORM-C		None	173.505	173.930	No limit	No limit	1	1	Keep cool
W	Burlap cloth (*hessian*)	ORM-C		None	173.505	173.931			1.2	1.2	Keep dry. Stow away from organic liquids
	Burnt cotton, not repicked	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.150	Forbidden	Forbidden	1	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidising materials or organic peroxides.
	Burnt fiber	Flammable solid	NA1372	Flammable solid	None	173.169	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	
	Burster, explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.89	Forbidden	Forbidden	6	5	
+	Butadiene, inhibited	Flammable gas	UN1010	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	1	Stow away from living quarters
	Butane *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
	1,2,4-Butanetriol trinitrate	Forbidden									
	tert-Butoxycarbonyl azide	Forbidden									
	n-Butyl-4,4-di-(tert-butylperoxy)valerate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2140								
	n-Butyl-4,4-di-(tert-butylperoxy)valerate, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2141								
E	Butyl acetate (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1123	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	n-Butyl acid phosphate. *See* Acid butyl phosphate										
	Butyl alcohol	Flammable liquid	NA1120	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1.2	1	
E	Butylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1125	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Butyl bromide, *normal*	Flammable liquid	UN1126	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Butyl chloride	Flammable liquid	UN1127	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	tert-Butyl cumyl peroxide, *technically pure or* tert-Butyl cumene peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2801								
	Butyl ether	Flammable liquid	UN1149	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	
	Butyl formate	Flammable liquid	UN1128	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7) Water shipments		
					Packaging		Maximum net quantity in one package				
+/ K/ A/ W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	tert-Butyl hydroperoxide, *more than 72% but not more than 90% with water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2084								
	tert-Butyl hydroperoxide, *not more than 72% with water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3103								
	tert-Butyl hydroperoxide, *not more than 80% in di-tert-butyl peroxide and solvent. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3062								
	tert-Butyl hydroperoxide, *not more than 80% in di-tert-butyl peroxide or solvent. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2092								
	tert-Butyl hydroperoxide, more than 90% with water	Forbidden									
	n-Butyl isocyanate	Flammable liquid	UN2485	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	tert-Butyl isopropyl benzene hydroperoxide	Organic peroxide	NA2091	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Butyl mercaptan	Flammable liquid	UN2347	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2143								
	tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *not more than 30% with 2,2-Di-(tert-butylperoxy)butane, not more than 33%, with not less than 33% phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN3086								
	tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *not more than 12% with 2,2-Di-(tert-butylperoxy)butane, not more than 14% with not less than 14% phlegmatizer and 60% inert inorganic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN3097								

tert-Butyl peroxy-2-ethylhexanoate, *not more than 50% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2888	
tert-Butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoate *or* tert-Butyl peroxyisononanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2104	
3-tert-Butyl peroxy-3-phenylphthalide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.	UN2698	
tert-Butyl peroxyacetate, *not more than 76% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN3095	
tert-Butyl peroxyacetate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2096	
tert-Butyl peroxyacetate, more than 76% in solution	Forbidden	
tert-Butyl peroxybenzoate, *not more than 75% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2098	
tert-Butyl peroxybenzoate, *not more than 50% with inert inorganic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.	UN2890	
tert-Butyl peroxybenzoate, *technically pure or* tert-Butyl peroxybenzoate, *more than 75% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2097	
tert-Butyl peroxycrotonate, *not more than 76% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2183	
n-Butyl peroxydicarbonate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2169	
n-Butyl peroxydicarbonate, *not more than 27% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2170	
n-Butyl peroxydicarbonate, more than 52% in solution	Forbidden	
tert-Butyl peroxydiethylacetate, *33% with inert* tert-Butyl peroxybenzoate, *33%, and solvent. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2651	
tert-Butyl peroxydiethylacetate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2144	
tert-Butyl peroxyisobutyrate, *more than 52% but not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2142	
tert-Butyl peroxyisobutyrate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	UN2562	
tert-Butyl peroxyisobutyrate, more than 77% in solution	Forbidden	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	tert-Butyl peroxyisopropyl carbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2103								
	tert-Butyl peroxymaleate, *not more than 55% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2100								
	tert-Butyl peroxymaleate, *not more than 55% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2101								
	tert-Butyl peroxymaleate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2099								
	tert-Butyl peroxyneodecanoate, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2177								
	tert-Butyl peroxyneodecanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2594								
	tert-Butyl peroxyphthalate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2105								
	tert-Butyl peroxypivalate, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2110								
	Butyl phosphoric acid. *See* Acid butyl phosphate										
E	n-Butyl phthalate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9095	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Butyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1747	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Butyraldehyde	Flammable liquid	UN1129	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Butyric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2820	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Cabazide	Forbidden									
E	Cadmium acetate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2570	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cadmium bromide (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2570	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cadmium chloride (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2570	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Calcium arsenate, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1573	Poison	173.364	173.367 173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
E	Calcium arsenite, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA1574	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Calcium bisulfite solution. *See* Calcium hydrogen sulfite solution										

E	Calcium carbide (*RQ-5000/2270*)	Flammable solid	UN1402	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.178	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from copper, its alloys, and salts
	Calcium chlorate	Oxidizer	UN1452	Oxidizer	173.153	173.168	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals and cyanide
	Calcium chlorite	Oxidizer	UN1453	Oxidizer	None	173.160	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds, powdered materials, and cyanides
E	Calcium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9096	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
AW	Calcium cyanamide, not hydrated (*containing more than 0.1% calcium carbide*)	ORM-C	UN1403	None	None	173.945	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Calcium cyanide, solid *or* Calcium cyanide mixture, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1575	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from corrosive liquids. Keep dry
E	Calcium dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9097	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Calcium hydrogen sulfite solution	Corrosive material	NA2693	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
E	Calcium hypochlorite, hydrated (*minimum 5.5% but not more than 10% water, and containing more than 39% available chlorine*) (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN2880	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Calcium hypochlorite mixture, *dry, (Containing more than 39% available chlorine)* (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1748	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep cool and dry
	Calcium, metal	Flammable solid	UN1401	Flammable solid and Dangerous when wet	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Keep cool and dry. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Calcium, metal, crystalline	Flammable solid	NA1401	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.231	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Keep cool and dry. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Calcium nitrate (*See 173.182(a) Note*)	Oxidizer	UN1454	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
AW	Calcium oxide	ORM-B	UN1910	None	173.505	173.850	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from explosives, acids, combustible materials, and ammonium salts
	Calcium permanganate	Oxidizer	UN1456	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Calcium peroxide	Oxidizer	UN1457	Oxidizer	173.153	173.156	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Calcium phosphide	Flammable solid	UN1360	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.161	Forbidden	25 pounds	1	5	Keep cool and dry. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Calcium resinate	Flammable solid	UN1313	Flammable solid	None	173.166	Forbidden	125 pounds	1	5	
	Calcium resinate, fused	Flammable solid	UN1314	Flammable solid	None	173.166	Forbidden	125 pounds	1	5	
AW	Camphene	ORM-A	NA9011	None	173.505	173.610	No limit	No limit	1,3	1,3	
	Camphor oil	Combustible liquid	UN1130	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs and living quarters
	Cannon primer	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	5	
	Caprylyl peroxide solution	Organic peroxide	NA2129	Organic peroxide	173.153	173.221	1 quart	1 quart	1,2	4	Keep cool. Stow separate from combustible materials, explosives, or acids
	Caps, blasting. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Caps, toy. See Toy caps										
E	Captan (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	NA9099	None	None	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Flammable liquid	UN2758	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2757	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Carbamate pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*),	Poison B	UN2757	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Carbaryl (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2757	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Carbofuran (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2757	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Carbofuran mixture, liquid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2757	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
+E	Carbolic acid. *See* Phenol										
E	Carbolic acid, liquid (*liquid tar acid containing over 50% phenol*). *See* Phenol, liquid										
E	Carbon bisulfide, *or* Carbon disulfide (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1131	Flammable liquid	None	173.121	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool. Not permitted on any vessel transporting explosives
	Carbon dioxide, liquefied	Nonflammable gas	UN2187	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Carbon dioxide-nitrous oxide mixture	Nonflammable gas	UN1015	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Carbon dioxide-oxygen mixture	Nonflammable gas	UN1014	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
AW	Carbon dioxide, solid, *or* Dry ice, *or* Carbonice	ORM-A	UN1845	None	None	173.615	440 pounds	440 pounds	1	1	Stow away from open ventilators. Stow away from cyanides or cyanide mixtures, liquid or dry
+	Carbon monoxide	Flammable gas	UN1016	Flammable gas	173.306	173.302	Forbidden	150 pounds	1	4	
	Carbon remover, liquid	Flammable liquid	UN1132	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
EAW	Carbon tetrachloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	UN1846	None	173.505	173.620	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from living quarters
	Carbonyl chloride. See Phosgene										
	Carboys, empty, must be classed for the hazardous material previously contained in carboy. See 173.29										
	Cartridge bags, empty, with black powder igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Cartridge cases, empty, primed	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Cartridge, practice ammunition	Class C explosive		Explosive C	None	173.101a	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Case oil. See Gasoline *or* Naptha										
	Casinghead gasoline. See Gasoline										

W	Castor Beans	ORM-C		None	173.505	173.932			1.2	1.2	Stow away from living quarters and foodstuffs. Bulk shipments permitted on tight vans or containers only on cargo vessels (Castor beans only)
W	Castor pomace. *See* Castor beans										
W	Caustic, potash, dry, solid, flake, bead, *or* granular. *See* Potassium hydroxide, dry, etc.										
W	Caustic potash, liquid *or* solution. *See* Potassium hydroxide solution										
W	Caustic soda, dry, solid, flake, bead, *or* granular. *See* Sodium hydroxide, dry, etc.										
W	Caustic soda, liquid *or* solution. *See* Sodium hydroxide solution										
W	*Cellosolve*. *See* Ethylene glycol monoethyl ether										
W	*Cellosolve acetate*. *See* Ethylene glycol monoethyl ether acetate										
	Cement, adhesive, n.o.s. *See* Cement, liquid, n.o.s.	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1.3	1	
	Cement, container, linoleum, tile, *or* wallboard, liquid	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Cement, leather	Combustible liquid	NA1133	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Cement, liquid, n.o.s.	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Cement, pyroxylin	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1.2	1	
	Cement, roofing, liquid	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Cement, rubber	Flammable liquid	NA1133	Flammable liquid	173.118	173.132	1 quart	15 gallons	1.2	1	
	Cesium metal	Flammable solid	UN1407	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Charcoal, activated	Flammable solid	UN1362	Flammable solid	173.102	173.102	25 pounds	200 pounds	1.3	1.3	
	Charcoal briquettes *or* briquets	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.102	173.102	50 pounds	50 pounds	1.2	1.2	
	Charcoal screenings, made from 'pinon' wood	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.102	173.102	25 pounds	300 pounds	1.2	1.	
	Charcoal screenings, wet	Forbidden									
	Charcoal, shell	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.102	173.102	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Charcoal, wet	Forbidden									
	Charcoal, wood, ground, crushed, granulated, *or* pulverized	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.102	173.102	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Charcoal, wood, lump	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.102	173.102	50 pounds	50 pounds	1.2	1.2	
	Charcoal wood screenings, other than 'pinon' wood screenings	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	None	173.102	Forbidden	Forbidden	1	1	
	Charged oil well jet perforating gun (*total explosive contents in guns 20 pounds or more per motor vehicle*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.53 173.80	Forbidden	Forbidden			Forbidden

60-159 O—81——7

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Charged oil well jet perforating gun (*total explosive contents in guns not exceeding 20 pounds per motor vehicle or special offshore down hole tool pallet*)	Class C explosive		Explosive C	None	173.53 173.110	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Forbidden
	Chemical ammunition, explosive. See Ammunition, chemical, explosive, with ...										
	Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison B material*)	Poison B	UN2016	Poison	173.345	173.350	Forbidden	55 gallons			See correct shipping name of applicable Poison B material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Chemical ammunition, nonexplosive (*containing an irritating material*)	Irritating material	UN2017	Irritant	None	173.383	Forbidden	20 pounds			See correct shipping name of applicable Irritant material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A material*)	Poison A	UN2016	Poison gas	None	173.380	Forbidden	Forbidden			See correct shipping name of applicable Poison A material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Chemical kit	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.286		1 quart	1 quart	1,3	1,3	
	Chlorate and borate mixture (*containing more than 28% chlorate*)	Oxidizer	UN1458	Oxidizer	173.153	173.220	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds and away from powdered metals
	Chlorate and magnesium chloride mixture (*containing more than 28% chlorate*)	Oxidizer	UN1459	Oxidizer	173.153	173.220	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds, and away from powdered metals
	Chlorate explosive, dry. See High explosive										
	Chlorate, n.o.s.	Oxidizer	UN1461	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds and away from powdered metals
	Chlorate, n.o.s., wet	Oxidizer	NA1461	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	200 pounds	1,2	4	Stow away from ammonium compounds and away from powdered metals
	Chlorate of potash. *See* Potassium chlorate										
	Chlorate of soda. *See* Sodium chlorate										
	Chlorate powder. *See* High explosive										
E	Chlordane, liquid (*RQ-1/0.454*)	Flammable liquid	NA2762	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Chlordane, liquid (*RQ-1/0.454*)	Combustible liquid	NA2762	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Chloric acid	Oxidizer	NA2626	Oxidizer and Poison	None	173.237	Forbidden	Forbidden			Forbidden
	Chloride of phosphorus. *See* Phosphorus trichloride										
	Chloride of sulfur. *See* Sulfur chloride										
W	Chlorinated lime (*chloride of lime.*) *See* Bleaching powder										

+ E	Chlorine (RQ-10/4.54)	Nonflammable gas	UN1017	Nonflammable gas and Poison	None	173.304 173.314 173.315	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Stow in a well-ventilated space. Stow away from organic materials
	Chlorine azide	Forbidden Oxidizer									Forbidden
	Chlorine dioxide hydrate, frozen	Forbidden Oxidizer	NA1191	Oxidizer and Poison	None	173.237	Forbidden	Forbidden			
	Chlorine dioxide (not hydrate)	Forbidden Oxidizer	UN1749	Oxidizer and Poison	None	173.248	Forbidden	100 pounds	1,2	5	Stow in well ventilated area away from organic material
	Chlorine trifluoride	Corrosive material	UN1750	Corrosive	173.244	173.284	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Clear carboys in hampers not permitted under deck
	Chloroacetic acid, liquid or solution	Corrosive material	UN1751	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Chloroacetic acid, solid	Corrosive material	UN1monthly	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	5	
	Chloroacetophenone, gas, liquid, or solid (CN)	Irritating material	UN1752	Corrosive	None	173.253	Forbidden	1 quart	1	5	Keep dry
	Chloroacetyl chloride	Corrosive material	UN1134	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Chlorobenzene (RQ-100/45.4)	Flammable liquid									
E	Chlorobenzol. *See* Chlorobenzene		UN2113	Organic peroxide	None	173.157 173.158	Forbidden	25 pounds	1	1	
	p-Chlorobenzoyl peroxide	Organic peroxide	UN2118								
	p-Chlorobenzoyl peroxide, *not more than 73% with water. See* p-Chlorobenzoyl peroxide.		UN2114								
	p-Chlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.										
	p-Chlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.		UN2115								
	Chlorodinitrobenzene. See Dinitrochlorobenzene										
RAW	Chloroform (RQ-5000/2270)	ORM-A	UN1888	None	173.505	173.630	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from living quarters and foodstuffs
+	4-Chloro-o-toluidine hydrochloride	Poison B	UN1579	Poison	None	173.362	Forbidden	1 quart	1,2	1,2	
	3-Chloroperoxybenzoic acid, *not more than 86% with 3-chlorobenzoic acid See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2755								
	Chlorophenyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1753	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
+	Chloropicrin, absorbed	Poison B	NA1583	Poison	None	173.357	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool
+	Chloropicrin and methyl chloride mixture	Poison A	UN1582	Poison gas and Flammable gas	None	173.329	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool. Segregation same as for flammable gases.
+	Chloropicrin and nonflammable, nonliquefied compressed gas mixture	Poison A	NA1955	Poison gas and Flammable gas	None	173.329	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool
+	Chloropicrin, liquid	Poison B	UN1580	Poison	None	173.357	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool
+	Chloropicrin mixture (*containing no compressed gas or Poison A liquid*)	Poison B	UN1583	Poison	None	173.357	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep cool
A	Chlorophatinic acid, solid	ORM-B	UN2507	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,2	1	
	Chloroprene, inhibited	Flammable liquid	UN1991	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons			
	Chloroprene, uninhibited	Forbidden Flammable liquid	UN2456	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	5	
	2-Chloropropene										

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Chlorosulfonic acid (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1754	Corrosive	173.244	173.254	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Chlorosulfonic acid-sulfur trioxide mixture (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1754	Corrosive	173.144	173.254	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
EA	Chlorpyrifos (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	
E	Chromic acetate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9101	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Chromic acid mixture, dry (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	NA1463	Oxidizer	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs
E	Chromic acid, solid (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	NA1463	Oxidizer	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs. Stow separate from flammable liquids and solids
E	Chromic acid solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1755	Corrosive	173.244	173.267	1 quart	1 gallon	1	1	
E	Chromic anhydride. *See* Chromic acid, solid										
	Chromic fluoride, solid	Corrosive material	UN1756	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Chromic fluoride solution	Corrosive material	UN1757	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
E	Chromic sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9100	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Chromic trioxide. *See* Chromic acid, solid										
	Chromium oxychloride *or* Chromyl chloride	Corrosive material	UN1758	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Chromous chloride (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9102	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cigar and cigarette lighter fluid. See Lighter fluid										
	Cigarette lighter (*or other similar ignition device*)	Flammable gas	UN1057	Flammable gas	173.21 175.10	173.308	21 ounces	25 pounds	1	1	
	Cigarette lighter (*or other similar ignition device*)	Flammable liquid	UN1226	Flammable liquid	173.21 175.10	173.118	Forbidden	Forbidden	1	1	
	Cigarette load	Class C explosive		Explosive C	None	173.114	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Cloud gas cylinder. See Chemical ammunition, nonexplosive										
	Coal briquettes, hot	Forbidden									
	Coal facings. *See* Coal ground bituminous, *etc.*										
	Coal gas. See Hydrocarbon gas, nonliquefied										
	Coal, ground bituminous, sea coal, coal facings, *etc.*	Flammable solid	NA1361	Flammable solid	173.165		Forbidden	Forbidden	1	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Coal oil (*export shipment only*). *See* Kerosene										

Coal tar distillate	Combustible liquid	UN1187	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Coal tar distillate	Flammable liquid	UN1136	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Coal tar dye, liquid (*not otherwise specifically named in 172.101*)	Corrosive material	NA2801	Corrosive	173.244	173.248a	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
Coal tar light oil	Combustible liquid	NA1187	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Coal tar light oil	Flammable liquid	NA1136	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Coal tar naptha	Combustible liquid	NA2553	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Coal tar naptha	Flammable liquid	NA2553	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Coal tar oil	Combustible liquid	NA1157	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Coal tar oil	Flammable liquid	NA1136	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
Coating solution	Flammable liquid	UN1139	Flammable liquid	173.118	173.133	1 quart	15 gallons	1.2	1		
Cobaltous bromide (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9108	None	173.118	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Cobaltous formate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9104	None	173.118	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
Cobaltous sulfamate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9105	None	173.118	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
Cobalt resinate, precipitated	Flammable solid	UN1318	Flammable solid	173.118	173.188	Forbidden	125 pounds	1.2	1.2		
Cocculus, solid (*fishberry*)	Poison B	UN1584	Poison	173.344	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		
Coconut meal pellets *containing at least 6% and not more than 13% moisture and not more than 10% residual fat content*	ORM-C		None	173.505	173.505			1.2	4	Keep dry	
Coir. *See* Fibers											
Coke, hot											
Collodion	Forbidden	NA9050	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Cologne spirits (*alcohol*)	Flammable liquid	NA1170	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Columbian spirits (*wood alcohol*)	Flammable liquid	NA1230	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Combination fuze	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Combination primer	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1.3	5		
Combustible liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Commercial shaped charge. See High explosive											
Common fireworks. *See* Fireworks, common											
Compound, cleaning, liquid	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Compound, cleaning, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1.2	1.2		
Compound, cleaning, liquid	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Compound, cleaning, liquid (*containing phosphoric acid, acetic acid, sodium hydroxide or potassium hydroxide*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.248a	1 quart	1 quart	1.2	1.2		
Compound, cleaning, liquid (containing hydrochloric (muriatic) acid)	Corrosive material	NA1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1		

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/ B/ A/ W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required * (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Compound, cleaning, liquid (containing hydrofluoric acid)	Corrosive material	NA1790	Corrosive	172.244	173.256	1 quart	1 gallon	1	4	
	Compound, enamel	Flammable liquid	NA1263	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a				1,2	1,2	
	Compound, lacquer, paint, *or* varnish removing, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Compound, polishing, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.129	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Compound, rust preventing *or* Compound, rust removing	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.144	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Compound, tree *or* weed killing, liquid	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Compound, tree *or* weed killing, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Compound, tree *or* weed killing, liquid	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Compound, tree *or* weed killing, liquid	Poison B	NA2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Compound, tree *or* weed killing, solid	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.154 173.229	25 pounds	100 pounds			
	Compound, vulcanizing, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Compound, vulcanizing, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	172.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Compound, water treatment, liquid. *See* Water treatment, liquid										
	Compressed gas, n.o.s.	Flammable gas	UN1954	Flammable gas	173.306	173.302 173.304 173.305	Forbidden	300 pounds	1	4	
	Compressed gas, n.o.s.	Nonflammable gas	UN1956	Nonflammable gas	173.306 173.307	173.302 173.304 173.305	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Consumer commodity	ORM-D		None	173.500(b)	173.510 173.1200	65 pounds gross	65 pounds gross			Not subject to requirements of Part 176
	Container, reused or empty, must be classed for the hazardous material previously contained. See 173.28, 173.29										
E	Copper acetoarsenite, solid (*RQ-100/45.4*) *Copper acetylide*	Poison B Forbidden	UN1585	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	

Copper amine azide	Forbidden	UN1585	Poison	173.384	173.3845	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2			
Copper arsenite, solid	Poison B	UN2776	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
Copper based pesticide, liquid, n.o.s. *(compounds and preparations)*,	Flammable liquid	UN2775	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2			
Copper based pesticide, liquid, n.o.s. *(compounds and preparations)*,	Poison B	UN2775	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2			
Copper based pesticide, solid, n.o.s. *(compounds and preparations)*,	Poison B	UN2802	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2			
BA Copper chloride *(RQ-10/4.54)*	ORM-B	UN1587	Poison	173.370	173.370	25 pounds	300 pounds	1,2	1,2			
Copper cyanide	Poison B											
Copper tetramine nitrate	Forbidden	UN1363	None	173.505	173.960			1,2	1,2			
W Copra	ORM-C											
Copra pellets. See Coconut meal pellets												
Cordeau detonant fuse	Class C explosive		Explosive C	None	173.104	50 pounds	300 pounds	1,2	1,2			
Corrosive liquid, n.o.s.	Corrosive material	UN1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4			For material that meets only the corrosion to skin criteria of 49 CFR 173.240(a)(1), 'under deck' stowage is also authorized if the description includes the additional entry specified by 172.203(k)(2).
Corrosive liquid, poisonous, n.o.s.	Corrosive material	UN2922	Corrosive and Poison	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1	4			
Corrosive solid, n.o.s.	Corrosive material	UN1759	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1	4			For material that meets only the corrosion to skin criteria of 49 CFR 173.240(a)(1), 'under deck' stowage is also authorized if the description includes the additional entry specified by 172.203(k)(2).
Cosmetics, liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2			
Cosmetics, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2			
Cosmetics, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
Cosmetics, n.o.s.	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2			
Cosmetics, n.o.s.	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2			
Cosmetics, solid, n.o.s.	Corrosive material	NA1759	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2			
W Cotton	ORM-C		None	173.505	173.505			1,2	1,2			Keep dry
W Cotton batting	ORM-C		None	173.505	173.970			1,2	1,2			Segregation same as for flammable solids. See 176.800 to 176.804 Keep dry. Stow away from vegetable or animal oils. See 176.800 to 176.804
W Cotton batting dross. *See* Cotton batting												
Cotton, burnt. See Burnt cotton												
W Cotton seed hull fiber *or* shavings, pulp, *or* cut linters. See Cotton batting												
Cotton sweepings. *See* Cotton waste												
W Cotton wadding. *See* Cotton batting												
W Cotton waste	ORM-C		None	173.505	173.975			1,2	1,2			Keep dry. Stow away from vegetable or animal oils. See 176.800 to 176.804
Cotton waste, oily *(with more than 5% of animal or vegetable oil)*	Flammable solid	UN1364	Flammable solid			Forbidden	Forbidden	1,2	1,2			Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
BA Coumaphos *(RQ-10/4.54)*	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2			
B Coumaphos mixture, liquid *(RQ-10/4.54)*	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	1 pint	1 quart	1,2	1,2			
Creosote, coal tar	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2			

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Creosote oil. See Creosote coal tar										
E	Cresol (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2076	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Crotonaldehyde (*RQ-100/45.4*)	Flammable liquid	UN1143	Flammable liquid and Poison	173.118	173.119	1 quart	1 gallon	1,2	1	
	Crotonic acid	Corrosive material	UN2823	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Crotonylene	Flammable liquid	UN1144	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Crude nitrogen fertilizer solution (*more than 25.3 p.s.i.g.*)	Nonflammable gas	NA1043	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1,3	1,3	
	Crude oil, petroleum	Combustible liquid	UN1267	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Crude oil, petroleum	Flammable liquid	UN1267	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Cumene hydroperoxide	Organic peroxide	UN2116	Organic peroxide	173.158	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Cumene hydroperoxide, *technically pure. See* Cumene hydroperoxide.		UN2116								
E	Cupric acetate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9106	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cupric cyanide. See Copper cyanide										
E	Cupric nitrate (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.158	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Cupric oxalate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2449	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cupric sulfate (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	NA9109	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cupric sulfate, ammoniated (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9110	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Cupric tartrate (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9111	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Cuprietylene-diamine solution	Corrosive material	UN1761	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Cyanide *or* cyanide mixture, dry	Poison B	UN1588	Poison	173.384	173.370	26 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from acids
	Cyanide solution, n.o.s.	Poison B	UN1935	Poison	173.345	173.352	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
	Cyanogen bromide	Poison B	UN1889	Poison	None	173.379	Forbidden	25 pounds	1	5	Shade from radiant heat. Segregation same as for corrosive materials
E	Cyanogen chloride *containing less than 0.9% water (RQ-10/4.54)*	Poison A	UN1589	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Cyanogen gas	Poison A	UN1026	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gas
	Cyanuric triazide	Forbidden									

E	Cyclohexane (RQ-1000/454)	Flammable liquid	UN1145	Flammable liquid	173.119	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4				
	Cyclohexanone peroxide, *50 to 85% peroxide*	Organic peroxide	UN2119	Organic peroxide	173.157	173.158	Forbidden	25 pounds	1	1				
	Cyclohexanone peroxide, *as a paste with not more than 9% by weight active oxygen. See* Cyclohexanone peroxide, *50 to 85% peroxide.*		UN2896											
	Cyclohexanone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Cyclohexanone peroxide, *50 to 85% peroxide*		UN2118											
	Cyclohexanone peroxide, *not over 50% peroxide*	Organic peroxide	UN2896	Organic peroxide	173.153	173.154	2 pounds	25 pounds	1.2	1.2				
	Cyclohexanone peroxide and di-(1-hydroxy cyclohexyl) peroxide mixture. *See appropriate cyclohexanone peroxide entry*													
	Cyclohexenyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1762	Corrosive	None	173.290	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry			
	Cyclohexylamine	Flammable liquid	UN2357	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1				
	Cyclohexyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1763	Corrosive	None	173.290	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry			
	Cyclopentane	Flammable liquid	UN1146	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4				
	Cyclopentane, methyl	Flammable liquid	UN2298	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4				
	Cyclopropane	Flammable gas	UN1027	Flammable gas	173.300	173.304	Forbidden	300 pounds	1.2	1				
	Cyclotetramethylene tetronitramine (dry) (HMX)													
	Cyclotetramethylene tetronitramine, wet with not less than 10% water. See High explosive.													
	Cyclotrimethylene trinitramine, desensitized. See High explosive													
	Cyclotrimethylene trinitramine, wet with not less than 10% water. See High explosive													
	Cylinder, empty, including ton tanks, must be classed for the hazardous material previously contained in cylinder. See 173.29													
BA	2,4-D. *See* 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid													
BA	DDT or Dichlorodiphenyltrichloroethane (RQ-1/0.454)	ORM-A	NA2761	None	173.500	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2				
	Dead oil. See Creosote, coal tar													
	Decaborane	Flammable solid	UN1868	Flammable solid and Poison	None	173.236	Forbidden	25 pounds	1.2	1.2				
	Decahydronaphthalene	Combustible liquid	UN1147	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2				
	Decalin. See Decahydronaphthalene													
	Decanoyl peroxide, *technically pure.* See Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2120											
	Delay connectors. See Detonators, Class A *or* Class C explosives *and* Detonating primers, Class A *or* Class C explosives	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3				
	Delay electric igniter													

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Denatured alcohol	Flammable liquid	NA1986	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Depth bomb. See Explosive bomb										
EA	2,4-D ester. *See* 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid ester										
	Detonating fuze, Class A, *with or without radioactive components*	Class A explosive		Explosive A	None	173.89	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Detonating fuze, Class C explosive	Class C explosive		Explosive C	None	173.113	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Detonating primers, Class A explosives. *See 173.53*	Class A explosive		Explosive A	None	173.88	Forbidden	Forbidden	6	5	Do not stow detonating primers, Class A explosives with any high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonating primers, Class C explosives. *See 173.100*	Class C explosive		Explosive C	None	173.88	173.103(d)	150 pounds	1,2	1,2	The maximum net quantity in one package for this material shipped aboard passenger vessel is limited to 50 pounds. Must not be stowed in portable magazine or metal locker. Do not stow detonating primers, Class C explosives with high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonators, Class A explosives. *See 173.53*	Class A explosive		Explosive A	None	173.66	Forbidden	Forbidden	6	--	Do not stow detonators, Class A with any high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonators, Class C explosives. *See 173.100*	Class C explosive		Explosive C	None	173.66	173.103(d)	150 pounds	1,2	1,2	The maximum net quantity in one package for this material shipped aboard passenger vessel is limited to 50 pounds. Must be stowed in portable magazine or metal locker. Do not stow detonators, Class C explosives with high explosives. Do not handle at the same time high explosives are being loaded.
	Detonators, commercial. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Di-(1-hydroxycyclohexyl) peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2148								
	Di-(1-hydroxytetrazole) (dry)	Forbidden									
	Di-(1-naphthoyl)peroxide	Forbidden									
	Di-(2-ethylhexyl) peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2122								

Di-(2-ethylhexyl) peroxydicarbonate, *not more than 67% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Corrosive material	UN2123	NA1902	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2
Di-(2-ethylhexyl) phosphoric acid			UN3265							
Di-(3-methylbenzoyl)peroxide, *not more than 85% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN2112							
1,1-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene, *technically pure or more than 40% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN2112							
1,3-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene and 1,4-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene mixture, *technically pure or more than 40% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN2112							
1,4-Di-(2-tert-butylperoxyisopropyl) benzene, *technically pure or more than 40% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN2112							
Di-(3,5,5-trimethyl-1,2-dioxolanyl-3)peroxide, *not more than 50% as a paste, with phlegmatizer. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN2597							
2,2-Di-(4,4-di-tert-butylperoxycyclohexyl)propane, *not more than 42% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN3108							
2,2-Di-(4,4-di-tert-butylperoxycyclohexyl) propane, *more than 42% with inert solid*	Forbidden									
Di-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.			UN3154							
Di-(4-tert-butylcyclohexyl)peroxydicarbonate, *not more than 42% stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.			UN3094							
Diacetone alcohol	Flammable liquid	UN1148	Flammable liquid		173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
Diacetone alcohol peroxide, *not more than 57% in solution with not more than 9% hydrogen peroxide, not less than 26% diacetone alcohol and not less than 9% water, total active oxygen content not more than 9%. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Forbidden	UN2163								
Diacetone alcohol peroxides, *more than 57% in solution with more than 9% hydrogen peroxide, less than 26% diacetone alcohol and less than 9% water; total active oxygen content more than 9% by weight*										
Diacetyl	Flammable liquid	UN2346	Flammable liquid		173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
p-Diazidobenzene	Forbidden									

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	1,2-Diazidoethane	Forbidden									
EA	Diazinon (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	1,1'-Diazoaminonaphthalene	Forbidden									
	Diazoaminotetrazole (dry)	Forbidden									
	Diazodinitrophenol. *See* Initiating explosive										
	Diazodinitrophenol (dry)	Forbidden									
	Diazodiphenylmethane	Forbidden									
	Diazonium nitrates (dry)	Forbidden									
	Diazonium perchlorates (dry)	Forbidden									
	1,3-Diazopropane	Forbidden									
	Dibenzyl peroxydicarbonate, *not more than 87% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2149								
	Dibenzyl peroxydicarbonate, more than 87% with water	Forbidden									
	Di-(beta-nitroxyethyl)ammonium nitrate	Forbidden									
+	Diborane *or* diborane mixtures	Flammable gas	UN1911	Flammable gas and Poison	None	173.302	Forbidden	Forbidden	1	5	Separate from Chlorine and materials bearing the oxidizer label.
	Dibromoacetylene	Forbidden									
A	Dibromodifluoromethane	ORM-A	UN1941	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons			
EW	1,2-Dibromoethane. *See* Ethylene dibromide										
E	Dicamba (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA2769	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Dicetyl peroxydicarbonate, *not more than 42%, stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2895								
	Dicetyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2164								
E	Dichlobenil (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA2769	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Dichlone (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	N,N'-Dichlorazodicarbonamidine (salts of), (dry)	Forbidden									
E	*1,1-Dichloro-2,2-bis(parachlorophenyl) ethane. See* TDE										
	Dichloroacetic acid	Corrosive material	UN1764	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Dichloroacetyl chloride	Corrosive material	UN1765	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	4	Keep dry
	Dichloroacetylene	Forbidden									

EA	Dichlorobenzene, ortho, liquid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	UN1591	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
EA	Dichlorobenzene, para, solid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	UN1592	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *not more than 75% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2137									
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2138									
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2139									
	2,4-Dichlorobenzoyl peroxide, *more than 75% with water*	Forbidden										
	Dichlorobutene	Flammable liquid	NA2924	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1	
	Dichlorobutene	Corrosive material	NA2924	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1		4	
A	Dichlorodifluoroethylene	ORM-A	NA9018	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons				
	Dichlorodifluoromethane	Nonflammable gas	UN1028	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorodifluoromethane and difluoroethane mixture (*constant boiling mixture*)	Nonflammable gas	UN2602	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorodifluoromethane-dichlorotetrafluoroethane mixture	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorodifluoromethane-monochlorodifluoromethane mixture	Nonflammable gas	NA1958	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorodifluoromethane-trichloromonofluoromethane mixture	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorodifluoromethane-trichlorotrifluoroethane mixture	Nonflammable gas	NA1958	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorodifluoromethane-monochlorodifluoromethane mixture	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2	1.2	
EA	Dichlorodiphenyltrichloroethane. *See* DDT											
	Dichloroethylene	Flammable liquid	UN1150	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1	
	Dichloroisopropyl ether	Corrosive material	UN2490	Corrosive	173.244	173.254	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1.2	
A	Dichloromethane *or* Methylene chloride	ORM-A	UN1593	None	173.505	173.505	10 gallons	55 gallons				
	Dichloropentane	Flammable liquid	UN1152	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1.2	
EA	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2765	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1.2	1.2	1.2	
E	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid ester (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2765	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	1.2	
	Dichlorophenyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1766	Corrosive	None	173.240	Forbidden	10 gallons	1	1		Keep dry
E	Dichloropropane. *See* Propylene dichloride											
E	Dichloropropene (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN2047	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Dichloropropene and propylene dichloride mixture	Flammable liquid	NA2047	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	2,2-Dichloropropionic acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Dichlorvos (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	Forbidden	1 quart	1,2	1,2	
E	Dichlorvos mixture dry (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.304	173.345	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Dicumyl peroxide *50% solution*	Organic peroxide	NA2121	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Dicumyl peroxide, *technically pure or* Dicumyl peroxide, *with inert solid. See* Dicumyl peroxide, dry.		UN2121								
	Dicumyl peroxide, dry	Organic peroxide	UN2121	Organic peroxide	173.153	173.154	2 pounds	25 pounds	1,2	1,2	
	Dicyclohexyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2152								
	Dicyclohexyl peroxydicarbonate, *not more than 91% with water. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2153								
EA	Dieldrin (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Diesel fuel. *See* Fuel oil										
	Diethanol nitrosamine dinitrate (dry)	Forbidden									
E	Diethylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1154	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	5 pints	1,2	4	
	Diethyl cellosolve. *See* Ethylene glycol diethyl ether										
	Diethyl dichlorosilane	Flammable liquid	UN1767	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry. Segregation same as for corrosives
	Diethylene glycol dinitrate. See 173.51	Forbidden									
	Diethylgold bromide	Forbidden									
	Diethyl ketone	Flammable liquid	UN1156	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Diethyl peroxydicarbonate, *not more than 27% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2175								
	Diethyl peroxydicarbonate, more than 27% in solution	Forbidden									
	Diethylzinc. See Pyrophic liquid, n.o.s.										
	1,1-Difluoro-1-chloroethane. *See* Difluoromonochloroethane										

+	Difluoroethane	Flammable gas	UN1030	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	
+	Difluoromonochloroethane	Flammable gas	UN2517	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	
	Difluorophosphoric acid, anhydrous	Corrosive material	UN1768	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	
	2,2-Dihydroperoxy propane, *not more than 27% with inert organic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2178								
	Dihydropyran	Flammable liquid	UN2376	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4	
	1,8-Dihydroxy-2,4,5,7-tetranitroanthraquinone (chrysamminic acid)	Forbidden									
	Diisobutylene	Forbidden									
	Diisobutyryl ketone	Combustible liquid	UN1157	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Diisobutyryl peroxide, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2182								
	Diisooctyl acid phosphate	Corrosive material	UN1902	Corrosive	173.144	173.296	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Diisopropylamine	Flammable liquid	UN1158	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Diisopropylbenzene hydroperoxide solution, *not over 72% peroxide*	Organic peroxide	UN2171	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Diisopropylbenzene hydroperoxide, *not more than 72% in solution. See* Diisopropylbenzene hydroperoxide solution, *not more than 72% peroxide.*		UN2171								
	Diisopropylbenzene hydroperoxide, more than 72% in solution	Forbidden									
	Diisopropyl ether	Flammable liquid	UN1159	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4	
	Diisotridecyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2889								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(2-ethylhexanoylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2157								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2172								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexane, *not more than 82% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2173								
	2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy hexane, *not more than 82% with water. See* Dimethylhexane dihydroperoxide, *with 18% or more water.*		UN2174								
	2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy hexane, more than 82% with water	Forbidden									

+	Difluoroethane	Flammable gas	UN1030	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	
+	Difluoromonochloroethane	Flammable gas	UN2517	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	
	Difluorophosphoric acid, anhydrous	Corrosive material	UN1768	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	
	2,2-Dihydroperoxy propane, *not more than 27% with inert organic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2178								
	Dihydropyran	Flammable liquid	UN2376	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4	
	1,8-Dihydroxy-2,4,5,7-tetranitroanthraquinone (chrysamminic acid)	Forbidden									
	Diisobutylene	Forbidden									
	Diisobutyryl ketone	Combustible liquid	UN1157	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Diisobutyryl peroxide, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2182								
	Diisooctyl acid phosphate	Corrosive material	UN1902	Corrosive	173.144	173.296	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Diisopropylamine	Flammable liquid	UN1158	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Diisopropylbenzene hydroperoxide solution, *not over 72% peroxide*	Organic peroxide	UN2171	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Diisopropylbenzene hydroperoxide, *not more than 72% in solution. See* Diisopropylbenzene hydroperoxide solution, *not more than 72% peroxide.*		UN2171								
	Diisopropylbenzene hydroperoxide, more than 72% in solution	Forbidden									
	Diisopropyl ether	Flammable liquid	UN1159	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4	
	Diisotridecyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2889								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(2-ethylhexanoylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2157								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2172								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(benzoylperoxy)hexane, *not more than 82% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2173								
	2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy hexane, *not more than 82% with water. See* Dimethylhexane dihydroperoxide, *with 18% or more water.*		UN2174								
	2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy hexane, more than 82% with water	Forbidden									

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/B/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2155								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexane, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid n.o.s.		UN2156								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexyne-3, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2158								
	2,5-Dimethyl-2,5-di-(tert-butylperoxy)hexyne-3, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2159								
+E	Dimethylamine, anhydrous (*RQ-1000/454*)	Flammable gas	UN1032	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	4	
E	Dimethylamine, aqueous solution (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1160	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	2,3-Dimethylbutane	Flammable liquid	UN2457	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Dimethyl carbonate	Flammable liquid	UN1161	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Dimethyl chlorothiophosphate	Corrosive material	NA2922	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	1,4-Dimethylcyclohexane	Flammable liquid	UN2263	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Dimethyldichlorosilane	Flammable liquid	UN1162	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	5 pints	1,2	1	
+	Dimethyl ether	Flammable gas	UN1033	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1,2	1	
	Dimethylhexane dihydroperoxide (dry)	Forbidden									
	Dimethylhexane dihydroperoxide, (with 18% or more water)	Organic peroxide	UN2174	Organic peroxide	None	173.157	Forbidden	25 pounds	1	1	
	Dimethylhydrazine, unsymmetrical (*UDMH*)	Flammable liquid	UN1163	Flammable liquid and Poison	None	173.145	Forbidden	5 pints	1,2	1	Keep dry. Separate from corrosive and oxidizing materials, and organic peroxides.

Dimethyl phosphorochloridothioate. *See* Dimethyl chlorothiophosphate.	Corrosive material	UN1455	Corrosive	None	173.245	Forbidden	1 quart	5	5			
Dimethyl sulfate	Flammable liquid	UN1164	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.2	5			
Dimyristyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2885										
Dimyristyl peroxydicarbonate, *not more than 22%, stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid or solution, n.o.s.		UN3982										
1,4-Dinitro-1,1,4,4-tetramethylolbutanetetranitrate (dry)	Forbidden											
2,4-Dinitro-1,3,5-trimethylbenzene	Forbidden											
1,3-Dinitro-4,5-dinitrosobenzene	Forbidden											
1,3-Dinitro-5,5-dimethyl hydantoin	Forbidden											
Dinitro-2,8-dimethylglycoluril (dry)	Forbidden											
E Dinitrobenzene, solid, *or* Dinitrobenzol, solid *(RQ-1000/454)*	Poison B	UN1597	Poison	173.371	150 pounds	200 pounds	1.2	1.2				
E Dinitrobenzene solution *(RQ-1000/454)*	Poison B	UN1597	Poison	173.345	1 quart	55 gallons	1.2	1.2				
Dinitrochlorobenzene	Poison B	UN1577	Poison	173.364	150 pounds	200 pounds	1.2	1.2				
A Dinitrocyclohexylphenol	ORM-A	NA9026	None	173.505	No limit	No limit						
1,2-Dinitroethane	Forbidden											
1,1-Dinitroethane (dry)	Forbidden											
Dinitroglycoluril	Forbidden											
Dinitromethane	Forbidden											
E Dinitrophenol solution *(RQ-1000/454)*	Poison B	UN1599	Poison	173.345	1 quart	55 pounds	1.2	1.2			Stow away from heavy metals and their compounds. If flash point is 141 deg. F or less segregation same as for flammable liquids	
Dinitropropylene glycol	Forbidden											
2,4-Dinitroresorcinol (heavy metal salts of) (dry)	Forbidden											
4,6-Dinitroresorcinol (heavy metal salts of) (dry)	Forbidden											
3,5-Dinitrosalicylic acid (lead salt) (dry)	Forbidden											
Dinitrosobenzylamidine and salts of (dry)	Forbidden											
2,2'-Dinitrostilbene	Forbidden											
E Dinitrotoluene, liquid *(RQ-1000/454)*	ORM-E	UN1600	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2			
E Dinitrotoluene, solid *(RQ-1000/454)*	ORM-E	UN2038	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2			
a,a'-Di-(nitroxy)methylether	Forbidden											
1,9-Dinitroxy pentamethylene-2,4,6,8-tetramine (dry)	Forbidden											
Di-n-propyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid, n.o.s.		UN2176										
Dioxane	Flammable liquid	UN1165	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
Dioxolane	Flammable liquid	UN1166	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
Diphenylaminechloroarsine (DM)	Irritating material	UN1698	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	5			
Diphenyl dichlorosilane	Corrosive material	UN1769	Corrosive	None	173.240	Forbidden	10 gallons	1	1			
Diphenyl methyl bromide, solid	Corrosive material	UN1770	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1	1			
Diphenyl methyl bromide solution	Corrosive material	UN1770	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1.2	1.2			
Diphosgene. See Phosgene												

60-159 O—81——8

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/ E/ A/ W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Diquat (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA2781	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Di-sec-butyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2150								
	Di-sec-butyl peroxydicarbonate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2151								
	Disinfectant, liquid	Corrosive material	UN1903	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1	4	
	Disinfectant, liquid	Poison B	UN1601	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Disinfectant, liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Disinfectant, solid	Poison B	UN1601	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1	
	Dispersant gas *or* Refrigerant gas. *See 173.314 NOTE 13 and 173.315 NOTE 9*										
	Distearyl peroxydicarbonate, *not more than 85% with stearyl alcohol. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2592								
E	Disulfoton (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1,2	5	
E	Disulfoton mixture, dry(*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.377						
						173.377	Forbidden	200pounds	1,2	4	
E	Disulfoton mixture, liquid(*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.395(b)(7)	173.359	1pint	1quart	1,2	5	
	Di-tert-butyl peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2102								
	1,1-Di-(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethyl cyclohexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution n.o.s.		UN2145								
	1,1-Di-(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethyl cyclohexane, *not more than 57% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2146								
	1,1-Di-(tert-butylperoxy)-3,3,5-trimethyl cyclohexane, *not more than 58% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2147								
	2,2-Di-(tert-butylperoxy)butane, *not more than 55% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2111								
	2,2-Di-(tert-butylperoxy) butane, more than 55% in solution	Forbidden									

1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2179													
1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2180													
1,2-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2181													
1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 40% with inert inorganic solid, with not less than 13% phlegmatizer. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2885													
1,1-Di-(tert-butylperoxy)cyclohexane, *not more than 50% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2897													
Di-(tert-butylperoxy) phthalate, more than 55% in solution	Forbidden														
Di-(tert-butylperoxy)phthalate, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2106													
Di-(tert-butylperoxy)phthalate, *not more than 55% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2107													
Di-(tert-butylperoxy)phthalate, *not more than 55% as a paste. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2108													
2,2-Di-(tert-butylperoxy)propane, *not more than 50% with phlegmatizer. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2883													
2,2-Di-(tert-butylperoxy)propane, *not more than 40% with inert inorganic solid with not less than 13% phlegmatizer. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2884													
Dithiocarbamate pesticide, liquid, n.o.s. *(compounds and preparations)*	Flammable liquid	UN2772	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1						
Dithiocarbamate pesticide, liquid, n.o.s. *(compounds and preparations)*	Poison B	UN2771	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2						
Dithiocarbamate pesticide, solid, n.o.s. *(compounds and preparations)*	Poison B	UN2771	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2						
B Diuron *(RQ-100/45.4)*	ORM-E	NA2767	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2						
Divinyl ether	Flammable liquid	UN1167	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	1.3 h						
E Dodecylbenzenesulfonic acid *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA2584	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2						
Dodecyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1771	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry					
Dressing, leather	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2						
Dressing, leather	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1						
Drier. See Paint drier, liquid *Drill cartridge. See 173.55*															
Drugs, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2						
Drugs, n.o.s.	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	173.150	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2						
Drugs, n.o.s.	Oxidizer	NA1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2						

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Drugs, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Drugs, liquid, n.o.s.	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Drugs, liquid, n.o.s.	Poison B	NA2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,3	1	
	Drugs, solid, n.o.s.	Corrosive material	NA1759	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Drugs, solid, n.o.s.	Poison B	NA2811	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,3	1,3	
	Drums, empty, must be classed for the hazardous material previously contained in drum. See 173.29										
	Dry ice. *See* Carbon dioxide, solid										
	Dye intermediate, liquid	Corrosive material	UN2801	Corrosive	173.244	173.249a	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs and living quarters
	Dynamite. See High explosive										
E	EDTA. *See* Ethylenediaminetetraacetic acid										
	Electric blasting caps. See Detonators, Class A *or* Class C explosives										
	Electric squib	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Electric storage battery, wet. *See* Battery, electric storage, wet										
	Electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid, packed with dry-storage battery	Corrosive material	NA2797	Corrosive	None	173.258	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
	Electrolyte (acid) *or* alkaline battery fluid, packed with battery charger, radio current supply device, *or* electronic equipment and actuating device.	Corrosive material	NA2797	Corrosive	None	173.259	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
E	Electrolyte (acid) battery fluid (*not over 47% acid*) *(RQ-1000/454)*	Corrosive material	UN2796	Corrosive	173.244	173.257	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Empty cartridge bag with black powder igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Enamel. *See* Paint, Enamel, Lacquer, *etc.*										
E	Endosulfan *(RQ-1/0.454)*	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.365	1 pound	10 pounds	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
E	Endosulfan mixture, liquid *(RQ-1/0.454)*	Poison B	NA2761	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
E	Endrin *(RQ-1/0.454)*	Poison B	NA2761	Poison	173.364	173.365	1 pounds	10 pounds	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
E	Endrin mixture, liquid *(RQ-1/0.454)*	Poison B	NA2761	Poison	173.345 173.120	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Engine, internal combustion										

	Engine starting fluid	Flammable gas	UN1960	Flammable gas	None	173.304	Forbidden	60 pounds	1,2	5			
E	Epichlorohydrin (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN2023	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2			
	Eradicator, paint or grease, liquid	Flammable liquid	UN1650	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Escape or Evacuation slide, inflatable. *See* Life rafts, inflatable												
E	Etching acid, liquid, n.o.s. (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	None	173.299	Forbidden	10 pounds	1	5			
+	Ethane	Flammable gas	UN1035	Flammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1,2	4			
	Ethanol amine dinitrate	Forbidden											
E	Ethion (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.345	173.346	Forbidden	1 quart	1,2	1,2			
E	Ethion mixture, dry (*RQ-10/4.54*)	Poison B	NA2783	Poison	173.364	173.365	50 pounds	250 pounds	1,2	1,2			
	Ethyl-3,3-di-(tert-butylperoxy)butyrate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2185										
	Ethyl-3,3-di-(tert-butylperoxy)butyrate, *not more than 77% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.												
	Ethyl-3,3-di-(tert-butylperoxy)butyrate, *not more than 50% with inert inorganic solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2588										
	Ethyl acetate	Flammable liquid	UN1173	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl acrylate, inhibited	Flammable liquid	UN1917	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl alcohol	Flammable liquid	UN1170	Flammable liquid	173.118	173.120	1 quart	10 gallons	1,2	1			
E	Ethyl aldehyde. *See* Acetaldehyde												
E	Ethyl benzene (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1175	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl borate	Flammable liquid	UN1176	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	Keep dry		
	Ethyl butyl acetate	Combustible liquid	UN1177	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2			
	Ethyl butyl ether	Flammable liquid	UN1179	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl butyraldehyde	Flammable liquid	UN1178	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl butyrate	Flammable liquid	UN1180	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2			
	Ethyl chloride	Flammable liquid	UN1037	Flammable liquid	None	173.123	Forbidden	See 173.123	1,2	1	Segregation same as for flammable gases		
	Ethyl chloroacetate	Combustible liquid	UN1181	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2			
	Ethyl chloroformate (*chlorocarbonate*)	Flammable liquid	UN1182	Flammable liquid and Poison	None	173.288	Forbidden	5 pints	1,2	1			
	Ethyl chlorothioformate	Corrosive material	UN2826	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1,2	1			
	Ethyl crotonate	Flammable liquid	UN1862	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1			
	Ethyl dichlorosilane	Flammable liquid	UN1183	Flammable liquid	None	173.315	Forbidden	5 pints	1,2	1			
+	Ethylene	Flammable gas	UN1962	Flammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1,2	4			

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Ethylene chlorohydrin	Poison B	UN1135	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	Segregation same as for flammable liquids
E	Ethylenediamine (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1604	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Ethylene diamine diperchlorate	Forbidden									
E	Ethylenediaminetetraacetic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9117	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
RAW	Ethylene dibromide (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1605	None	173.505	173.620	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from living quarters
E	Ethylene dichloride (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1184	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Ethylene glycol diethyl ether (*diethyl 'Cellosolve'*)	Combustible liquid	UN1153	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol dinitrate	Forbidden									
	Ethylene glycol monoethyl ether (*'Cellosolve'*)	Combustible liquid	UN1171	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol monoethyl ether acetate (*'Cellosolve acetate'*)	Combustible liquid	UN1172	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol monomethyl ether (*methyl 'Cellosolve'*)	Combustible liquid	UN1188	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene glycol monomethyl ether acetate (*methyl 'Cellosolve acetate'*)	Combustible liquid	UN1189	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethylene imine, inhibited	Flammable liquid	UN1185	Flammable liquid and Poison	None	173.139	Forbidden	5 pints	1,2	1	
	Ethylene oxide	Flammable liquid	UN1040	Flammable liquid	None	173.124	Forbidden	See 173.124	1,2	1	Segregation same as for flammable gases
	Ethyl ether	Flammable liquid	UN1155	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Ethyl formate	Flammable liquid	UN1190	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Ethylhexaldehyde	Combustible liquid	UN1191	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethyl hydroperoxide (explodes above 100 deg C)	Forbidden									
	Ethyl lactate	Combustible liquid	UN1192	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ethyl mercaptan	Flammable liquid	UN2363	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Ethyl methyl ether	Flammable liquid	UN1039	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	1	Segregation same as for flammable gases
	Ethyl methyl ketone	Flammable liquid	UN1193	Flammable liquid	173.118	173.140	1 quart	10 gallons	1,2	1	

Ethyl nitrate (*nitric ether*)	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.119	173.119	Forbidden	Forbidden	1.2	1		
Ethyl nitrite (nitrous ether)	Flammable liquid	UN1194	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
Ethyl perchlorate	Forbidden										
Ethyl phenyl dichlorosilane	Corrosive material	UN2435	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	5		
Ethyl phosphonothioic dichloride, anhydrous	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4		
Ethyl phosphorous dichloride, anhydrous	Corrosive material	NA2845	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4		
Ethyl phosphorodichloridate	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4		
Ethyl propionate	Flammable liquid	UN1195	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Ethyl silicate (*tetraethyl orthosilicate*)	Combustible liquid	UN1292	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
Ethyl trichlorosilane	Flammable liquid	UN1196	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	5 pints	1.2	1		
Etiologic agent, n.o.s.	Etiologic agent	NA2814	Etiologic agent	173.386	173.387	See 173.386	4 liters				
Excelsior (shredded wood) *when dry, clean, and free from oil*	ORM-C		None	173.505	173.240			1.3	1.3	Not permitted except under specific conditions approved by the Department	
Explosive auto alarm	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	50 pounds	150 pounds	1.2	1.2	Stow away from organic, corrosive, or oxidizing materials	
Explosive bomb	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with these items	
Explosive cable cutter	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Explosive, forbidden. See Sec. 173.51	Forbidden										
Explosive mine	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with these items	
Explosive, new approval, and evaluation. See 173.86											
Explosive power device, Class B	Class B explosive		Explosive B	None	173.94	Forbidden	150 pounds	1.2	5		
Explosive power device, Class C	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with this material	
Explosive release device	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Explosive rivet	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1.2	1.2		
Explosive, sample for laboratory examination				173.86		Forbidden	See 173.86				
Explosive torpedo	Class A explosive		Explosive A	None	173.56	Forbidden	Forbidden	1.2	5	Magazine stowage authorized. No other cargo may be stowed in the same hold with this material	
Extract, liquid, flavoring	Flammable liquid	UN1197	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
Fabric with animal or vegetable oil. See Fibers or fabric, containing not more than 5% animal or vegetable fat											

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
AW	Feed, wet, mixed	ORM-C		None	173.505	173.980	Forbidden	Forbidden	3	3	Stow in cool, dry, well ventilated compartment. Do not stow bags over ten tiers high without flooring off. Do not overstow
W	Felt, waste. *See* Cotton waste										
	Felt, waste, wet. *See* Waste wool, wet										
E	Ferric ammonium citrate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9118	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ferric ammonium oxalate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9119	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ferric arsenate, solid	Poison B	UN1606	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Ferric arsenite, solid	Poison B	UN1607	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Ferric chloride, solid, *anhydrous* (*RQ-1000/454*)	ORM-B	UN1773	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Ferric chloride solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN2582	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 quarts	1,2	1,2	
E	Ferric fluoride (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA9120	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ferric nitrate (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN1466	Oxidizer	173.158	173.162	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Ferric sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9121	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
W	Ferrochrome, exothermic	ORM-C		None	173.505	173.985			1	1	
W	Ferromanganese, exothermic. *See* Ferrochrome, exothermic										
W	Ferrophosphorus	ORM-A		None	173.505	173.635			1,2	1,2	Keep dry. Stow away from living quarters
AW	Ferrosilicon, *containing 30% or more but not more than 70% silicon*	ORM-A	UN1408	None	173.505	173.645	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from living quarters. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Ferrous ammonium sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9122	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ferrous arsenate, solid	Poison B	UN1608	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
EA	Ferrous chloride, solid (*RQ-100/45.4*)	ORM-B	NA1759	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Ferrous chloride, solution (*RQ-100/45.4*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
E	Ferrous sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9126	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Fertilizer ammoniating solution *containing free ammonia (more than 25.3 p.s.i.g.)*	Nonflammable gas	UN1043	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1,2	4	
	Fertilizer, tankage. *See* Garbage, tankage										
	Fibers *or* fabric, containing not more than 5% animal *or* vegetable oil	Flammable solid	NA1373	Flammable solid	None	173.170	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
W	Fibers (*jute, hemp, flax, sisal, coir, kapok, and similar vegetable fibers*)	ORM-C	NA1372	None	173.505	173.985			1,2	1,2	Stow away from animal or vegetable oils. Segregation same as for flammable solids
	Fibers, burnt	Flammable solid	NA1372	Flammable solid	None	173.169	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Film (*nitrocellulose*)	Flammable solid	NA1324	Flammable solid	None	173.177	50 pounds	200 pounds	1,3	1,3	Stow away from other flammable cargo or substances

Film, photographic, (including scrap film), safety, nonflammable, or slow burning. Not subject to requirements of this subchapter													
Firecracker. See Fireworks, common or special													
Firecracker salute. See Fireworks, common or special													
Fire extinguisher	Nonflammable gas	UN1044	Nonflammable gas	173.306			150 pounds	300 pounds	1.2			1.2	
Fire extinguisher charge containing not more than 50 grains of propellant explosive per unit. Not subject to requirements of this subchapter.													
Fire extinguisher charge containing sulfuric acid	Corrosive material	UN1777	Corrosive	173.281			1 quart	1 gallon	1.2			1.2	
Fireworks, common	Class C explosive		Explosive C	None		172.101 173.100	50 pounds	300 pounds	1.3			1.3	Passenger vessels in metal lockers only
Fireworks, exhibition display piece. See Fireworks, special													
Fireworks, special	Class B explosive		Explosive B	None		173.88 173.91	Forbidden	300 pounds	3			3	Passenger vessels in metal lockers only. Toy torpedoes must not be packed with other special fireworks
Fish meal or fish scrap containing 6% to 12% water	ORM C	NA2216	None	173.5005		173.5005			3.2			3.2	Segregation same as for flammable solids. Segregate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides. *Use double strip stowage* for cargo 6-12 percent moisture containing not more than 12 percent fat. *Use single strip stowage* for cargo 6-12 percent moisture containing 12-15 percent fat
Fish meal or fish scrap containing less than 6% or more than 12% water	Flammable solid	NA1374	Flammable solid	None		173.171	Forbidden	Forbidden	1.2			1.2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
Fissile radioactive material. *See* Radioactive material, fissile													
Flame retardant compound liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244		173.244	1 quart	10 gallons	1.2			1.2	
+ Flammable gas n.o.s. *See* Compressed gas, n.o.s.													
Flammable liquid, corrosive, n.o.s.	Flammable liquid	UN2924	Flammable liquid and Corrosive	173.118		173.118	1 quart	1 quart	1.2			1	
Flammable liquid, n.o.s.	Flammable liquid	UN1993	Flammable liquid	173.118		173.118	1 quart	10 gallons	1.2			1	
Flammable liquid, poisonous, n.o.s.	Flammable liquid	UN1992	Flammable liquid and Poison	173.118		173.118	1 quart	10 gallons	1.2			1	
Flammable solid, corrosive, n.o.s.	Flammable solid	UN2925	Flammable solid and Corrosive	173.153		173.154	25 pounds	25 pounds	1			4	
Flammable solid, n.o.s.	Flammable solid	UN1325	Flammable solid	173.153		173.154	25 pounds	25 pounds	1.2			1.2	
Flammable solid, poisonous, n.o.s.	Flammable solid	UN2926	Flammable solid and Poison	173.153		173.154	25 pounds	25 pounds	1.2			1	
Flare. See Fireworks, common													
Flare, airplane. See Fireworks, special													
Flash cartridge. See Fireworks, special or Low explosives													

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Flash cracker. See Fireworks, common *or* special										
	Flash powder. See Fireworks, special *or* Low explosives										
	Flax. See Fibers										
	Flexible linear shaped charge, metal clad	Class C explosive		Explosive C	None	173.104	50 pounds	300 pounds	1,3	1,3	
	Flowers of sulfur. *See* Sulfur										
	Flue dust, poisonous	Poison B	NA2811	Poison	173.364	173.368	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Fluoboric acid	Corrosive material	UN1775	Corrosive	173.244	173.283	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
E	Fluoric acid. *See* Hydrofluoric acid										
	Fluorine	Nonflammable gas	UN1045	Poison and Oxidizer	None	173.302	Forbidden	Forbidden	1	5	Stow in well ventilated space away from organic materials
	Fluorophosphoric acid, anhydrous. *See* Monofluorophosphoric acid, anhydrous										
	Fluorosilicic acid. *See* Hydrofluorosilicic acid										
	Fluorosulfonic acid *or* Fluosulfonic acid	Corrosive material	UN1777	Corrosive	None	173.274	Forbidden	1 gallon	1	5	Keep dry
	Forbidden explosives. See 173.51	Forbidden									
	Forbidden materials. See 173.21	Forbidden									
EAW	Formaldehyde solution (*flash point more than 141 deg F.; in containers of 110 gallons or less*) (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN2209	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons	1,2	4	
E	Formaldehyde solution (*flash point not more than 141 deg F.; in containers over 110 gallons*) (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN1198	None	173.118a	None	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
EAW	Formaldehyde solution (*flash point not more than 141 deg F.; in containers of 110 gallons or less*) (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1198	None	173.505	173.510	10 gallons	55 gallons	1,2	4	
E	Formaldehyde solution (*flash point more than 141 deg F.; in containers over 110 gallons*) (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN2209	None	173.118a	None	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
	Formalin. *See* Formaldehyde solution										
E	Formic acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1779	Corrosive	173.244	173.245 173.289	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
E	Formic acid solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1779	Corrosive	173.244	173.245 173.289	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Fuel, aviation, turbine engine	Flammable liquid	UN1863	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

	Fuel, aviation, turbine engine	Combustible liquid	UN1863	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Fuel oil	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Fuel oil, diesel. *See* Fuel oil											
	Fuel oil, No. 1, 2, 4, 5 or 6	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Fulminate of mercury (dry)	Forbidden										
	Fulminate of mercury, wet. See Initiating explosive											
	Fulminating gold	Forbidden										
	Fulminating mercury	Forbidden										
	Fulminating platinum	Forbidden										
	Fulminating silver	Forbidden										
	Fulminic acid	Forbidden										
B	Fumaric acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA9126	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Fumaryl chloride	Corrosive material	UN1780	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1	1	Glass carboys not permitted	
	Fumigant. See 173.152(a) Note 1											
	Furan	Flammable liquid	UN2389	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
B	Furfural (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	UN1199	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1		
	Fusee (*railway or highway*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.154a	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3		
	Fuse igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Fuse, instantaneous	Class C explosive		Explosive C	173.100		50 pounds	150 pounds	1.2	1.2		
	Fuse lighter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Fusel oil	Combustible liquid	UN1201	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Fuse, mild detonating, metal clad	Class C explosive		Explosive C	None	173.104	50 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
	Fuse, safety	Class C explosive		Explosive C	173.100	173.100	50 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
	Fuze, combination	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Fuze, detonating	Class A explosive		Explosive A	None	173.88	Forbidden	Forbidden	6	6		
	Fuze, detonating, Class C explosive	Class C explosive		Explosive C	None	173.113	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Fuze, detonating, radioactive	Class A explosive		Explosive A	None	173.88	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Fuze, percussion	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Fuze, time	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Fuze, tracer	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Galactan trinitrate	Forbidden										
	Gallium metal, liquid	ORM-B	UN2803	None	None	173.261	Forbidden	Forbidden	1	5	None	
	Gallium metal, solid	ORM-B	UN2803	None	None	173.263	40 pounds	40 pounds	1.3	1	Shade from radiant heat	
W	Garbage tankage *containing 8% or more water*	ORM-C		None		173.505			1.2	1.2		
	Garbage tankage, *containing less than 8% water*	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.200	Forbidden	Forbidden	1	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Gas cylinder, empty. *See* Cylinder, empty										
	Gas drips, hydrocarbon	Combustible liquid	UN1864	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Gas drips, hydrocarbon	Flammable liquid	UN1864	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Gas identification set	Poison A	NA9035	Poison gas	None	173.331	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Gas identification set	Irritating material	NA9035	Irritant	None	173.331	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Gas mine. *See* Explosive mine										
	Gasohol *(gasoline mixed with ethyl alcohol).* *See* Gasoline										
	Gas oil. *See* Fuel oil										
	Gasoline *(including casing-head and natural)*	Flammable liquid	UN1203	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	4	
	Gelatine Dynamite. *See* High explosive										
	Germane	Poison A	UN2192	Poison gas and Flammable gas	None	173.332	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases
	Glycerol-1,3-dinitrate	Forbidden									
	Glycerol monogluconate trinitrate	Forbidden									
	Glycerol monolactate trinitrate	Forbidden									
	Grenade *without bursting charge. (With incendiary material)*	Class B explosive		Explosive B	None	173.91	Forbidden	Forbidden	3	3	Passenger vessels in metal lockers only
	Grenade *without bursting charge. (With smoke charge)* (Smoke grenade)	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Grenade *without bursting charge. (With Poison A gas charge)*	Poison A	NA2016	Poison gas	None	173.330	Forbidden	Forbidden			*See* correct shipping name of applicable Poison A material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Grenade *without bursting charge. (With Poison B charge)*	Poison B	NA2016	Poison	None	173.350	Forbidden	Forbidden			*See* correct shipping name of applicable Poison B material for stowage, special handling, and special segregation requirements
	Grenade, empty, primed	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Grenade, hand *or* rifle, explosive *(with or without gas, smoke, or incendiary material)*	Class A explosive		Explosive A	None	173.53	Forbidden	Forbidden	1,2	5	No other cargo may be stowed in the same hold with these items
	Grenade, tear gas	Irritating material	NA2017	Irritant	None	173.385	Forbidden	75 pounds	1,2	1	
	Guanidine nitrate	Oxidizer	UN1467	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from nitro-compounds, chlorates, and acids

		Forbidden												
	Guanyl nitrosamino guanyltetrene hydrazine. See Initiating explosive													
	Guanyl nitrosamino guanylidene hydrazine (dry)													
	Guanyl nitrosamino guanyl tetrazene. See Initiating explosive													
	Guided missile, without warhead. See Rocket motor, Class A explosive *or* Rocket motor, Class B explosive													
	Guided missile with warhead. See Rocket ammunition with explosive, illuminating, gas, incendiary, *or* smoke projectile													
E	*Guncotton. See* High explosive													
E	Guthion. *See* Azinphos methyl													
E	Guthion mixture, liquid. *See* Azinphos methyl mixture, liquid													
	Hafnium metal, dry. (*See 173.214 Note 3*)	Flammable solid	UN1326	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	75 pounds	1	5				
		Flammable solid	UN1326	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	150 pounds	1,2	5				
	Hafnium metal, wet	Flammable solid	NA1326	Flammable solid	None	173.172	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides			
		Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2				
W	Hay	ORM-C	UN1327	None	None	173.500	173.1005		1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids. Stow away from animal or vegetable oils Forbidden for water shipment			
W	Hay or straw (*loose, wet, or damp*)		UN1327		None	173.1300	No limit	No limit	1,2	1,2				
E	Hazardous substance, liquid *or* solid, n.o.s.	ORM-E	NA9188	None	None	173.1300	Forbidden	550 pounds	1,2	1,2				
E	Hazardous waste, liquid or solid, n.o.s.	ORM-E	NA9189	None	None	173.1300								
	Hazardous waste, meeting the definition of a hazard class other than ORM-E. See 172.101(c)(10)													
	Heater for refrigerator car, liquid fuel type (*containing fuel*)	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.146		Forbidden	Forbidden	1,2	1				
	Helium	Nonflammable gas	UN1046	Nonflammable gas	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2				
	Helium-oxygen mixture	Nonflammable gas	NA1980	Nonflammable gas	173.306	173.302	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2				
E	Heptachlor (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.			
	Heptane	Flammable liquid	UN1206	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1				
W	*Hessian. See* Burlap cloth													
E	Hexachlorocyclopentadiene (*RQ-1/0.454*)	Corrosive material	UN2646	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2				
W	Hexachlorocthane	ORM-A	NA9057	None	None	173.505	173.850	173.980	1,2	1,2				
	Hexadecyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1781	Corrosive	None	173.244	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry			
	Hexadiene	Flammable liquid	UN2458	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	5				
	Hexaethyl tetraphosphate and compressed gas mixture	Poison A	UN1612	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat			
	Hexaethyl tetraphosphate, liquid	Poison B	UN1611	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1	4				
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, dry (*containing more than 2% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1,2	5				

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, dry (*containing not more than 2% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	NA2783	Poison	173.377	173.377	50 pounds	200 pounds	1,2	4	
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, liquid (*containing more than 25% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1,2	5	
	Hexaethyl tetraphosphate mixture, liquid (*containing not more than 25% hexaethyl tetraphosphate*)	Poison B	UN2783	Poison	173.359	173.359	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Hexafluorophosphoric acid	Corrosive material	UN1782	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	
	Hexafluoropropylene	Nonflammable gas	UN1858	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1	4	
	Hexafluoropropylene oxide	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Hexaldehyde	Flammable liquid	UN1207	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	3,3,6,6,9,9-Hexamethyl-1,2,4,5-tetraoxocyclononane, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2165								
	3,3,6,6,9,9-Hexamethyl-1,2,4,5-tetraoxocyclononane, *not more than 52% with inert solid. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2166								
	3,3,6,6,9,9-Hexamethyl-1,2,4,5-tetraoxocyclononane, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2167								
	Hexamethylenediamine, solid	Corrosive material	UN2280	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Hexamethylenediamine, solution	Corrosive material	UN1783	Corrosive	173.244	173.292	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Hexamethyleneimine	Corrosive material	UN2493	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Hexamethylene triperoxide diamine (dry)	Forbidden									
	Hexamethylol benzene hexanitrate	Forbidden									
	Hexane	Flammable liquid	UN1208	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	2,2',4,4',6,6'-Hexanitro-3,3'-dihydroxyazobenzene (dry)	Forbidden									

Hexanitroazoxy benzene	Forbidden											
2,2',3',4,4',6-Hexanitrodiphenylamine	Forbidden											
2,3',4,4',6,6'-Hexanitrodiphenylether	Forbidden											
N,N'-(hexanitrodiphenyl)ethylene dinitramine (dry)	Forbidden											
Hexanitrodiphenyl urea	Forbidden											
Hexanitroethane	Forbidden											
Hexanitroanilide	Forbidden											
Hexanoic acid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,3			
Hexyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1764	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry		
High explosive	Class A explosive		Explosive A	173.55	173.61 to 173.87	Forbidden	Forbidden	6	5			
High explosive, liquid	Class A explosive		Explosive A	None	173.62	Forbidden	Forbidden	6	5			
Hydraulic accumulator. *See* Accumulator, pressurized												
Hydrazine, anhydrous	Flammable liquid	UN2029	Flammable liquid and Poison	None	173.276	Forbidden	5 pints	1	5	Segregation same as for corrosives		
Hydrazine, aqueous solution	Corrosive material	UN3030	Corrosive	None	173.276	Forbidden	5 pints	1	5			
Hydrazine azide	Forbidden											
Hydrazine chlorate	Forbidden											
Hydrazine dicarbonic acid diazide	Forbidden											
Hydrazine perchlorate	Forbidden											
Hydrazine selenate	Forbidden											
Hydriodic acid	Corrosive material	UN1787	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
Hydrobromic acid, *more than 49% strength*	Corrosive material	UN1788	Corrosive	None	173.262	Forbidden	Forbidden	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
Hydrobromic acid, anhydrous. *See* Hydrogen bromide												
Hydrobromic acid not more than 49% strength	Corrosive material	UN1788	Corrosive	173.244	173.262	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
+ Hydrocarbon gas, liquefied	Flammable gas	UN1965	Flammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1,2	1			
+ Hydrocarbon gas, nonliquefied	Flammable gas	UN1964	Flammable gas	173.306	173.302	Forbidden	300 pounds	1,2	1			
E Hydrochloric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
E Hydrochloric acid, anhydrous. *See* Hydrogen chloride												
E Hydrochloric acid mixture (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
E Hydrochloric acid solution, inhibited (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1789	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	1 gallon	1	1	Glass carboys not permitted on passenger vessel		
E Hydrocyanic acid (*prussic*) solution (*5% or more hydrocyanic acid*) (*RQ-10/4.54*)	Poison A	UN1613	Poison gas and Flammable gas	None	173.332	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Aqueous solutions containing more than 20 percent hydrogen cyanide are not permitted in transportation by water. Segregation same as for flammable gases.		
E Hydrocyanic acid, liquefied (*RQ-10/4.54*)	Poison A	NA1051	Poison gas and Flammable gas	None	173.332	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases.		
Hydrocyanic acid (prussic), unstabilized	Forbidden											

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not exempted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
+E	Hydrocyanic acid solution, less than 5% hydrocyanic acid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1613	Poison	None	173.351	Forbidden	25 pounds	1	5	Shade from radiant heat
E	Hydrofluoric acid, anhydrous. *See* Hydrogen fluoride										
E	Hydrofluoric acid solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1790	Corrosive	173.244	173.264	1 quart	1 gallon	1	4	
E	Hydrofluoric and sulfuric acid mixture (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1786	Corrosive	None	173.280	Forbidden	1 gallon	1	5	
	Hydrofluoroboric acid. *See* Fluoboric acid										
	Hydrofluorosilicic acid	Corrosive material	NA1778	Corrosive	None	173.265	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
+	Hydrogen	Flammable gas	UN1049	Flammable gas	173.306	173.302 173.314	Forbidden	300 pounds	1,2	54	
	Hydrogen bromide	Nonflammable gas	UN1048	Nonflammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Hydrogen chloride (*RQ-5000/2270*)	Nonflammable gas	UN1050	Nonflammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Hydrogen fluoride (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1052	Corrosive	None	173.264	Forbidden	110 pounds	1	5	Segregation same as for nonflammable gases
	Hydrogen iodide solution. *See* Hydriodic acid										
+	Hydrogen, liquefied	Flammable gas	UN1966	Flammable gas	None	173.316	Forbidden	Forbidden			Forbidden
	Hydrogen peroxide solution (*40% to 52% peroxide*)	Oxidizer	UN2014	Oxidizer	173.244	173.266	Forbidden	Forbidden	1	4	Shade from radiant heat. Separate from permanganates. Keep away from powdered metals
	Hydrogen peroxide solution (*8% to 40% peroxide*)	Oxidizer	UN2014	Oxidizer	173.244	173.266	1 quart	1 gallon	1,2	1	Shade from radiant heat. Separate from permanganates. Keep away from powdered metals
	Hydrogen peroxide solution (*over 52% peroxide*)	Oxidizer	UN2015	Oxidizer and Corrosive	None	173.266	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Separate from permanganates. Keep away from powdered metals. Concentrations greater than 60% hydrogen peroxide not permitted on any vessel except under conditions approved by the Department
+	Hydrogen selenide	Flammable gas	UN2202	Flammable gas and Poison	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	
E	Hydrogen sulfate. *See* Sulfuric acid										

+E	Hydrogen sulfide (RQ-100/45.4)	Flammable gas	UN1053	Flammable gas and Poison	None	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1	5	
	Hydrosilicofluoric acid. See Hydrofluorosilicic acid										
	Hydroxyl amine iodide	Forbidden	UN1791	Corrosive	173.244	173.277	1 quart	4 gallons	1,2	1	Glass carboys in hampers not permitted under deck
E	Hypochlorite solution containing more than 7% available chlorine by weight (RQ-100/45.4)	Corrosive material									
EA	Hypochlorite solution containing not more than 7% available chlorine by weight (RQ-100/45.4)	ORM-B	NA1791	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Hyponitrous acid	Forbidden									
	Igniter	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Igniter cord	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Igniter fuse, metal clad	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
	Igniter, jet thrust (jato)	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Igniter, jet thrust (jato)	Class B explosive		Explosive B	None	173.92	Forbidden	550 pounds	1,2	5	
	Igniter, rocket motor	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Igniter, rocket motor	Class B explosive		Explosive B	None	173.92	Forbidden	550 pounds	1,2	5	
	Illuminating projectile. See Fireworks, special										
	Iminobispropylamine	Corrosive material	UN2260 UN2814	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Infectious substance, human, n.o.s. See Etiologic agent, n.o.s.										
	Initiating explosive (diazodinitrophenol)	Class A explosive		Explosive A	None	173.70	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (fulminate of mercury)	Class A explosive		Explosive A	None	173.71	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (guanyl nitrosamino guanylidene hydrazine)	Class A explosive		Explosive A	None	173.72	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (lead azide, dextrinated type only)	Class A explosive		Explosive A	None	173.73	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (lead mononitroresorcinate)	Class A explosive		Explosive A	None	173.70	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (lead styphnate (lead trinitroresorcinate))	Class A explosive		Explosive A	None	173.74	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (nitro mannite)	Class A explosive		Explosive A	None	173.75	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (nitrosoguanidine)	Class A explosive		Explosive A	None	173.76	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (pentaerythrite tetranitrate)	Class A explosive		Explosive A	None	173.77	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosive (tetrazene (guanyl nitrosaminie guanyl tetrazene))	Class A explosive		Explosive A	None	173.78	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Initiating explosives (dry)	Forbidden									
	Ink	Combustible liquid	UN2667	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Ink	Flammable liquid	UN1210	Flammable liquid	173.118	173.144	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Inositol hexanitrate (dry)	Forbidden									
	Insecticide, dry, n.o.s.	Poison B	NA2588	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	

60-159 O—81——9

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/B/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Insecticide, liquefied gas (*containing no Poison A or B material*)	Nonflammable gas	NA1968	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,3	1,3	
	Insecticide, liquefied gas, containing Poison A material *or* Poison B material	Poison A	NA1967	Poison gas	None	173.329 173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Insecticide, liquid, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Insecticide, liquid, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Insecticide, liquid, n.o.s.	Poison B	NA2902	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
W	Insulation tape (*varnished cloth type*). *See* Oiled material										
	Inulin trinitrate (dry)	Forbidden									
	Iodine azide (dry)	Forbidden									
	Iodine monochloride	Corrosive material	UN1792	Corrosive	None	173.293	Forbidden	1 quart	1	5	Keep dry
	Iodine pentafluoride	Oxidizer	UN2495	Oxidizer and Poison	None	173.246	Forbidden	100 pounds	1	1	Keep dry
	Iodoxy compounds (dry)	Forbidden									
	Iridium nitratopentamine iridium nitrate	Forbidden									
E	Iron chloride, solid. *See* Ferric chloride, solid										
	Iron mass *or* sponge, *not properly oxidized*	Flammable solid	NA1383	Flammable solid	None	173.174	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Iron mass *or* sponge, spent	Flammable solid	UN1376	Flammable solid	None	173.174	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Iron oxide, spent. *See* Iron mass *or* sponge, spent										
E	Iron sesquichloride, solid. *See* Ferric chloride										
	Irritating agent, n.o.s.	Irritating material	NA1693	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	1	Stow away from living quarters
	Isobutane *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
E	Isobutyl acetate (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1213	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Isobutylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1214	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Isobutylene *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
E	Isobutyric acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2529	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	

Isobutyric anhydride	Corrosive material	UN2530	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.2	1.2			
Isononanoyl peroxide, *technically pure or* Isononanoyl peroxide, *in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Flammable liquid	UN2925	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1		
Isooctene	Flammable liquid	UN1216	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	1.3	4		
Isopentane	Flammable liquid	UN1265	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	1.3	4		
Isopentanoic acid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.3	1.3	1.2		
E Isoprene (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1218	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	1.3	4		
Isopropanol	Flammable liquid	UN1219	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1.3	1.3	1		
E Isopropanolamine dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9127	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	1.2		
Isopropyl acetate	Flammable liquid	UN1220	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1		
Isopropyl acid phosphate, solid	Corrosive material	UN1793	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	1.2		
Isopropyl alcohol. *See* Isopropanol												
Isopropylamine	Flammable liquid	UN1221	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	1.3	5		
Isopropyl mercaptan	Flammable liquid	UN2703	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1.3	1.3	5		
Isopropyl nitrate	Flammable liquid	UN1222	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2	1		
Isopropyl percarbonate, stabilized	Organic peroxide	NA9184	Organic peroxide	None	173.262	Forbidden	Forbidden	5	5	5		
Isopropyl percarbonate, unstabilized	Organic peroxide	NA2183	Organic peroxide	None	173.218	Forbidden	Forbidden	5	5	5		
Isopropyl peroxydicarbonate, *technically pure. See* Isopropyl percarbonate, unstabilized		UN9133										
Isopropyl peroxydicarbonate, *not more than 52% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2134										
Isopropyl phosphoric acid, solid. *See* Isopropyl acid phosphate, solid												
Isothiocyanic acid (polymerization hazard)	Forbidden											
Jet thrust igniter. *See* Igniter, jet thrust												
Jet thrust unit (*jato*)	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5	5		
Jet thrust unit (*jato*)	Class B explosive		Explosive B	None	173.92	Forbidden	550 pounds	1.3	5	5		
W *Jute. See* Fibers												
W *Kapok. See* Fibers												
E Kelthane (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	1.2		
E Kepone (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	1.2		
Kerosene	Combustible liquid	UN1223	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	1.2		
Lacquer. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, etc.												

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Lacquer base *or* Lacquer chips, plastic (*wet with alcohol or solvent*)	Flammable liquid	UN1263	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,2	1	
	Lacquer base, *or* Lacquer chips, dry	Flammable solid	NA2557	Flammable solid	173.153	173.175	25 pounds	100 pounds	1	1	
	Lacquer base, liquid. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, *etc.*										
	Lacquer removing, reducing, *or* thinning compound. *See* Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing *or* thinning liquid										
	Lauroyl peroxide	Organic peroxide	UN2124	Organic peroxide	173.153	173.167 173.156	2 pounds	25 pounds	1,2	1	
	Lauroyl peroxide, *not more than 42%, stable dispersion, in water. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2893								
	Lauroyl peroxide, *technically pure. See* Lauroyl peroxide.		UN2124								
E	Lead acetate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN1616	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Lead arsenate, solid (*RQ-5000/2270*)	Poison B	UN1617	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Lead arsenite, solid	Poison B	UN1618	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Lead azide. See Initiating explosive										
	Lead azide (dry)	Forbidden									
EA	Lead chloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2291	None	173.505	173.300	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Lead cyanide	Poison B	UN1620	Poison	173.370		25 pounds	No limit	1,2	1,2	Stow away from acids
W	Lead dross (*containing 3% or more free acid*)	ORM-C	NA1794	None	173.505	173.1010			1,2	1,2	Segregation same as for corrosive materials
EA	Lead fluoborate (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2291	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Lead fluoride (*RQ-1000/454*)	ORM-B	NA2811	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Lead iodide (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2811	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Lead mononitroresorcinate. See Initiating explosive										
	Lead mononitroresorcinate (dry)	Forbidden									
E	Lead nitrate (*RQ-5000/2270*)	Oxidizer	UN1469	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs
	Lead peroxide	Oxidizer	UN1872	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from foodstuffs
	Lead picrate (dry)	Forbidden									
W	Lead scrap. *See* Lead dross										
E	Lead stearate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2811	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Lead styphnate (dry)	Forbidden									
	Lead styphnate (lead trinitroresorcinate). See Initiating explosive										
E	Lead Sulfate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2291	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Lead sulfate, solid (*containing more than 3% free acid*) (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1794	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	

E	Lead sulfide (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2291	None	None	173.510	No limit	No limit	1.3	1.3		
E	Lead thiocyanate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA2291	None	None	173.510	No limit	No limit	1.3	1.3		
	Leather bleach *or* dressing	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118a	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	1		
	Leather bleach *or* dressing	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.3	1.3		
	Life raft, inflatable	ORM-C		None	None	173.906	1 per inaccessible cargo compartment	No limit	1.2	1.2		
	Lighter fluid	Flammable liquid	UN1228	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Lime-nitrogen. See Calcium cyanamide, not hydrated											
	Lime, unslaked. *See* Calcium oxide											
EA	Lindane (*RQ-1/.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
+	Liquefied hydrocarbon gas. *See* Hydrocarbon gas, liquefied											
	Liquefied nonflammable gas (*charged with nitrogen, carbon dioxide, or air*)	Nonflammable gas	NA1058	Nonflammable gas	173.306	173.304	300 pounds	300 pounds	1.2	1.2		
+	Liquefied petroleum gas	Flammable gas	UN1075	Flammable gas	173.306	178.304 173.314 173.315	Forbidden	200 pounds	1.2	1		
	Liquid other than one classed as flammable, corrosive, poison or irritant, charged with nitrogen, carbon dioxide, or air. See Compressed gas n.o.s.											
	Lithium acetylide-ethylene diamine complex	Flammable solid	NA2813	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	
	Lithium aluminum hydride	Flammable solid	UN1410	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	
	Lithium aluminum hydride, ethereal	Flammable liquid	UN1411	Flammable liquid	None	173.187	Forbidden	1 quart	1	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Lithium amide, powdered	Flammable solid	UN1412	Flammable solid	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1.2	4	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Lithium battery. See 173.206(f).											
	Lithium borohydride	Flammable solid	UN1413	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Lithium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9189	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Lithium ferrosilicon	Flammable solid	UN9830	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Lithium hydride	Flammable solid	UN1414	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Lithium hydride in fused solid form	Flammable solid	UN2805	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	100 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium hypochlorite compound, dry (*containing more than 39% available chlorine*)	Oxidizer	UN1471	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Lithium metal	Flammable solid	UN1415	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium metal, in cartridges	Flammable solid	UN1415	Flammable solid and Dangerous when wet	173.206	173.206	1 pound	25 pounds	1,2	4	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium nitride	Flammable solid	UN2806	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Lithium peroxide	Oxidizer	UN1472	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
	Lithium silicon	Flammable solid	UN1417	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	London purple, solid	Poison B	UN1621	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Low blasting explosive. See Low explosive										
	Low explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.80	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Lye. See Sodium hydroxide, solid										
	Magnesium aluminum phosphide	Flammable solid	UN1419	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
+	Magnesium arsenate, solid	Poison B	UN1622	Poison	173.364	173.367	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Magnesium dross, wet or hot. See 173.173	Forbidden									
	Magnesium, metal (*powdered, pellets, turnings, or ribbons*)	Flammable solid	UN1869	Flammable solid and Dangerous when wet	173.153	173.220	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Magnesium nitrate	Oxidizer	UN1474	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Magnesium perchlorate	Oxidizer	UN1475	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals

	Magnesium peroxide, solid Magnesium scrap (*borings, clippings, shavings, sheet, turnings, or scalpings*)	Oxidizer Flammable solid	UN1476 NA1908	Oxidizer Flammable solid and Dangerous when wet	173.153 173.153	173.154 173.220	25 pounds Forbidden	100 pounds Forbidden	1.2 1.2	1.2 1.2	Keep dry Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
A	Magnetized material	ORM-C	UN2807	Magnetized material	None	173.1020	No limit	No limit			
BA	Malathion (*RQ-10/4.54*)	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2	Keep tightly closed. Stow away from foodstuffs
EA	Maleic acid (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	NA2215	None	173.506	173.510	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
RAW	Maleic anhydride (*RQ-5000/2270*)	ORM-A	UN2215	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Manzites, block. See Matches, strike anywhere	Forbidden									
	Matches, safety, *book, card, or strike-on-box*	Flammable solid	UN1944	Flammable solid	173.176	173.176	50 pounds	50 pounds	1.2	1	
	Matches, strike anywhere	Flammable solid	UN1331	Flammable solid	None	173.176	Forbidden	Forbidden	1.2	1	
S	Matting acid. *See* Sulfuric acid										
	Medicines, n.o.s.	Combustible liquid	UN1851	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2	
	Medicines, n.o.s.	Flammable liquid	UN1851	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1	
	Medicines, n.o.s.	Flammable solid	UN1851	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	
	Medicines, n.o.s. Medicines, liquid, n.o.s.	Oxidizer Corrosive material	UN1851 UN1851	Oxidizer Corrosive	173.153 173.244	173.154 173.245	25 pounds 1 quart	100 pounds 1 quart	1.2 1.2	1.2 1.2	
	Medicines, liquid, n.o.s. Medicines, solid, n.o.s.	Poison B Corrosive material	UN1851 UN1851	Poison Corrosive	173.345 173.244	173.346 173.245b	1 quart 25 pounds	55 gallons 100 pounds	1.3 1.2	1 1.2	Keep dry
	Medicines, solid, n.o.s. Mesitetrahydro phthalic anhydride	Poison B Corrosive material	UN1851 NA1760	Poison Corrosive	173.364 None	173.365 173.298	50 pounds Forbidden	200 pounds 1 quart	1.3 1.2	1.3 1	
	p-Menthane hydroperoxide, *technically pure. See* Paramenthane hydroperoxide		UN2195								
	Mercaptan mixture, aliphatic	Flammable liquid	NA1228	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1.3	5	
AW	Mercaptan mixture, aliphatic (*in containers over 110 gallons*)	Combustible liquid	NA1228	None	173.118a	None	Forbidden	10 gallons	1.2	1.2	
AW	Mercaptan mixture, aliphatic (*in containers of 110 gallons or less*). *See 173.141(b)*	ORM-A	NA1228	None	173.505	173.510	Forbidden	10 gallons	1.3	6	Stow in well ventilated space away from living quarters
E	Mercuptodimethur (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2757	None	173.510	173.510	No limit	No limit	1.2	1.3	
+	Mercuric acetate	Poison B	UN1629	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
+	Mercuric ammonium chloride, solid	Poison B	UN1630	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
+	Mercuric benzoate, solid	Poison B	UN1631	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
+	Mercuric bromide, solid	Poison B	UN1634	Poison	173.364	173.365	Forbidden	25 pounds	1.2	1.2	
	Mercuric chloride, solid	Poison B	UN1624	Poison	173.364	173.372	Forbidden	25 pounds	1.2	1.2	
+K	Mercuric cyanide, solid (*RQ-1/.454*)	Poison B	UN1636	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
	Mercuric iodide, solid	Poison B	UN1638	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	Stow away from acids
	Mercuric iodide, solution	Poison B	UN1639	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1.2	1.2	
B	Mercuric nitrate (*RQ-10/4.54*)	Oxidizer	UN1625	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	
+	Mercuric oleate, solid	Poison B	UN1640	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	If stowed under deck, must be stowed in a recoverable location.
	Mercuric oxide, solid	Poison B	UN1641	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	
+	Mercuric oxycyanide, solid (desensitized)	Poison B	UN1642	Poison	173.364	173.365	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	Stow away from acids
+	Mercuric potassium cyanide, solid	Poison B	UN1628	Poison	173.364	173.365	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	Stow away from acids
+	Mercuric potassium iodide, solid	Poison B	UN1643	Poison	173.364	173.370 173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2	

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) (c) Other requirements
+	Mercuric salicylate solid	Poison B	UN1644	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercuric subsulfate, solid	Poison B	NA2025	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+E	Mercuric sulfate, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1645	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+E	Mercuric sulfocyanate, solid *or* Mercuric thiocyanate, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1646	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurol *or* Mercury nucleate, solid	Poison B	UN1639	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous acetate, solid	Poison B	UN1629	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercurous azide	Forbidden									
+	Mercurous bromide, solid	Poison B	UN1634	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous gluconate, solid	Poison B	UN1637	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous iodide, solid	Poison B	UN1638	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Mercurous nitrate, solid (*RQ-10/4.54*)	Oxidizer	UN1627	Oxidizer	173.153	173.154	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous oxide, black, solid	Poison B	UN1641	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Mercurous sulfate, solid	Poison B	UN1628	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercury acetylide	Forbidden									
	Mercury based pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2778	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Mercury based pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2777	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Mercury based pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2777	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercury compound, solid, n.o.s.	Poison B	UN2025	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Mercury fulminate. See Initiating explosive										
	Mercury iodide aquabasic ammonobasic (Iodide of Million's base)	Forbidden									
A	Mercury, metallic	ORM-B	NA2809	None	None	173.860	173.860	See 173.860			
	Mercury nitride	Forbidden									
	Mercury oxycyanide	Forbidden									
	Mesityl oxide	Flammable liquid	UN1229	Flammable liquid	None	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Metal alkyl, solution, n.o.s.	Flammable liquid	NA9195	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	1 gallon	1,2	1	
W	Metal borings, shavings, turnings, *or* cuttings (*ferrous metals only, except stainless steel*)	ORM-C	UN2793	None	173.505	173.1025			1,2	1,2	Keep dry, not permitted if temperature of material is at or above 130 deg F
	Metal salts of methyl nitramine (dry)	Forbidden									
+	Methane	Flammable gas	UN1971	Flammable gas	173.306	173.302	Forbidden	300 pounds	1,2	4	
	Methanol. *See* Methyl alcohol										
	Methazoic acid	Forbidden									
E	Methoxychlor (*RQ-1/0.454*)	ORM-E	NA2761	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

	Methyl acetate	Flammable liquid	UN1231	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Methyl acetone	Flammable liquid	UN1233	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
+	Methylacetylene-propadiene, stabilized	Flammable gas	UN1060	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	1		
	Methyl acrylate, inhibited	Flammable liquid	UN1919	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Methylal	Flammable liquid	UN1234	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.3	5		
	Methyl alcohol	Flammable liquid	UN1230	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
+E	Methylamine, anhydrous (*RQ-1000/454*)	Flammable gas	UN1061	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1	4		
E	Methylamine, aqueous solution (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid Forbidden	UN1235	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3	4	Stow away from mercury and its compounds	
	Methylamine dinitramine and dry salts thereof	Forbidden										
	Methylamine nitrate	Forbidden										
	Methylamine perchlorate (dry)	Flammable liquid										
	Methylamyl acetate		UN1233	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
	Methyl amyl ketone	Combustible liquid	UN1110	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2		
+	Methyl bromide and more than 2% chloropicrin mixture, liquid	Poison B	NA1581	Poison	None	173.353	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat	
+	Methyl bromide and nonflammable, nonliquefied compressed gas mixture, liquid (*including up to 2% chloropicrin*)	Poison B	NA1955	Poison	None	173.355a	Forbidden	300 pounds	1	5	Stow away from living quarters	
+E	Methyl bromide - ethylene dibromide mixture, liquid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1647	Poison	None	173.353	Forbidden	55 gallons	1	1		
+	Methyl bromide, liquid (*including up to 2% chloropicrin*)	Poison B	UN1062	Poison	None	173.353	Forbidden	55 gallons	1	5	Stow away from living quarters. Segregation same as for nonflammable gas.	
	Methyl butene	Flammable liquid	UN2460	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1.2	5		
	Methyl butyrate	Flammable liquid	UN1237	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Methyl cellosolve. See Ethylene glycol monomethyl ether											
	Methyl cellosolve acetate. See Ethylene glycol monomethyl ether acetate											
+	Methyl chloride	Flammable gas	UN1063	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	4		
+	Methyl chloride-methylene chloride mixture	Flammable gas	UN1912	Flammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1.2	4		
	Methyl chloroformate. See Methyl chloroformate											
A	Methyl chloroform. See 1,1,1-Trichloroethane											
	Methyl chloroformate	Flammable liquid	UN1238	Flammable liquid and Poison	None	173.298	Forbidden	5 pints	1.2	1		
	Methylchloromethyl ether, anhydrous	Flammable liquid	UN1239	Flammable liquid and Poison	None	173.143	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat	

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Methylcyclohexane	Flammable liquid	UN2296	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Methylcyclopentane	Flammable liquid	UN2298	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Methyl dichloroacetate	Corrosive material	UN2299	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
	Methyldichloroarsine	Poison A	NA1556	Poison gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Methyl dichlorosilane	Flammable liquid	UN1242	Flammable liquid	None	173.136	Forbidden	5 pints	1,2	1	
	Methylene chloride. *See* Dichloromethane										
	Methylene glycol dinitrate	Forbidden									
	Methyl ethyl ether. *See* Ethyl methyl ether										
	Methyl ethyl ketone	Flammable liquid	UN1193	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Methyl ethyl ketone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Organic peroxide, liquid, *or* solution, n.o.s.		UN2550								
	Methyl ethyl ketone peroxide, in solution with more than 9% by weight active oxygen	Forbidden									
	Methyl ethyl pyridine	Corrosive material	UN2300	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Methyl formate	Flammable liquid	UN1243	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	4	
	Methylfuran	Flammable liquid	UN2301	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	a-Methylglucoside tetranitrate	Forbidden									
	a-Methylglycerol trinitrate	Forbidden									
	Methylhydrazine	Flammable liquid	UN1244	Flammable liquid and Poison	None	173.145	Forbidden	5 pints	1,2	1	Stow separate from oxidizing materials and corrosives
	Methyl isobutyl ketone peroxide, *in solution with not more than 9% by weight active oxygen. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2126								
	Methyl isobutyl ketone peroxide, in solution with more than 9% by weight active oxygen	Forbidden									
	Methyl isopropenyl ketone, inhibited	Flammable liquid	UN1246	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Methyl magnesium bromide in ethyl ether *not over 40% concentration*	Flammable liquid	UN1928	Flammable liquid	None	173.149	Forbidden	Forbidden	1	1	Segregation same as for flammable solids. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides

+ E	Methyl mercaptan (*RQ-100/45.4*)	Flammable gas	UN1064	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	1
E	Methyl methacrylate monomer, inhibited (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1247	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
E	Methyl methacrylate monomer, uninhibited (*high-purity (acceptable under 173.21 of this subchapter) (RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	NA1247	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	Forbidden	1.2	1
	Methyl nitrate	Forbidden								
	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine (*not exceeding 25 grams in one outside packaging*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.179	Forbidden	Forbidden	4	6
	Methyl norbornene dicarboxylic anhydride. *See* Mensterrahydro phthalic anhydride									
E	Methyl parathion, liquid (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1.3	1.3
E	Methyl parathion mixture, dry (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2
E	Methyl parathion mixture, liquid, (containing 25% or less methyl parathion) (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	1/2 pint	1 quart	1.2	1.2
E	Methyl parathion mixture, liquid, (*containing over 25% methyl parathion*) (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1.2	1.2
	Methylpentadiene	Flammable liquid	UN2461	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
	Methyl pentane	Flammable liquid	UN2462	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
	Methyl phosphonothioic dichloride, anhydrous	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4
	Methyl phosphonous dichloride	Corrosive material	NA2845	Corrosive	173.244	173.245 173.245a	1 quart	1 quart	1	4
	Methyl picric acid (heavy metal salts of)	Forbidden								
	Methyl propionate	Flammable liquid	UN1248	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
	Methyl propyl ketone	Flammable liquid	UN1249	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1
	Methyl sulfate. *See* Dimethyl sulfate									
	Methyl sulfide. *See* Dimethyl sulfide									
	Methyltrichlorosilane	Flammable liquid	UN1250	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	10 gallons	1.2	1
	Methyl trimethylol methane trinitrate	Forbidden								
	Methyl vinyl ketone, inhibited	Flammable liquid	UN1251	Flammable liquid	173.147	173.147	4 ounces	10 gallons	1.2	1
E	Mevinphos (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1.2	5
E	Mevinphos mixture, dry (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.377	173.377	Forbidden	200 pounds	1.2	4
E	Mevinphos mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.359	173.359	1 pint	1 quart	1.2	5
E	Mexacarbate (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA2757	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2
	Mild detonating fuse, metal clad. See Fuse, mild detonating, metal clad									
	Mine, empty. See 173.55									
	Mine, explosive, with gaseous material. See Explosive mine									
	Mine rescue equipment containing carbon dioxide	Nonflammable gas	NA1956	Nonflammable gas	173.306		150 pounds	300 pounds	1.2	1.2
	Mining reagent, liquid (*containing 20% or more cresylic acid*)	Corrosive material	NA2022	Corrosive	173.244	173.248a	1 quart	10 gallons	1.2	1.2
A	Mipafox		UN2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit		
E	Mixed acid. *See* Nitrating acid	GHM-A								

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification numbers	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
A	Molybdenum pentachloride	ORM-B	UN2508	None	173.505	173.600	25 pounds	100 pounds			
	Monobromotrifluoromethane	Nonflammable gas	UN1009	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochloroacetone, stabilized *or* inhibited	Irritating material	UN1695	Irritant	None	173.384	Forbidden	5 gallons	1	1	Stow away from living quarters
	Monochloroacetone (unstabilized)	Forbidden									
	Monochlorodifluoromethane	Nonflammable gas	UN1018	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochloroethylene. *See* Vinyl chloride										
	Monochloropentafluoroethane	Nonflammable gas	UN1020	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochlorotetrafluoroethane	Nonflammable gas	UN1021	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monochlorotrifluoromethane	Nonflammable gas	UN1022	Nonflammable gas	173.306	173.304	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	Monoethanolamine	Corrosive material	UN2491	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Monoethylamine (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1036	Flammable liquid	None	173.148	Forbidden	5 pints	1,2	5	Segregation same as for flammable gas
	Monofluorophosphoric acid, anhydrous	Corrosive material	UN1776	Corrosive	None	173.275	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	Keep dry
	Morpholine	Flammable liquid	UN2054	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Morpholine, aqueous, mixture	Flammable liquid	NA2054	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Morpholine, aqueous, mixture	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1	4	
	Mortar stain, liquid	Combustible liquid	UN1263	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Mortar stain, liquid	Flammable liquid	UN1263	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Moth balls. See Naphthalene										
	Motion picture film. See Film										
E	Motor fuel antiknock compound *or* Antiknock compound *(these materials may contain various hazardous substances for which the appropriate RQ applies)*	Poison B	UN1649	Poison	None	173.354	Forbidden	55 gallons	1	5	If flashpoint less than 141 deg F. segregation same as for flammable liquids
	Motor fuel, n.o.s.	Combustible liquid	NA1203	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Motor fuel, n.o.s.	Flammable liquid	NA1203	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

	Motor, internal combustion	ORM-E		None		173.120 173.190 173.260 173.267 173.306 176.305 176.905					1.2	1.2		
	Motor vehicle, etc., including automobile, motorcycle, truck, tractor, and other self-propelled vehicle or equipment powered by internal combustion engine, when offered new or used for transportation and which contain fuel in the engine or fuel tank or the electric storage battery is connected to either terminal of the electrical system	Combustible liquid	NA2763 UN2553	None None	None 173.118a	173.510 None	No limit No limit	No limit No limit	1.2 1.2		1.2 1.2			
	Muriatic acid. See Hydrochloric acid	Flammable liquid	UN2553	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2		1			
	Naled (RQ-10/4.54)	Combustible liquid	NA1228	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2		1.2			
	Naphtha	Flammable liquid	NA1268	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2		1			
EAW	Naphthalene or Naphthalin (RQ-5000/2270)	ORM-A	UN1334	None	173.505	173.655	25 pounds	300 pounds	1.2		1.2		Segregation same as for flammable solids	
	Naphtha petroleum. See Petroleum naphtha	Forbidden												
	Naphtha, solvent	Combustible liquid	UN1256	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2		1.2			
	Naphtha, solvent	Flammable liquid	UN1256	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2		1			
E	Naphthenic acid (RQ-100/45.4)	ORM-E	NA9132	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2		1.2			
	Naphthyl aminoperchlorate	Forbidden												
	Natural gasoline. See Gasoline													
	Neohexane	Flammable liquid	UN1208	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.3		4			
	Neon	Nonflammable gas	UN1065	Nonflammable gas	173.306	173.302	150 pounds	300 pounds	1.2		1.2			
	New explosive or explosive device. See 173.51 and 173.86													
E	Nickel ammonium sulfate (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9139	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2		1.2		Not permitted on a vessel carrying explosives. Shade from radiant heat. Segregation same as for flammable liquids 1a.*	
	Nickel carbonyl	Flammable liquid	UN1259	Flammable liquid and Poison	None	173.198	Forbidden	Forbidden			5			
	Nickel catalyst, wet, finely divided, activated, or spent. With not less than 40% water or other suitable liquid	Flammable solid	UN1378	Flammable solid	None	173.203	Forbidden	100 pounds	1.2		1		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
E	Nickel chloride (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9130	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2		1.2			
+ E	Nickel cyanide, solid	Poison B	UN1653	Poison	173.379		25 pounds	200 pounds	1.2		1.2			
E	Nickel hydroxide (RQ-1000/454)	ORM-E	NA1439	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2		1.2			
E	Nickel nitrate (RQ-5000/2270)	Oxidizer	UN2725	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1.3		1.3		Stow away from acids	
	Nickel picrate	Forbidden												
E	Nickel sulfate (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9141	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2		1.2			
	Nicotine hydrochloride	Poison B	UN1656	Poison	173.345	173.345	1 quart	55 gallons	1.2		1.2			
	Nicotine, liquid	Poison B	UN1654	Poison	None	173.345	Forbidden	55 gallons	1.2		1.2			
	Nicotine salicylate	Poison B	UN1657	Poison	173.384	173.385	50 pounds	200 pounds	1.2		1.2			
+	Nicotine sulfate, liquid	Poison B	UN1658	Poison	173.345	173.345	1 quart	55 gallons	1.2		1.2			
+	Nicotine sulfate, solid	Poison B	UN1658	Poison	173.345	173.345	1 quart	55 gallons	1.2		1.2			
	Nicotine tartrate	Poison B	UN1659	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2		1.2			
	Nitrated paper (unstable)	Forbidden	UN1661	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1.2		1.2			
	Nitrate, n.o.s.	Oxidizer	NA1477	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1.2		1.2			
	Nitrate of ammonia explosives. See High explosive													

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Nitrates of diazonium compounds	Forbidden									
E	Nitrating acid (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	NA1796	Oxidizer	None	173.207	Forbidden	1 quart	1	5	Segregation same as for corrosive materials
E	Nitrating acid, spent (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1826	Corrosive	None	173.248	Forbidden	1 quart	1	5	
E	Nitric acid (*over 40%*) (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN2031	Oxidizer and Corrosive	None	173.268	Forbidden	5 pints	1	5	Segregation same as for corrosive materials. Stow away from hydrazine, separate from diethylenetriamine
E	Nitric acid, 40% or less (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	None	173.268	Forbidden	5 pints	1	5	Stow away from hydrazine, separate from diethylenetriamine
E	Nitric acid, fuming (*RQ-1000/454*)	Oxidizer	UN2032	Oxidizer and Poison	None	173.268	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for corrosive materials. Stow away from hydrazine, separate from diethylenetriamine
	Nitric ether. See Ethyl nitrate										
	Nitric oxide	Poison A	UN1660	Poison gas	None	173.337	Forbidden	Forbidden	1	5	
	2-Nitro-2-methylpropanol nitrate	Forbidden									
	6-Nitro-4-diazotoluene-3-sulfonic acid (dry)	Forbidden									
	p-Nitroaniline. *See* Nitroaniline										
	N-Nitroaniline	Forbidden									
+	Nitroaniline	Poison B	UN1661	Poison	173.384	173.373	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	m-Nitrobenzene diazonium perchlorate	Forbidden									
E	Nitrobenzene, liquid *or* Nitrobenzol, liquid (*oil of mirbane*) (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1662	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Nitro carbonitrate. See Blasting agent, n.o.s.										
	Nitrocellulose, colloided, granular *or* flake, wet with not less than 20% alcohol *or* solvent, *or* block, wet with not less than 25% alcohol	Flammable liquid	NA2059	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,3	1	
	Nitrocellulose, colloided, granular *or* flake, wet with not less than 20% water	Flammable solid	NA2555	Flammable solid	173.153	173.184	25 pounds	100 pounds	1,3	1	
	Nitrocellulose, dry. See High explosive										
	Nitrocellulose, wet with not less than 30% alcohol *or* solvent	Flammable liquid	NA2556	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,3	1	
	Nitrocellulose, wet with not less than 20% water	Flammable solid	NA2555	Flammable solid	173.153	173.184	25 pounds	100 pounds	1,3	1	
+	Nitrochlorobenzene, meta *or* para, solid	Poison B	UN1578	Poison	173.384	173.374	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
+	Nitrochlorobenzene, ortho, liquid	Poison B	UN1578	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Nitroethylene polymer	Forbidden									
	Nitroethyl nitrate	Forbidden									
	Nitrogen	Nonflammable gas	UN1066	Nonflammable gas	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	

E	Nitrogen dioxide, liquid (*RQ-1000/454*)	Poison A	UN1067	Poison gas and Oxidizer	None	173.336	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for nonflammable gases. Stow away from organic materials
	Nitrogen fertilizer solution	Nonflammable gas	NA1043	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,3	1,3	
	Nitrogen peroxide, liquid	Poison A	NA1067	Poison gas and Oxidizer	None	173.336	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for nonflammable gas. Stow away from organic materials
	Nitrogen, pressurized liquid	Nonflammable gas	UN1977	Nonflammable gas	None	173.304	Forbidden	300 pounds	1,3	1,3	
	Nitrogen tetroxide, liquid	Poison A	NA1067	Poison gas and Oxidizer	None	173.336	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for nonflammable gases. Stow away from organic materials
	Nitrogen trichloride Nitrogen trifluoride	Forbidden Nonflammable gas	UN2451	Nonflammable gas	None	173.302	Forbidden	300 pounds	1	5	Stow away from living quarters and organic materials
	Nitrogen triiodide *Nitrogen triiodide monoamine* *Nitroglycerin, liquid, desensitized. See* High explosive, liquid *Nitroglycerin, liquids, not desensitized. See 173.51*	Forbidden Forbidden									
	Nitroglycerin, spirits of. See Spirits of nitroglycerin *Nitroguanidine, dry. See* High explosive *Nitroguanidine nitrate*	Forbidden									
E	Nitroguanidine, wet with not less than 20% water *1-Nitro hydantoin*	Flammable solid	UN1336	Flammable solid	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,2	4	
E	Nitrohydrochloric acid (*RQ-1000/454*)	Forbidden Corrosive material	UN1798	Corrosive	None	173.278	Forbidden	5 pints	1	5	
E	Nitrohydrochloric acid, diluted (*RQ-1000/454*)	Forbidden	UN1798	Corrosive	None	173.278	Forbidden	5 pints	1	5	
	Nitro isobutane triol trinitrate *Nitromannite. See* High explosive *Nitromannie (dry)* Nitromethane	Forbidden Flammable liquid	UN1261	Flammable liquid	173.118	173.148a	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
E	Nitromuriatic acid. *See* Nitrohydrochloric acid *N-Nitro-N-methylcetamide nitrate*										
E	Nitrophenol (*RQ-1000/454*) Nitrophenol pesticide substituted, liquid or solid, n.o.s. (*compounds and preparations*). *See* Substituted nitrophenol pesticide, liquid *or* solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Forbidden ORM-E	UN1663	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	m-Nitrophenyldinitro methane Nitrosoguanidine. *See* Initiating explosive										
	Nitrostarch, dry. *See* High explosive Nitrostarch, wet with not less than 30% alcohol *or* solvent	Flammable liquid	UN1337	Flammable liquid	173.118	173.127	1 quart	25 pounds	1,2	1	
	Nitrostarch, wet with not less than 20% water	Flammable solid	UN1337	Flammable solid	173.153	173.184	25 pounds	100 pounds	1	4	
	Nitrosugars (dry) Nitrosyl chloride	Forbidden Nonflammable gas	UN1069	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	300 pounds	1	4	
E	Nitrotoluene (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN1664	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Nitrourea. See High explosive										
	Nitrous oxide	Nonflammable gas	UN1070	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.315	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Under deck stowage must be in well-ventilated space
+	Nitroxylol	Poison B	NA1665	Poison	173.345	173.348	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Nonflammable gas, n.o.s. *See* Compressed gas, n.o.s.										
+	Nonliquefied hydrocarbon gas. *See* Hydrocarbon gas, nonliquefied										
	Nonyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1799	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
E	Nordhausen acid. *See* Sulfuric acid										
W	Oakum	ORM-C		None	173.505	173.1030			1,2	1,2	
	Octadecyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1800	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	1,7-Octadiene-3,5-diyne-1,8-dimethoxy-9-octadecynoic acid	Forbidden									
	Octane	Flammable liquid	UN1262	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	n-Octanoyl peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2129								
	Octyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1801	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Oil, *described as oil,* Oil, n.o.s., Petroleum oil, *or* Petroleum oil, n.o.s.	Combustible liquid	NA1270	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Oil, *described as oil,* Oil, n.o.s., Petroleum oil, *or* Petroleum oil, n.o.s.	Flammable liquid	NA1270	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Oiled clothing (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material										
AW	Oiled material (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*)	ORM-C	NA9053	None	173.505	173.1035	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Oiled paper (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material										
	Oil of mirbane. See Nitrobenzene, liquid										
	Oil of vitriol. See Sulfuric acid										
	Oil well cartridge	Class C explosive		Class C explosive	None	173.112	50 pounds	150 pounds	1,2	1,2	
E	Oleum (*fuming sulfuric acid*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1831	Corrosive	None	173.272	Forbidden	5 pints	1,2	1	Under deck stowage must be in metal drums only. Keep dry.

Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid and Organic peroxide	None	173.119	Forbidden	1 quart	1,2	5	Stow separate from combustible materials, explosives, or acids
Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.	Organic peroxide	NA9183	Organic peroxide	173.153	173.221	Forbidden	1 quart	1,2	1,2	Stow separate from combustible materials, explosives, or acids.
Organic peroxide, mixture. *See* Organic peroxide, solid, n.o.s. *or* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s., *as appropriate.*		UN2756								
Organic peroxide, sample, n.o.s. *See* Organic peroxide, solid, n.o.s. *or* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s., *as appropriate.*		UN9255								
Organic peroxide, solid, n.o.s.	Organic peroxide	NA9187	Organic peroxide	173.153	173.154	Forbidden	25 pounds	1,2	1,2	Stow separate from combustible materials, explosives, or acids.
Organic peroxide, trial quantity, n.o.s. *See* Organic peroxide, solid, n.o.s. *or* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s., *as appropriate.*		UN2889								
Organic phosphate mixture, Organic phosphate compound mixture, *or* Organic phosphorus compound mixture; liquid	Poison B	NA2783	Poison	173.359	173.359	173 pint	1 quart	1,2	5	
Organic phosphate mixture, Organic phosphate compound mixture, *or* Organic phosphorus compound mixture; solid *or* dry	Poison B	NA2783	Poison	173.377	173.377	50 pounds	200 pounds	1,2	4	
Organic phosphate, Organic phosphate compound, *or* Organic phosphorus compound; mixed with compressed gas	Poison A	NA1955	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
Organic phosphate, Organic phosphate compound, *or* Organic phosphorus compound; liquid	Poison B	NA2783	Poison	None	173.356	Forbidden	1 quart	1,2	5	
Organic phosphate, Organic phosphate compound, *or* Organic phosphorus compound; solid *or* dry	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1,2	4	
Organochlorine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2762	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
Organochlorine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2761	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
Organochlorine pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2761	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
Organophosphorus pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2784	Flammable liquid	None	173.118	Forbidden	1 quart	1,2	6	
Organophosphorus pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2783	Poison	173.359	173.359	Forbidden	1 quart	1,2	5	
Organophosphorus pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2783	Poison	173.377	173.377	Forbidden	200 pounds	1,2	4	
Organotin pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2787	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
Organotin pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2788	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
Organotin pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison	UN2788	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
ORM-A, n.o.s.	ORM-A	NA1693	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
ORM-B, n.o.s.	ORM-B	NA1760	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
ORM-C. See 173.500 and 176.900										
Orthonitroaniline. *See* Nitroaniline										

60-159 O—81——10

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Oxidizer, corrosive, liquid, n.o.s.	Oxidizer	NA9193	Oxidizer and Corrosive	None	173.245	Forbidden	1 quart	1	5	
	Oxidizer, corrosive, solid, n.o.s.	Oxidizer	NA9194	Oxidizer and Corrosive	173.153	173.154	25 pounds	25 pounds	1	4	
	Oxidizer material packed with other articles. See 173.152										
	Oxidizer, n.o.s. *or* Oxidizing material, n.o.s.	Oxidizer	UN1479	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	25 pounds	1,2	1,2	
	Oxidizer, poisonous, liquid, n.o.s.	Oxidizer	NA9189	Oxidizer and Poison	None	173.154	Forbidden	1 quart	1	5	
	Oxidizer, poisonous, solid, n.o.s.	Oxidizer	NA9200	Oxidizer and Poison	173.153	173.154	25 pounds	25 pounds	1,2	4	
	Oxygen	Nonflammable gas	UN1072	Oxidizer	173.306	173.302 173.314	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Under deck stowage must be in well ventilated space
	Oxygen, pressurized liquid	Nonflammable gas	UN1073	Oxidizer	None	173.304	Forbidden	Forbidden	1,3	1,3	Stow separate from acetylene. Do not overstow with other cargo
	Paint drier, liquid	Combustible liquid	UN1168	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Paint drier, liquid	Flammable liquid	UN1168	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, *or* Varnish; Aluminum, Bronze, Gold, Wood filler, liquid *or* Lacquer base, liquid	Combustible liquid	UN1263	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,3	
	Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, *or* Varnish; Aluminum, Bronze, Gold, Wood filler, liquid *or* Lacquer base, liquid	Flammable liquid	UN1263	Flammable liquid	173.118	173.128	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Paint, reducing or thinning compound. See Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing *or* thinning, liquid										
	Paper caps. See Toy caps										
W	Paper scrap (*when dry, clean, and free from oil*)	ORM-A		None	173.505	173.1075			1,2	1,2	
	Paper stock, wet	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.185	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Paper waste (*when dry, clean, and free from oil*). *See* Paper scrap										
	Paper waste, wet. *See* Waste Paper, wet										
EAW	Paraformaldehyde (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN2213	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Paraldehyde	Flammable liquid	UN1264	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

	Paramenthane hydroperoxide	Organic peroxide	UN2125	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4		
S	Paranitroaniline, solid. *See* Nitroanilines											
S	Parathion and compressed gas mixture (*RQ-1/.454*)	Poison A	NA1967	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1,3	5		
S	Parathion, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.339	Forbidden	1 quart	1,3	1,3		
S	Parathion mixture, dry (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	173.377	173.377	50 pounds	200 pounds	1,3	1,3		
S	Parathion mixture, liquid (*RQ-1/0.454*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.339	Forbidden	1 quart	1,3	1,3		
S	Paris green, solid. *See* Copper acetoarsenite, solid											
E	PCB. *See* Polychlorinated biphenyls											
	Peluroxyl peroxide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.		UN2180									
	Pentaborane	Flammable liquid	UN1380	Flammable liquid and Poison	None	173.188	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable solids. Segregate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
E	Pentachlorophenol (*RQ-10/4.54*)	ORM-B	NA2020	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Pentaerythrite tetranitrate, desensitized, wet. See High explosive											
	Pentaerythrite tetranitrate (dry)	Forbidden	UN1835	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	4		
	Pentane	Flammable liquid										
		Forbidden										
	Pentanitroaniline (dry)											
	Pentolite, dry. See High explosive											
	Peracetic acid solution, *not over 43% peracetic acid and not over 6% hydrogen peroxide*	Organic peroxide	NA2131	Organic peroxide	173.223	173.223	1 pint	5 pints	1	4	Shade from radiant heat	
	Perchlorate, n.o.s.	Oxidizer	NA1481	Oxidizer	173.158	173.154	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals	
	Perchloric acid, *exceeding 50% but not exceeding 72% strength*	Oxidizer	UN1873	Oxidizer	None	173.269	Forbidden	5 pints	1	5	Segregation same as for corrosive materials. Stow away from hydrazine.	
	Perchloric acid exceeding 72% strength	Forbidden										
	Perchloric acid, not over 50% acid	Oxidizer	UN1802	Oxidizer	173.244	173.269	Forbidden	5 pints	1	1	Segregation same as for corrosive materials. Stow away from hydrazine	
+	Perchloromethyl mercaptan	Poison B	UN1670	Poison	173.345	173.380	Forbidden	10 pounds	1	4		
	Percussion cap	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	100 pounds	1,3	1,3		
	Percussion fuze	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	100 pounds	1,3	1,3		
A	Perfluoro-2-butene	ORM-A	NA9422	None	173.306	173.306	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds, hydrogen peroxide, and acids	
E	Permanganate, n.o.s.	Oxidizer	NA1482	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
	Permanganate of potash. See Potassium permanganate											
	Peroxide, organic. See Organic Peroxide											
	Peroxyacetic acid, *not more than 43% and with not more than 6% hydrogen peroxide. See* Peracetic acid solution, *not over 43% peracetic acid and not over 6% hydrogen peroxide.*		UN2131									
	Peroxyacetic acid, more than 43% and with more than 6% hydrogen peroxide	Forbidden										
W	Pesticide, water reactive, *including but not limited to fungicides, and herbicides, etc., which contain manganese ethylenebisdithiocarbamate*	ORM-C	NA2210	None	173.505	173.1040		2	2	2	Keep dry	

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
W	Petroleum coke (*uncalcined*)	ORM-C		None	173.505	173.4045			1,2	1,2	Not permitted if temperature of material is at or above 130 deg F
	Petroleum crude. See Crude oil										
	Petroleum distillate	Combustible liquid	UN1268	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Petroleum distillate	Flammable liquid	UN1268	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Petroleum ether	Flammable liquid	UN1271	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,3	4	
	Petroleum gas, liquefied. *See* Liquefied petroleum gas										
	Petroleum naphtha	Combustible liquid	UN1255	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Petroleum naphtha	Flammable liquid	UN1255	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
A	Phencapton	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
+E	Phenol (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1671	Poison	173.364	173.368	50 pounds	250 pounds	1,2	1,2	
E	Phenol, liquid *or* solution (*liquid tar acid containing over 50% phenol*) (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA2821	Poison	173.345	173.349	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phenoxy pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2768	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Phenoxy pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2765	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phenoxy pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2765	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
A	Phenylenediamine, meta *or* para, solid	ORM-A	UN1673	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Phenyldichloroarsine	Poison B	NA1556	Poison	None	173.355	Forbidden	30 gallons	1	5	
	m-Phenylene diaminediperchlorate (dry)	Forbidden									
	Phenyltrichlorosilane	Corrosive material	UN1804	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Phenylurea pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2768	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Phenylurea pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2767	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phenylurea pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2767	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Phosgene (*diphosgene*) (*RQ-5000/2270*)	Poison A	UN1076	Poison gas	None	173.333	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases
	Phosphine	Poison A	UN2199	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	

E	Phosphoric acid (RQ-5000/2270)	Corrosive material	UN1805	Corrosive	172.344	172.345	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Phosphoric acid triethylenemine. See Tris-(1-aziridiyl) phosphine oxide										
	Phosphoric anhydride (phosphorus pentoxide)	Corrosive material	NA1807	Corrosive	None	172.188	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Glass bottles not permitted under deck
E	Phosphorus, amorphous, red (RQ-1/0.454)	Flammable solid	UN1338	Flammable solid	None	172.189	Forbidden	11 pounds	1,2	1,2	
	Phosphorus bromide. See Phosphorus tribromide										
E	Phosphorus chloride. See Phosphorus trichloride										
	Phosphorus heptasulfide	Flammable solid	UN1339	Flammable solid	None	172.225	Forbidden	10 pounds	1,2	1	Separate from oxidizing materials
	Phosphorus oxybromide	Corrosive material	UN1939	Corrosive	None	172.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Phosphorus oxychloride (RQ-5000/2270)	Corrosive material	UN1810	Corrosive	None	172.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Phosphorus pentachloride, solid	Corrosive material	UN1806	Corrosive	None	172.191	Forbidden	5 pounds	1	1	Keep dry
E	Phosphorus pentasulfide (RQ-1000/454)	Flammable solid	UN1340	Flammable solid and Dangerous when wet	None	172.225	Forbidden	11 pounds	1,2	1,2	Separate from oxidizing material
	Phosphorus sesquisulfide	Flammable solid	UN1341	Flammable solid and Dangerous when wet	None	172.225	Forbidden	11 pounds	1,2	1	Separate from oxidizing materials
	Phosphorus tribromide	Corrosive material	UN1808	Corrosive	None	172.270	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E	Phosphorus trichloride (RQ-5000/2270)	Corrosive material	UN1809	Corrosive	None	172.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Phosphorus trisulfide	Flammable solid	UN1343	Flammable solid	None	172.225	Forbidden	10 pounds	1,2	1	Separate from oxidizing materials
E	Phosphorus, white or yellow, dry (RQ-1/0.454)	Flammable solid	UN1381	Flammable solid and Poison	None	172.190	Forbidden	Forbidden	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
E	Phosphorus, white or yellow, in water (RQ-1/0.454)	Flammable solid	UN1381	Flammable solid and Poison	None	172.190	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Phosphorus (white or red) and a chlorate, mixtures of	Forbidden									
E	Phosphoryl chloride. See Phosphorus oxychloride										
	Photographic film. See Film										
	Photographic flash powder. See Fireworks, special or Low explosive										
	Phthalimide derivative pesticide, liquid, n.o.s. (compounds and preparations),	Flammable liquid	UN2774	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Phthalimide derivative pesticide, liquid, n.o.s. (components and preparations),	Poison B	UN2773	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Phthalimide derivative pesticide, solid, n.o.s. (compounds and preparations),	Poison B	UN2775	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Picrate, dry. See High explosive										
	Picrate of ammonia. See High explosive										
	Picric acid, dry. See High explosive										

(1) +/ E/ A/ W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Picric acid, wet, with not less than 10% water	Flammable solid	NA1344	Flammable solid	173.192	173.193	1 pound	25 pounds	1	5	Under deck stowage permitted on cargo vessels if wet with more than 30% water. Stow away from heavy metals and their compounds
	Picric acid, wet with not less than 10% water, over 25 pounds. See High explosive										
	Pinane hydroperoxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2162								
	Pinane hydroperoxide solution *not over 45% peroxide.*	Organic peroxide	UN2162	Organic peroxide	173.153	173.224	1 quart	1 quart	1,2	4	
	Pinene	Flammable liquid	UN2368	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Pine oil	Combustible liquid	UN1272	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pinwheels. *See* Fireworks, common										
	Pivaloyl chloride. *See* Trimethylacetyl chloride										
	Plastic solvent, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Plastic solvent, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Plutonium nitrate, solution	Radioactive material	NA9185	Radioactive (See 172.403)	173.393	173.396			1,2	1,2	
	Poisonous liquid *or* gas, flammable, n.o.s.	Poison A	NA1953	Poison gas and Flammable gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	Segregation same as for flammable gases
	Poisonous liquid *or* gas, n.o.s.	Poison A	NA1955	Poison gas	None	173.328	Forbidden	Forbidden	1	5	
	Poisonous liquid, n.o.s. *or* Poison B, liquid, n.o.s.	Poison B	UN2810	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1	
	Poisonous solid, corrosive, n.o.s.	Poison B	UN2928	Poison and Corrosive	173.364	173.365	25 pounds	100 pounds	1	4	
	Poisonous solid, n.o.s. *or* Poison B, solid, n.o.s.	Poison B	UN2811	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1	
	Polish, metal, stove, furniture *or* wood, liquid	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Polish, metal, stove, furniture *or* wood, liquid	Flammable liquid	NA1142	Flammable liquid	173.118	173.120	1 quart	55 gallons	1,2	1	

E	Polychlorinated biphenyls (*RQ-10/4.54*)	ORM-E	UN3315	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	If stowedunder deck, must be stowed in a recoverable location.
	Polymerizable material. See 173.21										
E	Potassium arsenate, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1677	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Potassium arsenite, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1678	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Potassium bifluoride solution. *See* Potassium hydrogen fluoride solution										
	Potassium bromate	Oxidizer	UN1484	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals.
	Potassium carbonyl	Forbidden									
	Potassium chlorate (*potash chlorate*)	Oxidizer	UN1485	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals.
E	Potassium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9142	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Potassium cyanide, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1680	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
E	Potassium cyanide solution (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1680	Poison	173.345	173.382	1 quart	55 gallons	1,2	1,3	Stow away from acids
	Potassium dichloro isocyanurate. See Potassium dichloro-s-triazinetrione										
	Potassium dichloro-s-triazinetrione, *dry (containing more than 39% available chlorine)*	Oxidizer	NA9465	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Potassium dichromate (*RQ-1000/454*)	ORM-A	NA1479	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
A	Potassium fluoride	ORM-B	UN1812	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Potassium fluoride solution	Corrosive material	UN1812	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
E	Potassium hydrate. *See* Potassium hydroxide										
	Potassium hydrogen fluoride solution	Corrosive material	NA1811	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
A	Potassium hydrogen sulfate, solid	ORM-B	UN2509	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds			
E	Potassium hydroxide, dry solid, flake, bead, *or* granular (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1813	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Do not stow with metals or alloys such as brass, copper, tin, zinc, aluminum, nickel, or lead
E	Potassium hydroxide, liquid *or* solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1814	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Potassium hypochlorite solution. *See* Hypochlorite solutions containing more than 7% available chlorine by weight										
A	Potassium metabisulfite	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Potassium, metal *or* metallic	Flammable solid	DN2257	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for Flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Potassium, metal liquid alloy	Flammable solid	UN1420	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.202	Forbidden	1 pound	1,2	5	Segregation same as for Flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Potassium nitrate	Oxidizer	UN1486	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Potassium nitrate mixed (*fused*) with sodium nitrite. *See* Sodium nitrite mixed (*fused*) with potassium nitrate										
	Potassium nitrite	Oxidizer	UN1488	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and cyanides. Stow away from foodstuffs
E	Potassium perchlorate	Oxidizer	UN1489	Oxidizer	173.153	173.219	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals
E	Potassium permanganate (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1490	Oxidizer	173.153	173.154 173.194	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Potassium peroxide	Oxidizer	UN1491	Oxidizer	None	173.154	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1) +/ E/ A/ W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Potassium sulfide	Flammable solid	UN1382	Flammable solid	173.153	173.207	25 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Separate from liquid acids, flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides
	Pressurized product. See Compressed gas, n.o.s.										
	Primer. See Cannon primer, Combination primer, *or* Small-arms primer										
	Primers detonating. See Detonating Primers, Class A or Class C explosives										
	Projectile, explosive. See Explosive projectile										
	Projectile, gas, nonexplosive. See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A, Poison B or irritating material, as appropriate*)										
	Projectile, gas, smoke, or incendiary, with burster or booster with or without detonating fuze. See Explosive projectile										
	Projectile, illuminating, incendiary or smoke, with expelling charge but without bursting charge. See Fireworks, special										
	Projectile, sand-loaded, empty or solid. See 173.55										
	Propane *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
E	Propargite (*RQ-10/4.54*)	ORM-B	NA2785	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Propargyl alcohol	Flammable liquid	NA1986	Flammable liquid and Poison	None	173.119	Forbidden	1 quart	1,2	6	
	Propellant explosive	Class A explosive		Explosive A	None	173.64	Forbidden	Forbidden	6	5	
	Propellant explosive in water (*smokeless powder*)	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	Forbidden	1,3	5	Magazine stowage authorized
	Propellant explosive in water, unstable, condemned, *or* deteriorated (*smokeless powder*)	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	Forbidden	1,3	5	Magazine stowage authorized
	Propellant explosive, liquid	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	10 pounds	1,2	5	Magazine stowage authorized
	Propellant explosive, solid	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	10 pounds	1,3	5	Magazine stowage authorized
	Propionaldehyde	Flammable liquid	UN1275	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	3	

E	Propionic acid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1848	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Separated by a complete compartment or hold from organic peroxides
E	Propionic acid solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1848	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	Separated by a complete compartment or hold from organic peroxides
E	Propionic anhydride (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2496	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1	Keep dry
	Propionyl peroxide, *not more than 28% in solution. See* Organic peroxide, liquid *or solution, n.o.s. Propionyl peroxide, more than 28% in solution*	Forbidden	UN3132								
	Propyl acetate	Flammable liquid	UN1276	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	3	
	Propyl alcohol	Flammable liquid	UN1274	Flammable liquid	173.118	173.125	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Propylamine	Flammable liquid	UN1277	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Propyl chloride	Flammable liquid	UN1278	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Propylene *or* Liquefied petroleum gas. *See* Liquefied petroleum gas										
	Propylenediamine	Flammable liquid	UN2258	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
E	Propylene dichloride (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1279	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Propyleneimine, inhibited	Flammable liquid	UN1921	Flammable liquid	None	173.139	Forbidden	5 pints	1,2	3	
E	Propylene oxide (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1280	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	1 gallon	1,3	4	
	Propyl formate	Flammable liquid	UN1281	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Propyl mercaptan	Flammable liquid	UN2704	Flammable liquid	None	173.141	Forbidden	10 gallons	1,2	5	
	Propyl trichlorosilane	Corrosive material	UN1816	Corrosive	None	173.280	Forbidden	10 gallons	1	1	Keep dry
	Prussic acid. *See Hydrocyanic acid, aqueous solutions*										
E	Pyrethrins (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9184	None	None	179.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pyridine	Flammable liquid	UN1282	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Pyridine perchlorate	Forbidden									
	Pyrophoric liquid, n.o.s. *or* Pyroforic liquid, n.o.s.	Flammable liquid	UN2845	Flammable liquid	None	173.134	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Pyrosulfuryl chloride	Corrosive material	UN1817	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	4	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Pyroxylin plastic scrap	Flammable solid	NA2006	Flammable solid	None	173.185	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat
	Pyroxylin plastics, rods, sheets, rolls, *or* tubes	Flammable solid	NA2006	Flammable solid	173.197	173.197	50 pounds	250 pounds	1,2	1	
	Pyroxylin solution	Combustible liquid	NA2059	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pyroxylin solution	Flammable liquid	NA2059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Pyroxylin solvent, n.o.s.	Combustible liquid	NA2059	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Pyroxylin solvent, n.o.s.	Flammable liquid	NA2059	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Pyrrolidine	Flammable liquid	UN1922	Flammable liquid	173.118	173.119	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Quebrachitol pentanitrate	Forbidden									
	Quicklime. *See* Calcium oxide										
E	Quinoline (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN2656	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Radioactive device, n.o.s.	Radioactive material	UN2911	None	173.391				1,2	1,2	
	Radioactive material, fissile, n.o.s.	Radioactive material	UN2918	Radioactive	173.398	173.396			1,2	1,2	
	Radioactive material, limited quantity, n.o.s.	Radioactive material	UN2910	None	173.391				1,2	1,2	
	Radioactive material, low specific activity or LSA, n.o.s.	Radioactive material	UN2912	Radioactive	173.392	173.393			1,2	1,2	
	Radioactive material, n.o.s.	Radioactive material	NA9191	Radioactive	173.393	173.395			1,2	1,2	
	Radioactive material, special form, n.o.s.	Radioactive material	NA9192	Radioactive	173.393	173.394			1,2	1,2	
	Rags, oily	Flammable solid	UN1856	Flammable solid	None	173.199	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Keep dry. Separate from flammable gases, or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Rags, wet	Flammable solid	NA1825	Flammable solid	None	173.200	Forbidden	Forbidden	1	1	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Railway Fusee. *See* Fusee										
	Railway torpedo. *See* Torpedo, railway										
	Range oil. *See* Fuel oil										
	Reducing compound, paint, varnish, lacquer, etc. *See* Compound, lacquer, paint *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid										
	Refrigerant gas. *See* Dispersant Gas										
	Refrigerating machine	Nonflammable gas	UN2857	Nonflammable gas	173.306 173.307		No limit	No limit	1,3	1,3	
	Refrigerating machine	Flammable gas	NA1954	Flammable gas	173.306		No limit	No limit	1,3	1,3	
	Refrigerating machine	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.130 173.306		No limit	No limit	1,2	1	
	Removing compound, paint, varnish, lacquer, etc. *See* Compound, lacquer, paint, *or* varnish, removing, reducing, *or* thinning, liquid										
	Resin solution (*resin compound, liquid*)	Combustible liquid	UN2868	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	

	Resin solution (*resin compound, liquid*)	Flammable liquid	UN1866	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	55 gallons	1.2	1		
	Resorcinol (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN2876	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2		
	Rifle grenade. See Grenade, hand *or* rifle, explosive											
	Rifle powder. See Propellant explosive *or* Black powder											
	Road asphalt *or* tar, liquid *See* Asphalt, cut back											
	Road asphalt *or* tar (*when heated to or above its flash point*). *See* Asphalt											
	Road oil	Combustible liquid	NA1999	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.3	1.2		
	Rocket ammunition with empty projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.90	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
	Rocket ammunition with explosive projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with gas projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with illuminating projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with incendiary projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with inert loaded projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.90	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
	Rocket ammunition with smoke projectile	Class A explosive		Explosive A	None	173.57	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket ammunition with solid projectile	Class B explosive		Explosive B	None	173.90	Forbidden	Forbidden	1.3	5		
	Rocket body, with electric primer or electric squib. See 173.55										Magazine stowage authorized	
	Rocket engine, liquid	Class B explosive		Explosive B	None	173.85	Forbidden	Forbidden	1.2	5		
	Rocket fireworks. See Fireworks, common											
	Rocket head. *See* Explosive projectile											
	Rocket motor	Class A explosive		Explosive A	None	173.79	Forbidden	Forbidden	6	5		
	Rocket motor	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	550 pounds	1.3	5		
W	*Roman candle. See* Fireworks, common											
	Rosin (*colophony*) *or* Resin	ORM-C		None	173.505	173.1060			1.2	1.2		
	Rough ammoniate tankage (*7% or more moisture content*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.210	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides. Temperature of tankage must not exceed 100 deg F	
	Rough ammoniate tankage (*less than 7% moisture content*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.210	Forbidden	Forbidden	1	5		
W	Rubber curing compound (*solid*)	ORM-C		None	173.505	173.1065			1.2	1.2		
	Rubber scrap *or* Rubber buffings	Flammable solid	UN1345	Flammable solid	173.153	173.201	10 pounds	10 pounds	1.2	1.2		
	Rubber shoddy *or* Rubber, regenerated *or* Rubber, reclaimed	Flammable solid	UN1345	Flammable solid	173.153	173.201	10 pounds	10 pounds	1.2	1.2		
	Rubidium metal	Flammable solid	UN1423	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	285 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet	

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Rubidium metal, in cartridges	Flammable solid	UN1423	Flammable solid and Dangerous when wet	173.206		1 pound	25 pounds	1,2	4	Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet
	Rum, denatured	Flammable liquid	NA1986	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Rust preventive coating	Combustible liquid	NA1142	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Safety fuse. *See* Fuse, safety										
	Safety squib	Class C explosive		Explosive C	None	173.106	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
	Salute. See Fireworks common *or* special										
	Sand acid. *See* Hydrofluorosilicic acid										
W	Sawdust (*when dry, clean, and free from oil*)	ORM-C		None	173.505	173.1070			1,2	1,2	Keep dry
	Selenic acid, liquid	Corrosive material	UN1905	Corrosive	None	173.245	Forbidden	5 pints	1,2	1,2	
	Selenium nitride	Forbidden									
E	Selenium oxide (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA2811	Poison	173.364	173.385	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Self-lighting cigarette	Flammable solid	UN1867	Flammable solid	173.24		Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Keep dry
	Self propelled vehicle. *See* Motor vehicle										
	Shaped charge, commercial. See High explosive (*173.65(h)*)										
	Shaped charges (commercial) containing more than 8 ounces of explosives	Forbidden									
	Shellac. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish; *etc.*										
	Shell, fireworks. *See* Fireworks, common *or* special										
	Ship, distress signal. See Fireworks, special										
	Signal flare	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Silicofluoric acid. *See* Hydrofluorosilicic acid										
	Silicon chloride *or* Silicon tetrachloride	Corrosive material	UN1818	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Silicon chrome, exothermic. *See* Ferrochrome, exothermic										
+	Silicon tetrafluoride	Nonflammable gas	UN1859	Nonflammable gas	173.306	173.302	Forbidden	300 pounds	1	4	Stow away from foodstuffs
	Silver acetylide (dry)	Forbidden									
	Silver azide (dry)	Forbidden									

+	*Silver chlorate (dry)*	Forbidden			173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2	Stow away from acids		
	Silver cyanide	Poison B	UN1684	Poison									
	Silver fulminate (dry)	Forbidden											
E	Silver nitrate (*RQ-1/0.454*)	Oxidizer	UN1493	Oxidizer	173.185	173.185	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Stow away from foodstuffs		
	Silver oxalate (dry)	Forbidden											
	Silver picrate (dry)	Forbidden											
	Steel. See Fibers												
	Sludge acid. *See* Acid, sludge												
	Small arms ammunition			None	173.101		50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Small arms ammunition, irritating (*tear gas*) cartridge	Class C explosive		Irritant	None	173.101	Forbidden	150 pounds	1.3	1.3			
	Small arms primer	Class C explosive		None	None	173.107	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Smoke candle	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Smoke generator. See Chemical ammunition, nonexplosive (*containing a Poison A, Poison B, or irritating material, as appropriate*)												
	Smoke grenade	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3			
	Smokeless powder for cannon or small arms. See Propellant explosive, *Class A or B, as appropriate*												
	Smokeless powder for small arms (*100 pounds or less*)	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	173.88	173.197a	Forbidden	Forbidden	1.3	1.3	Segregation same as for explosives		
	Smoke pot	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Smoke projectile with bursting charge. See Explosive projectile												
	Smoke projectile with expelling charge but without bursting charge. See Fireworks, special												
	Smoke signal	Class C explosive		Explosive C	None	173.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
	Soda amatol. See High explosive												
	Soda lime, solid	Corrosive material	UN1907	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2	Keep dry		
	Sodium acid sulfate, solid *or* solution. *See appropriate* Sodium hydrogen sulfate entry												
A	Sodium aluminate, solid	ORM-B	UN3812	None	173.505	173.500	25 pounds	100 pounds	1.3	1.3			
	Sodium aluminate solution	Corrosive material	UN1819	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons					
	Sodium aluminum hydride	Flammable solid	UN2835	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.208	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet		
	Sodium amide	Flammable solid	UN1425	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.208	Forbidden	25 pounds	1.2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet		
E	Sodium arsenate (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1685	Poison	173.364	173.365 173.368	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2			
E	Sodium arsenite, liquid, (*solution*), (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1686	Poison	173.345	173.348	1 quart	55 gallons	1.2	1.2			

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
+	Sodium azide	Poison B	UN1687	Poison	173.364	173.375	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from heavy metals, especially lead and its compounds. Stow separate from acids
E	Sodium bifluoride, solid (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2439	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Sodium bifluoride, solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN2439	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	
	Sodium bisulfate, solid *or* solution. *See* Sodium hydrogen sulfate, solid *or* solution										
E	Sodium bisulfite, solid or solution. *See* Sodium hydrogen sulfite, solid *or* solution										
	Sodium bromate	Oxidizer	UN1494	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
	Sodium chlorate (*soda chlorate*)	Oxidizer	UN1495	Oxidizer	173.153	173.168	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
	Sodium chlorite	Oxidizer	UN1496	Oxidizer	None	173.160	Forbidden	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds. Stow away from powdered metals
	Sodium chlorite solution (*not exceeding 42% sodium chlorite*)	Corrosive material	UN1908	Corrosive	173.244	173.263	1 quart	4 gallons	1,2	1	Glass carboys in hampers not permitted under deck
E	Sodium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9145	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium cyanide, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1689	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
E	Sodium cyanide solution (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1689	Poison	173.345	173.352	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
	Sodium dichloroisocyanurate. *See* Sodium dichloro-s-triazinetrione										
	Sodium dichloro-s-triazinetrione (*dry, containing more than 39% available chlorine*)	Oxidizer	UN2465	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
EA	Sodium dichromate (*RQ-1000/454*)	ORM-A	NA1479	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9146	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	Sodium fluoride, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	UN1690	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium fluoride solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1690	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2	Stow away from acids
E	Sodium hydrate. *See* Sodium hydroxide										
	Sodium hydride	Flammable solid	UN1427	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.198	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
A	Sodium hydrogen sulfate, solid	ORM-B	UN1821	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds			
	Sodium hydrogen sulfate solution	Corrosive material	UN2837	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	

EA	Sodium hydrogen sulfite, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.800	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
B	Sodium hydrogen sulfite, solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2693	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		
E	Sodium hydrosulfide, solid (*with less than 25% water of crystallization*) (*RQ-5000/2270*)	Flammable solid	UN2318	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
E	Sodium hydrosulfide, solid (*with not less than 25% water of crystallization*) (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2923	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,3		
E	Sodium hydrosulfide, solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	NA2923	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		
	Sodium hydrosulfite (*sodium dithionite*)	Flammable solid	UN1384	Flammable solid	173.153	173.204	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Below deck stowage in metal drums only. Separate from flammable gases, liquids, oxidizing materials, or organic peroxides	
E	Sodium hydroxide, dry solid, flake, bead, *or* granular (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1823	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	300 pounds	1,2	1,2	Keep dry	
E	Sodium hydroxide, liquid *or* solution (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1824	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	5 gallons	1,2	1,2		
E	*Sodium hypochlorite. See* Hypochlorite solution *or* Hypochlorite solution containing not more than 7% available chlorine											
A	Sodium metabisulfite	ORM-B	NA2693	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1,2	6	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Sodium, metal *or* metallic (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1428	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds				
E	Sodium, metal dispersion in organic solvent (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1429	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.230	Forbidden	10 pounds	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Sodium, metal liquid alloy (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	NA1421	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.202	Forbidden	1 pound	1,2	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
E	Sodium methylate, alcohol mixture (*RQ-1000/454*)	Combustible liquid	NA1289	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		
E	Sodium methylate, alcohol mixture (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	NA1289	Flammable liquid	173.118	173.118	1 quart	10 gallons	1,2	1		
E	Sodium methylate, alcohol mixture (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	NA1289	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2		
E	Sodium methylate, dry (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1431	Flammable solid	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet	
	Sodium monoxide, solid	Corrosive material	UN1825	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry	
	Sodium nitrate *See* Bags, sodium nitrate, empty and unwashed	Oxidizer	UN1498	Oxidizer	173.153	173.182	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		
E	Sodium nitrite (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1500	Oxidizer	173.153	173.234	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and cyanides. Bagged material not permitted on passenger vessels	
E	Sodium nitrite mixed (*fused*) with potassium nitrate (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	UN1487	Oxidizer	173.153	173.183	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and cyanides	
E	Sodium nitrite mixture (*sodium nitrate, sodium nitrite, and potassium nitrate*) (*RQ-100/45.4*)	Oxidizer	NA1487	Oxidizer	173.153	173.234	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and cyanides	
A	Sodium pentachlorophenate	ORM-A	UN2567	None	173.505	173.510	No limit	No limit				

(1) +/E/A/W	(2) Hazardous materials descriptions and proper shipping names	(3) Hazard class	(3A) Identification number	(4) Label(s) required (if not excepted)	(5) Packaging (a) Exceptions	(5) Packaging (b) Specific requirements	(6) Maximum net quantity in one package (a) Passenger carrying aircraft or railcar	(6) Maximum net quantity in one package (b) Cargo only aircraft	(7) Water shipments (a) Cargo vessel	(7) Water shipments (b) Passenger vessel	(7) Water shipments (c) Other requirements
	Sodium perchlorate	Oxidizer	UN1502	Oxidizer	173.153	173.164	25 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Stow away from powdered metals
	Sodium permanganate	Oxidizer	UN1503	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Sodium peroxide	Oxidizer	UN1504	Oxidizer	None	173.187	Forbidden	100 pounds	1,2	1	Keep dry. Stow away from powdered metals, permanganates, combustible packing of other cargo, and combustible foodstuffs
	Sodium phenolate, solid	Corrosive material	UN2497	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
E	Sodium phosphate, dibasic (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9147	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Sodium phosphate, tribasic (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9148	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Sodium phosphide	Flammable solid	UN1432	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.154	Forbidden	25 pounds	1	5	
	Sodium picramate, wet (*with at least 20% water*)	Flammable solid	UN1349	Flammable solid	None	173.205	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Stow away from heavy metals, especially lead, and its compounds
	Sodium picryl peroxide	Forbidden									
E	Sodium potassium alloy (liquid) (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1422	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	1 pound	1,2	5	Under deck stowage must be readily accessible. Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous when wet.
E	Sodium potassium alloy (solid) (*RQ-1000/454*)	Flammable solid	UN1422	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.206	Forbidden	25 pounds	1,2	5	Under deck stowage must be readily accessible. Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
E	Sodium selenite (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN2630	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Sodium sulfide, anhydrous	Flammable solid	UN1385	Flammable solid	173.153	173.207	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from liquid acids. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides
	Sodium tetranitride	Forbidden									
	Solvent, n.o.s.	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Solvent, n.o.s.	Flammable liquid	NA1993	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Sparklers. See Fireworks, common										
	Spent iron mass. See Iron mass, spent										
	Spent iron sponge. See Iron sponge, spent										
	Spent mixed acid. See Nitrating acid, spent										
	Spent sulfuric acid. See Sulfuric acid, spent										
	Spirits of nitroglycerin, (*1 to 10%*)	Flammable liquid	NA1204	Flammable liquid	None	173.133	Forbidden	6 quarts	1,2	5	Segregation same as for explosives

E	Spirits of nitroglycerin, not exceeding 1% nitroglycerin by weight	Flammable liquid	NA1204	Flammable liquid	173.118	173.133	1 quart	6 quarts	1.2	1		
E	Spirits of salt. *See* Hydrochloric acid											
	Sporting powder. See Black powder *or* Propellant explosive, solid											
	Spray starting fluid. See Engine starting fluid											
	Spreader cartridge. See Fireworks, special											
	Squib, electric or safety. See Electric squib *or* Safety squib											
	Stain. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish, *etc.*											
	Stannic phosphide	Flammable solid	UN1433	Flammable solid and Dangerous when wet	None	173.164	Forbidden	25 pounds	1	5		Segregation same as for flammable solid labeled Dangerous When Wet
A	Stannous chloride, solid	ORM-B	NA1759	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.3	5		
	Starter cartridge	Class B explosive		Explosive B	None	173.93	Forbidden	200 pounds	1.3			
	Starter cartridge	Class C explosive		Explosive C	None	173.102	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
	Storage battery, wet. See Battery, electric storage, wet											
	Straw. *See* Hay											
	Strontium arsenite, solid	Poison B	UN1691	Poison	None	173.924	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Stow separate from ammonium compounds.
	Strontium chlorate	Oxidizer	UN1506	Oxidizer	None	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		Stow away from powdered metals
	Strontium chlorate, wet	Oxidizer	UN1506	Oxidizer	None	173.153	25 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Stow separate from ammonium compounds.
E	Strontium chromate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9149	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.3		Stow away from powdered metals
	Strontium nitrate	Oxidizer	UN1507	Oxidizer	None	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2	1.3		
	Strontium peroxide	Oxidizer	UN1509	Oxidizer	None	173.153	25 pounds	100 pounds	1.2	1.3		
E	Strychnine salt, solid	Poison B	UN1692	Poison	None	173.364	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		Keep dry
	Strychnine, solid (*RQ-10/4.54*)	Poison B	UN1692	Poison	None	173.364	Forbidden	200 pounds	1.2	1.2		
E	*Styphnate of lead. See* Initiating explosive											
E	Styrene monomer, inhibited (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN2055	Flammable liquid	None	173.118	1 quart	10 gallons	1.2	1.2		
	Substituted nitrophenol pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2780	Flammable liquid	None	173.118	1 quart	10 gallons	1.2	1		
	Substituted nitrophenol pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2779	Poison	None	173.345	1 quart	55 gallons	1.2	1.2		
	Substituted nitrophenol pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2779	Poison	None	173.364	50 pounds	200 pounds	1.2	1.2		
	Succinic acid peroxide	Organic peroxide	UN2135	Organic peroxide	None	173.157	Forbidden	25 pounds	1	1		
			UN2135			173.158						
	Succinic acid peroxide, *technically pure. See* Succinic acid peroxide.											
	Sucrose octanitrate (dry)	Forbidden										
	Sulfur and chlorate, loose mixtures of	Forbidden										
	Sulfur chloride (*dry*)	Corrosive material	UN1828	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels.
E	Sulfur chloride (*mono*) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1828	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Sulfur dioxide	Nonflammable gas	UN1079	Nonflammable gas	None	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1.2	4		Stow away from living quarters
	Sulfur flower. *See* Sulfur, solid											
	Sulfur hexafluoride	Nonflammable gas	UN1080	Nonflammable gas	None	173.304	150 pounds	300 pounds	1.2	1.2		

60-159 O—81——11

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
E	Sulfuric acid (*For fuming sulfuric acid, see* Oleum) (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1830	Corrosive	173.244	173.272	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Under deck stowage is permitted on cargo vessels only in metal drums
E	Sulfuric acid, spent (*RQ-1000/454*)	Corrosive material	UN1832	Corrosive	None	173.248	Forbidden	1 quart	1	1	Under deck stowage is permitted on cargo vessels only in metal drums
	Sulfuric anhydride. *See* Sulfur trioxide										
	Sulfurous acid	Corrosive material	UN1833	Corrosive	173.244	173.245	2 gallons	2 gallons	1,2	1	Glass carboys in hampers not permitted under deck
W	Sulfur, solid	ORM-C	UN1350	None	173.505	173.1080			1,2	1,2	Protect from sparks and open flame. Stow separate from oxidizing materials. Segregation same as for flammable solids
	Sulfur trioxide	Corrosive material	UN1829	Corrosive	173.244	173.273	Forbidden	1 gallon	1,2	1,2	Keep dry. Glass bottles not permitted under deck
	Sulfuryl chloride	Corrosive material	UN1834	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Sulfuryl fluoride	Nonflammable gas	UN2191	Nonflammable gas	173.306	173.304 173.314	150 pounds	300 pounds	1,3	1	
	Sulphur. *See* Sulfur, solid										
	Supplementary charge (explosive)	Class A explosive		Explosive A	None	173.69	Forbidden	Forbidden	6	5	
EA	2,4,5-T. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid.										
E	2,4,5-T amine, ester, *or* salt. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid, amine, ester, *or* salt										
	Tankage. See Garbage tankage										
	Tankage fertilizer	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.200	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep dry. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Tankage, rough ammoniate	Flammable solid	NA1926	Flammable solid	None	173.210	Forbidden	Forbidden	1	5	Keep dry. Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Tank car, containing residual phosphorus and filled with water or inert gas. See 173.190										
	Tank car, empty (*previously used for a hazardous material*), *See 173.29*										
	Tank car, empty (*previously used for a Poison A material*), *See 172.510 and 173.29*										
	Tank, portable, empty (*previously used for a hazardous material*). *See 172.510, 172.514 and 173.29*										

	Tank truck, empty. *See 172.510, 172.514 and 173.29*										
	Tar, liquid	Combustible liquid	UN1999	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Tar, liquid	Flammable liquid	UN1999	Flammable liquid	173.118	173.131	1 quart	10 gallons	1,2	1	
EA	TDE (*1,1-Dichloro-2,2-bis(p-chlorophenyl) ethane*) (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	
	Tear gas ammunition. See Chemical ammunition, nonexplosive *(containing an irritant material)*										
	Tear gas candle	Irritating material	UN1700	Irritant	None	173.885	Forbidden	75 pounds	1	5	Stow away from living quarters
	Tear gas cartridge. See Small arms ammunition, irritating (*tear gas*) cartridge										
	Tear gas device	Irritating material	NA1693	Irritant	None	173.885	Forbidden	75 pounds	1	5	Stow away from living quarters
	Tear gas grenade. See Grenade, tear gas										
	Tertiary alcohol. See Alcohol, n.o.s.										
	Tetrazido benzene quinone	Forbidden									
AW	Tetrachloroethane	ORM-A	UN1702	None	173.505	173.620	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
A	Tetrachloroethylene *or* Perchloroethylene	ORM-A	UN1897	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons			
	Tetraethylammonium perchlorate (dry)	Forbidden									
	Tetraethyl dithiopyrophosphate and compressed gas mixture	Poison A	UN1703	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from living quarters. Segregation same as for non-flammable gases
	Tetraethyl dithiopyrophosphate, liquid	Poison B	UN1704	Poison	None	173.368	Forbidden	1 quart	1	5	
	Tetraethyl dithiopyrophosphate mixture, dry	Poison B	UN1704	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1	5	
	Tetraethyl dithiopyrophosphate mixture, liquid	Poison B	UN1704	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1	5	
E	Tetraethyl lead, liquid (*including flash point for export shipment by water*) (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA1649	Poison	None	173.354	Forbidden	55 gallons	1	5	If flash point is 141 deg F. or less, segregation must be the same as for flammable liquids
E	Tetraethyl pyrophosphate and compressed gas mixture (*RQ-100/45.4*)	Poison A	UN1705	Poison gas	None	173.334	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from living quarters. Segregation same as for non-flammable gases
E	Tetraethyl pyrophosphate, liquid (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.358	Forbidden	1 quart	1,2	5	
E	Tetraethyl pyrophosphate mixture, dry (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.377	Forbidden	200 pounds	1,2	5	
E	Tetraethyl pyrophosphate mixture, liquid (*RQ-100/45.4*)	Poison B	NA2783	Poison	None	173.359	Forbidden	1 quart	1,2	5	
+	Tetrafluoroethylene, inhibited	Flammable gas	UN1081	Flammable gas	173.306	173.304	Forbidden	300 pounds	1,2	1,2	Stow away from living quarters
	1,2,3,6-Tetrahydrobenzaldehyde	Corrosive material	UN2498	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Tetrahydrofuran	Flammable liquid	UN2056 UN2196	Flammable liquid	None	173.119	Forbidden	10 gallons	1,3	5	
	Tetralin hydroperoxide, *technically pure. See* Organic peroxide, solid, n.o.s.										
	Tetramethylammonium hydroxide, liquid	Corrosive material	UN1835	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	1,1,3,3-Tetramethylbutyl hydroperoxide, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2160								

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+/S/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	1,1,3,3-Tetramethylbutyl peroxy-2-ethylhexanoate, *technically pure. See* Organic peroxide, liquid *or* solution, n.o.s.		UN2161								
	Tetramethylene diperoxide dicarbamide	Forbidden									
A	Tetramethylmethylenediamine	ORM-A	NA9060	None	173.505	173.510	No limit	No limit			
	Tetranitro diglycerin	Forbidden									
	Tetranitromethane	Oxidizer	UN1510	Oxidizer	None	173.203	Forbidden	Forbidden	1	5	Shade from radiant heat. Stow away from foodstuffs
	2,3,4,6-Tetranitrophenol	Forbidden									
	2,3,4,6-Tetranitrophenyl methyl nitramine	Forbidden									
	2,3,4,6-Tetranitrophenylnitramine	Forbidden									
	Tetranitroresorcinol (dry)	Forbidden									
	2,3,5,6-Tetranitroso-1,4-dinitrobenzene	Forbidden									
	2,3,5,6-Tetranitroso nitrobenzene (dry)	Forbidden									
	Tetrazene (guanyl nitrosamino guanyltetrazene). See Initiating explosive										
	Tetrazine (dry)	Forbidden									
	Tetrazolyl azide (dry)	Forbidden									
	Tetryl. See High explosive										
	Textile treating compound *or* mixture, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245a	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Textile waste. *See* Cotton waste										
	Textile waste, wet	Flammable solid	UN1857	Flammable solid	None	173.211	Forbidden	Forbidden	1,2	1,2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
	Thallium salt, solid, n.o.s.	Poison B	NA1707	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
S	Thallium sulfate, solid (*RQ-1000/454*)	Poison B	NA1707	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Thinner for rust preventive coating. *See* Rust preventive coating										
	Thinning compound, paint, varnish, lacquer, etc. See Compound, lacquer, paint *or* varnish, removing, reducing *or* thinning, liquid										
	Thiocarbonylchloride. See Thiophosgene										
	Thioglycolic acid	Corrosive material	UN1940	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
	Thionyl chloride	Corrosive material	UN1836	Corrosive	None	173.247	Forbidden	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
		Poison B	UN2474	Poison	None	173.356	Forbidden	1 gallon	1	5	Shade from radiant heat
+	Thiophosgene	Corrosive material	UN1837	Corrosive	None	173.271	Forbidden	1 quart	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
	Thiophosphoryl chloride										
A	Thiram	ORM-A	NA2771	None	173.505	173.510	No limit	No limit			

Thorium metal, pyrophoric	Radioactive material	NA9170	Radioactive and Flammable solid	173.226									
Thorium nitrate	Radioactive material	NA9171	Radioactive and Oxidizer	173.393									
Time fuze. See Fuze, time													
Tin chloride, fuming. *See* Tin tetrachloride, anhydrous													
Tinning flux. *See* Zinc chloride solution													
Tin perchloride. *See* Tin tetrachloride, anhydrous													
Tin tetrachloride, anhydrous	Corrosive material	UN1827	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 quart	1	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
Titanium metal powder, dry *or* wet *with less than 20% water*	Flammable solid	UN2546	Flammable solid	None	173.208	Forbidden	75 pounds	1.2	5		
Titanium metal powder, wet with 20% or more water	Flammable solid	UN1352	Flammable solid	None	173.208	Forbidden	150 pounds	1.2	5		
E Titanium sulfate solution *containing not more than 45% sulfuric acid (RQ-1000/454)*	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	1 gallon	1	4		Shade from radiant heat. Keep dry
Titanium tetrachloride	Corrosive material	UN1838	Corrosive	173.244	173.247	1 quart	10 gallons	1	1		Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels
E Toluene (*sulfur*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1294	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1		
A Toluenediamine	ORM-A	NA1709	None	173.505	173.510	No limit	No limit	1.3	1.3		Shade from radiant heat
+ Tolusae diisocyanate	Poison B	UN2078	Poison	173.345	173.346	55 gallons	55 gallons	1.3	1.2		
Toluene sulfonic acid, liquid	Corrosive material	UN2584	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1.3	1.2		
Torch. See Fireworks, common											
Torpedo, railway	Class B explosive		Explosive B	None	173.91	Forbidden	200 pounds	1.2	1.2		Passenger vessels in metal lockers only
EA Toxaphene (*RQ-1/0.454*)	ORM-A	NA2761	None	173.505	173.510	25 pounds	100 pounds	1.2	1.2		
Toy caps	Class C explosive		Explosive C	None	173.100	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Toy propellant device	Class C explosive		Explosive C	None	173.100 173.114	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Toy smoke device	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Toy torpedo. See Fireworks, special											
E 2,4,5-TP. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid											
E 2,4,5-TP ester. *See* 2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid ester											
Tracer	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Tracer fuze	Class C explosive		Explosive C	None	173.105	50 pounds	150 pounds	1.3	1.3		
Tractor. *See* Motor vehicle											
Trailer or truck body with refrigeration or heating equipment. *See* Motor vehicle											
Treated paper (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material											
Treated textile (*manufactured article properly dried to prevent spontaneous heating*). *See* Oiled material.											

§172.101 Hazardous Materials Table

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+ / E/ A/ W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Triazine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Flammable liquid	UN2764	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
	Triazine pesticide, liquid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2763	Poison	173.345	173.346	1 quart	55 gallons	1,2	1,2	
	Triazine pesticide, solid, n.o.s. (*compounds and preparations*)	Poison B	UN2763	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Tri-(b-nitroxyethyl)ammonium nitrate	Forbidden									
EA	Trichlorfon (*RQ-1000/454*)	ORM-A	NA2783	None	173.505	173.510	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Trichloroacetic acid, solid	Corrosive material	UN1839	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1	
	Trichloroacetic acid solution	Corrosive material	UN2564	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	Glass carboys in hampers not permitted under deck
A	1,1,1-Trichloroethane	ORM-A	UN2831	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons			
EA	Trichloroethylene (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1710	None	173.505	173.605	10 gallons	55 gallons	1,2	1,2	
	Trichloromethyl perchlorate	Forbidden									
EA	Trichlorophenol (*RQ-10/4.54*)	ORM-A	NA2020	None	173.505	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	
EA	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2765	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	
E	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid amine, ester, or salt (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2765	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid (*RQ-100/45.4*)	ORM-A	NA2765	None	173.505	173.510	50 pounds	No limit	1,2	1,2	
E	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid ester (*RQ-100/45.4*)	ORM-E	NA2765	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Trichlorosilane	Flammable liquid	UN1295	Flammable liquid	None	173.136	Forbidden	10 gallons	1	5	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Trichloro-s-triazinetrione *dry, containing over 39% available chlorine*	Oxidizer	UN2468	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Keep dry
	(mono-(Trichloro) tetra-(monopotassium dichloro)-penta-s-triazinetrione, dry (*containing over 39% available chlorine*)	Oxidizer	NA2468	Oxidizer	173.153	173.217	50 pounds	100 pounds	1,3	1,3	Keep dry
	Trick matches	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	Forbidden	Forbidden	1,3	1,3	
	Trick noise maker, explosive	Class C explosive		Explosive C	None	173.111	50 pounds	150 pounds	1,3	1,3	
E	Triethanolamine dodecylbenzenesulfonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9151	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Triethylamine (*RQ-5000/2270*)	Flammable liquid	UN1296	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
+	Trifluorochloroethylene	Flammable gas	UN1082	Flammable gas	173.306	173.304 173.314	Forbidden	10 gallons	1,2	1	
	Triformoxime trinitrate	Forbidden									

	1,3,5-Trimethyl-2,4,6-trinitrobenzene	Forbidden			173.244	173.247	1 quart	1 quart	1,2	1,2		
	Trimethylacetyl chloride	Corrosive material	UN2438	Corrosive	173.136	173.264	Forbidden	300 pounds	1	4		
E	Trimethylamine, anhydrous (*RQ-1000/454*)	Flammable gas	UN1083	Flammable gas	173.306	173.304 173.314 173.315	Forbidden	300 pounds	1	4		
E	Trimethylamine, aqueous solution (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1297	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	Stow away from mercury and mercury compounds	
	Trimethylchlorosilane	Flammable liquid	UN1298	Flammable liquid	None	173.135	Forbidden	10 gallons	1,2	1		
	Trimethylene glycol diperchlorate	Forbidden										
	Trimethylol nitromethane trinitrate	Forbidden										
	2,4,6-Triazido-1,3,5-triazido benzene (dry)	Forbidden										
	2,4,6-Triazido-1,3-diazobenzene	Forbidden										
	Tribromoacetic acid	Forbidden										
	Tribromoacetonitrile	Forbidden										
	Trinitroaniline cobalt	Forbidden										
	Trinitrobenzene, dry. See High explosive											
	Trinitrobenzene, wet *containing at least 10% water*	Flammable solid	UN1354	Flammable solid	173.212		1 pound	1 pound	1	4	Stow away from heavy metals and their compounds	
	Trinitrobenzoic acid, wet, *containing at least 10% water*	Flammable solid	UN1355	Flammable solid	173.192	173.193	1 pound	25 pounds	1	5	Stow away from heavy metals and their compounds	
	Trinitrobenzoic acid, wet, containing at least 10% water, over 25 pounds in one outside packaging. See High explosives											
	Trinitrocarbanol	Forbidden										
	Trinitrocellulose nitrate	Forbidden										
	Trinitromethane	Forbidden										
	1,3,5-Trinitronaphthalene	Forbidden										
	2,4,6-Trinitrophenyl guanidine (dry)	Forbidden										
	2,4,6-Trinitrophenyl nitramine	Forbidden										
	2,4,6-Trinitrophenyl trimethylol methyl nitramine trinitrate (dry)	Forbidden										
	Trisdibromocarbinol. See High explosive											
	2,4,6-Trinitro-3-methyl nitramine anisole	Forbidden										
	Trinitrotetramine cobalt nitrate	Forbidden										
	Trinitrotoluene, dry. See High explosive											
	Trinitrotoluene, wet *containing at least 10% water*	Flammable solid	UN1356	Flammable solid	173.212		1 pound	1 pound	1	4	Stow away from heavy metals and their compounds	
	Trinitrotoluene, wet, containing at least 10% water, over 16 ounces in one outside packaging. See High explosive											
	Tris-(1-aziridinyl) phosphine oxide	Corrosive material	UN2501	Corrosive	173.244	173.2[illegible]	1 quart	1 gallon	1	1	Keep dry. Glass carboys not permitted on passenger vessels	
	Tris bis-hydroxyamino diethoxy propane (TTOPA)	Forbidden										
	Tungsten hexafluoride	Corrosive material	UN2196	Corrosive	None	173.384	Forbidden	110 pounds	1	5	Segregation same as for nonflammable gases.	
	Turpentine	Combustible liquid	UN1299	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Turpentine	Flammable liquid	UN1299	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,2		
	Turpentine substitute	Combustible liquid	UN1300	None	173.118a	None	No limit	No limit	1,2	1,2		

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5) Packaging		(6) Maximum net quantity in one package		(7) Water shipments		
+/E/A/W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Turpentine substitute	Flammable liquid	UN1300	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1	
W	Twisted jute packing (*rope*) (*treated or untreated*). *See* Oakum										
	Uranium hexafluoride, fissile (*containing more than 0.7% U-235*)	Radioactive material	NA9178	Radioactive and Corrosive	173.393	173.396			1,2	1,2	
	Uranium hexafluoride, low specific activity (*containing 0.7% or less U-235*)	Radioactive material	NA9174	Radioactive and Corrosive	173.392	173.393			1,2	1,2	
	Uranium metal, pyrophoric	Radioactive material	NA9175	Radioactive and Flammable solid	173.392	173.393 173.396			1,2	1,2	
E	Uranyl acetate (*RQ-5000/2270*)	Radioactive material	NA9180	Radioactive material	173.391	173.395			1,2	1,2	
E	Uranyl nitrate hexahydrate solution (*RQ-5000/2270*)	Radioactive material	NA9178	Radioactive and Corrosive	173.392	173.393 173.395 173.396			1,2	1,2	
E	Uranyl nitrate, solid (*RQ-5000/2270*)	Radioactive material	NA9177	Radioactive and Oxidizer	173.392	173.393 173.396			1,2	1,2	Separate longitudinally by an intervening hold or compartment from explosives
	Urea nitrate, dry. See High explosive										
	Urea nitrate, wet *with 10% or more water*	Flammable solid	UN1357	Flammable solid	173.192	173.193	1 pound	25 pounds	1,2	1,2	
	Urea nitrate, wet with 10% or more water, over 25 pounds in one outside packaging. See High explosive										
	Urea peroxide	Organic peroxide	NA1511	Organic peroxide	173.153	173.227	2 pounds	25 pounds	1	4	Keep dry. Shade from radiant heat
	Valeric acid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	10 gallons	1,2	1,2	
	Valeryl chloride	Corrosive material	UN2502	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 gallon	1,2	1,2	
	Vanadium oxytrichloride	Corrosive material	UN2443	Corrosive	173.244	173.247a	Forbidden	1 quart	1	4	Shade from radiant heat
	Vanadium oxytrichloride and titanium tetrachloride mixture	Corrosive material	NA2443	Corrosive	None	173.245 173.245a	Forbidden	1 quart	1	4	Shade from radiant heat
E	Vanadium pentoxide (*RQ-1000/454*)	ORM-E	UN2862	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Vanadium tetrachloride	Corrosive material	UN2444	Corrosive	173.244	173.247a	Forbidden	1 quart	1	4	Shade from radiant heat

E	Vanadyl sulfate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9152	None	None	173.510	No limit	No limit	1.2	1.2			
	Varnish. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish, etc.												
	Varnish dryer. See Paint drier, liquid												
	Varnish remover or reducer. See Compound, lacquer, paint or varnish, removing, reducing, or thinning, liquid												
	Varnish thinning compound. See Compound, lacquer, paint, or varnish, removing, reducing, or thinning, liquid												
	Very signal cartridge	Class C explosive	UN0312	Explosive C	None	178.108	50 pounds	200 pounds	1.3	1.3			
E	Vinyl acetate (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1301	Flammable liquid	None	173.119	1 quart	10 gallons	1.2	1			
+	Vinyl chloride	Flammable gas	UN1086	Flammable gas	None	173.306	Forbidden	300 pounds	1.2	4	Stow away from living quarters		
	Vinyl ethyl ether, inhibited	Flammable liquid	UN1302	Flammable liquid	None	173.306	Forbidden	1 gallon	1.2	5			
	Vinyl fluoride, inhibited	Flammable gas	UN1860	Flammable gas	None	173.306	Forbidden	300 pounds	1	4			
E	Vinylidene chloride, inhibited (*RQ-5000/2370*)	Flammable liquid	UN1303	Flammable liquid	None	173.118	1 quart	10 gallons	1.2	4			
	Vinyl isobutyl ether	Flammable liquid	UN1304	Flammable liquid	None	173.118	1 quart	10 gallons	1.2	1			
	Vinyl methyl ether	Flammable gas	UN1087	Flammable gas	None	173.306	Forbidden	20 pounds	1.2	1	Stow away from living quarters		
+	*Vinyl nitrate polymer*	Forbidden				173.314							
	Vinyl trichlorosilane	Flammable liquid	UN1305	Flammable liquid	None	173.185	Forbidden	10 gallons	1.2	1			
	Viriol, oil of. See Sulfuric acid												
	War head. See Explosive projectile												
	Waste, hazardous. See Hazardous waste, liquid or solid, n.o.s.												
	Waste paper, wet	Flammable solid	NA1325	Flammable solid	None	173.186	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides		
	Waste textile, wet	Flammable solid	UN1857	Flammable solid	None	173.211	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides		
	Waste wood, wet	Flammable solid	UN1387	Flammable solid	None	173.213	Forbidden	Forbidden	1.2	1.2	Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides		
	Water pump system *tank charged with compressed air or nitrogen*	Nonflammable gas	NA1056	None	173.306		Forbidden	Forbidden	1.2	1.2			
	Water reactive solid, n.o.s.	Flammable solid	UN2813	Flammable solid and Dangerous when wet	173.153	173.164	Forbidden	25 pounds	1.2	4	Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet		
	Water treatment compounds, liquid	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.249	1 quart	10 gallons	1	1			
	Wax, liquid	Combustible liquid	NA1993	None	173.118a	None	No limit	No limit	1.2	1.2			
	Wet hair. See Hair, wet												
	Wet textile waste. *See* Waste textile, wet												
E	White acid (*ammonium bifluoride and hydrofluoric acid mixture*) (*RQ-5000/2739*)	Corrosive material	NA1760	Corrosive	173.244	173.264	1 quart	1 gallon	1	1			
	Wood filler, liquid. *See* Paint, Enamel, Lacquer, Stain, Shellac, Varnish, *etc.*												

§ 172.101 Hazardous Materials Table—Continued

(1)	(2)	(3)	(3A)	(4)	(5)		(6)		(7)		
					Packaging		Maximum net quantity in one package		Water shipments		
+ / E/ A/ W	Hazardous materials descriptions and proper shipping names	Hazard class	Identification number	Label(s) required (if not excepted)	(a) Exceptions	(b) Specific requirements	(a) Passenger carrying aircraft or railcar	(b) Cargo only aircraft	(a) Cargo vessel	(b) Passenger vessel	(c) Other requirements
	Wood shavings (*when dry, clean and free from oil*). *See* Sawdust										
	Wool waste. *See* Cotton waste										
	Wool waste, wet. See Waste wool, wet										
	Xenon	Nonflammable gas	UN2036	Nonflammable gas	173.306	173.302	150 pounds	300 pounds	1,2	1,2	
	X-ray film. *See* Film										
E	Xylene (*xylol*) (*RQ-1000/454*)	Flammable liquid	UN1307	Flammable liquid	173.118	173.119	1 quart	10 gallons	1,2	1,	
EA	Xylenol (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN2261	None	173.505	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2	
	Xylyl bromide	Irritating material	UN1701	Irritant	None	173.382	Forbidden	75 pounds	1	5	Stow away from living quarters
	p-Xylyl dioxide	Forbidden									
A	Yeast, active, *in liquid or pressed form*	ORM-C		None	None	173.1085	No limit	No limit			
E	Zinc acetate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9153	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc ammonium chloride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9154	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Zinc ammonium nitrite	Oxidizer	UN1512	Oxidizer	None	173.228	25 pounds	100 pounds	1 3	5	This material may be forbidden in water transportation by certain countries
	Zinc arsenate	Poison B	UN1712	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
	Zinc arsenite, solid	Poison B	UN1712	Poison	173.364	173.365	50 pounds	200 pounds	1,2	1,2	
E	Zinc borate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9155	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc bromide (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9156	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc carbonate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9157	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
	Zinc chlorate	Oxidizer	UN1513	Oxidizer	173.153	173.163	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow separate from ammonium compounds and away from powdered metals
E	Zinc chloride, solid (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN2331	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc chloride solution (*RQ-5000/2270*)	Corrosive material	UN1840	Corrosive	173.244	173.245	1 quart	1 quart	1,2	1,2	
E	Zinc cyanide (*RQ-10/454*)	Poison B	UN1713	Poison	173.370	173.370	25 pounds	200 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids
	Zinc ethyl. See Pyrophoric liquid, n.o.s.										
E	Zinc fluoride (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9158	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc formate (*RQ-1000/454*)	ORM-E	NA9159	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
EA	Zinc hydrosulfite (*RQ-1000/454*)	ORM-A	UN1931	None	173.505	173.510	50 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry. Stow away from acids and oxidizers
E	Zinc muriate solution. *See* Zinc chloride solution										
E	Zinc nitrate (*RQ-5000/2270*)	Oxidizer	UN1514	Oxidizer	173.153	173.162	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	
	Zinc permanganate	Oxidizer	UN1515	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Separate from ammonium compounds and hydrogen peroxide
	Zinc peroxide	Oxidizer	UN1516	Oxidizer	173.153	173.154	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Keep dry
E	Zinc phenolsulfonate (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	NA9160	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	
E	Zinc phosphide (*RQ-1000/454*)	Poison B	UN1714	Poison	173.364	173.365	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2	Stow away from acids and oxidizers
E	Zinc silicofluoride (*RQ-5000/2270*)	ORM-E	UN2855	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2	

F	Zinc sulfate (RQ-1000/454)	ORM-E Flammable solid	NA9161 UN1437	None Flammable solid and dangerous when wet	None None	173.510 173.206	No limit Forbidden	No limit 150 pounds	1,2 1,2	1,2 5		Segregation same as for flammable solids labeled Dangerous When Wet
	Zirconium hydride											
	Zirconium metal, dry, *chemically produced, finer than 20 mesh particle size*	Flammable solid	UN2008	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	25 pounds	1	5		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides
	Zirconium metal, dry, *mechanically produced, finer than 270 mesh particle size*	Flammable solid	UN2009	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	25 pounds	1	5		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials or organic peroxides
	Zirconium, metal, liquid, suspensions	Flammable liquid	UN1308	Flammable liquid	None	173.140	Forbidden	5 gallons	1	5		
	Zirconium metal, wet, *chemically produced, finer than 20 mesh particle size*	Flammable solid	UN1358	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	150 pounds	1,2	5		
	Zirconium metal, wet, *mechanically produced, finer than 270 mesh particle size*	Flammable solid	UN1358	Flammable solid	None	173.214	Forbidden	150 pounds	1,2	5		
R	Zirconium nitrate (RQ-5000/2270)	Oxidizer	UN2728	Oxidizer	173.168	173.128	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		Store away from heavy metals and their salts
	Zirconium picramate, wet *with at least 20% of water*	Flammable solid	UN1517	Flammable solid	None	173.216	Forbidden	25 pounds	1	1		
E	Zirconium potassium fluoride (RQ-5000/2270)	ORM-E	NA9162	None	None	173.510	No limit	No limit	1,2	1,2		
	Zirconium scrap (*borings, clippings, shavings, sheets, or turnings*)	Flammable solid	UN1932	Flammable solid	173.153	173.220	Forbidden	Forbidden	1	4		Separate from flammable gases or liquids, oxidizing materials, or organic peroxides
RA	Zirconium sulfate (RQ-5000/2270)	ORM-B	NA9163	None	None	173.510	100 pounds	No limit	1,2	1,2		
E	Zirconium tetrachloride, solid (RQ-5000/2270)	Corrosive material	UN2503	Corrosive	173.244	173.245b	25 pounds	100 pounds	1,2	1,2		

[Amdt. 172-58, 45 FR 34588, May 22, 1980, as amended by Amdt. 172-58, 45 FR 46420, July 10, 1980; Amdt. 172-61, 45 FR 62080, Sept. 18, 1980; Amdt. 172-58, 45 FR 74649, Nov. 10, 1980]

of a different quantity by EPA. Section 103 (a) and (b) of CERCLA requires that all releases of an RQ of a hazardous substance into the environment be reported to the National Response Center. While the Department does not currently contemplate changing its general incident reporting requirements (49 CFR 171.15 and 171.16), EPA is currently developing a notice explaining how it will implement the requirements of Section 103 (a) and (b) of CERCLA. Shippers and transporters of materials listed in this rule should contact EPA (Mr. H. D. Van Cleave, Acting Director, Emergency Response Division (WH-548), Office of Hazardous Emergency Response, U.S. EPA, 401 M Street, SW., Washington, D.C. 20460, (202) 245-3045) for additional information regarding these reporting requirements.

With respect to those materials listed in this rule that are not already covered by the Hazardous Materials Regulations, the Department is aware that, since shipping papers are not required for these materials, carriers will not always be aware that CERCLA's release notification requirements apply to them. While this uncertainty is unfortunate, it is far preferable to the imposition of extensive new shipping paper and other regulatory requirements that would be necessary to provide carriers with certainty. Furthermore, this uncertainty is an interim consequence of the enactment of CERCLA; as EPA establishes RQs for these materials, the Department will begin to incorporate them into the Hazardous Materials Table as "hazardous substances" and assign RQs to them, at which point the Department's requirements of the Hazardous Materials Regulations will apply.

With respect to the release notification requirements for hazardous substances, (as defined in 49 CFR 171.8), it should be noted that, in addition to the requirements of 49 CFR 171.17 for releases "into or upon the navigable waters or adjoining shorelines," Section 103 (a) and (b) of CERCLA requires the reporting of such releases into the "environment," which is defined broadly to include surface water, ground water, land surface, and ambient air.

Regulatory Impact

The listing contained in this rulemaking, which is required by Section 306(a) of CERCLA to be promulgated within 90 days after the date of enactment of that Act, is essentially informational in nature since no new regulatory requirements are imposed as a result of the listing. Therefore, this rule does not constitute a "major rule" as defined in Executive Order 12291 and DOT implementing procedures (44 FR 11034).

With regard to the requirements of the Administrative Procedure Act (5 U.S.C. 553), the Department finds that notice and public procedure thereon are impracticable and unnecessary because this rule is required to be promulgated within 90 days after the enactment of CERCLA.

In consideration of the foregoing, Part 172 of Title 49 Code of Federal Regulations is amended as follows:

PART 172—HAZARDOUS MATERIALS TABLES AND HAZARDOUS MATERIALS COMMUNICATIONS REGULATIONS

1. Section 172.101 is amended by adding the following after the Hazardous Materials Table:

§ 172.101 Hazardous Materials Table.

* * * * *

CERCLA List

Note.—The following listing fulfills the requirement of Section 306(a) of the Comprehensive Environmental Response, Compensation, and Liability Act (CERCLA), that all "hazardous substances," as defined in that Act, shall be listed as hazardous materials under the Hazardous Materials Transportation Act. That definition includes substances listed under Section 311(b)(2)(A) of the Federal Water Pollution Control Act (FWPCA). Those materials have already been listed as hazardous substances in the Hazardous Materials Table of this section, and that listing is not repeated here. The definition of "hazardous substance" in CERCLA also includes substances designated under Section 307(a) of the FWPCA, Section 3001 of the Solid Waste Disposal Act, and Section 112 of the Clean Air Act. The following listing consists of materials designated under those authorities. Materials indicated in the listing by an asterisk (*) are also listed in the Hazardous Materials Table as hazardous substances. With respect to other materials in the following listing, those that are not forbidden materials or fall within a hazard class are not subject to the requirements of this Subchapter.

It should be noted that Section 306(b) of CERCLA provides that common and contract carriers may be held liable under that Act for the release of a "hazardous substance" as defined in that Act, after the effective date of the listing of that substance as a hazardous material under the Hazardous Materials Transportation Act.

Specific Chemical Wastes

EPA hazardous waste No.	Substance
U001	*Acetaldehyde (I)
U034	Acetaldehyde, trichloro-
U187	Acetamide, N-(4-ethoxyphenyl)-
U005	Acetamide, N-9H-fluoren-2-yl-
U112	Acetic acid, ethyl ester (I)
U144	*Acetic acid, lead salt
U214	Acetic acid, thallium (I) salt
U002	Acetone (I)
U003	Acetonitrile (I,T)
U004	Acetophenone
U005	2-Acetylaminofluorene
U006	*Acetyl Chloride (C,R,T)
U007	Acrylamide
U008	Acrylic acid (I)
U009	*Acrylonitrile
U150	Alanine, 3-[p-bis(2-chloroethyl)amino]phenyl-, L-
U011	Amitrole
U012	*Aniline (I,T)
U014	Auramine
U015	Azaserine
U010	Azirino(2',3':3,4)pyrrolo(1,2-a)indole-4,7-dione,6-amino-8-[((aminocarbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8a-methoxy-5-methyl-
U157	Benz(j)acenanthrylene,1,2-dihydro-3-methyl-
U016	Benz[c]acridine
U016	3,4-Benzacridine
U017	Benzalchloride
U018	Benz[a]anthracene
U018	1,2-Benzanthracene
U094	1,2-Benzanthracene,7,12-dimethyl-
U012	*Benzenamine (I,T)
U014	Benzenamine, 4,4-carbonimidoylbis(N,N-dimethyl-
U049	Benzenamine, 4-chloro-2-methyl-
U093	Benzenamine, N,N-dimethyl-4-phenylazo-
U158	Benzenamine, 4,4'-methylenebis(2-chloro-
U222	Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride
U181	Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-
U019	*Benzene (I,T)
U038	Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester
U030	Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-
U037	*Benzene, chloro-
U190	1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride
U028	1,2-Benzenedicarboxylic acid, [bis(2-ethylhexyl)] ester
U069	*1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester
U088	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester
U102	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester
U107	1,2-Benzenedicarboxylic acid, di-n-octyl ester
U070	*Benzene, 1,2-dichloro-
U071	*Benzene, 1,3-dichloro-
U072	*Benzene, 1,4-dichloro-
U017	Benzene, (dichloromethyl)-
U223	Benzene, 1,3-diisocyanatomethyl-(R,T)
U239	*Benzene, dimethyl-(I,T)
U201	*1,3-Benzenediol
U127	Benzene, hexachloro-
U056	*Benzene, hexahydro-(I)
U188	*Benzene, hydroxy-
U220	*Benzene, methyl-
U105	*Benzene, 1-methyl-2,4-dinitro-
U106	*Benzene, 1-methyl-2,6-dinitro-
U203	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-allyl-
U141	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propenyl-
U090	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propyl-
U055	Benzene, (1-methylethyl)-(I)
U169	*Benzene, nitro-(I,T)
U183	Benzene, pentachloro-
U185	Benzene, pentachloro-nitro-
U020	Benzenesulfonic acid chloride (C,R)
U020	Benzenesulfonyl chloride (C,R)
U207	Benzene, 1,2,4,5-Tetrachloro-
U023	Benzene, (trichloromethyl)-(C,R,T)
U234	Benzene, 1,3,5-trinitro-(R,T)
U021	Benzidine
U202	1,2-Benzisothiazolin-3-one, 1,1-dioxide
U120	Benzo[j,k] fluorene
U022	Benzo[a]pyrene
U022	3,4-Benzopyrene
U197	p-Benzoquinone
U023	Benzotrichloride (C,R,T)
U050	1,2-Benzphenanthrene
U085	2,2'-Bioxirane (I,T)
U021	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine
U073	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dichloro-
U091	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dimethoxy-
U095	[1,1'-Biphenyl]-4,4'-diamine, 3,3'-dimethyl-
U024	Bis(2-chloroethoxy) methane
U027	Bis(2-chloroisopropyl) ether
U244	Bis(dimethylthiocarbamoyl) disulfide
U028	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
U246	Bromine cyanide
U225	Bromoform

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
U030	4-Bromophenyl phenyl ether
U128	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4,-hexachloro-
U172	1-Butanamine, N-butyl-N-nitroso-
U035	Butanoic acid, 4-[Bis(2-chloroethyl) amino] benzene-
U031	1-Butanol (I)
U159	2-Butanone (I,T)
U160	2-Butanone peroxide (R,T)
U053	*2-Butenal
U074	2-Butene, 1,4,-dichloro-(I,T)
U031	n-Butyl alcohol (I)
U136	Cacodylic acid
U032	*Calcium chromate
U238	Carbamic acid, ethyl ester
U178	Carbamic acid, methylnitroso-, ethyl ester
U176	Carbamide, N-ethyl-N-nitroso-
U177	Carbamide, N-methyl-N-nitroso-
U219	Carbamide, thio-
U097	Carbamoyl chloride, dimethyl-
U215	Carbonic acid, dithallium(I) salt
U156	Carbonochloridic acid, methyl ester (I,T)
U033	Carbon oxyfluoride (R,T)
U211	*Carbon tetrachloride
U033	Carbonyl fluoride (R,T)
U034	Chloral
U035	Chlorambucil
U036	*Chlordane, technical
U026	Chlornaphazine
U037	*Chlorobenzene
U245	1-(p-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methylindole-3-acetic acid
U039	4-Chloro-m-cresol
U041	1-Chloro-2,3-epoxypropane
U042	2-Chloroethyl vinyl ether
U044	*Chloroform
U046	Chloromethyl methyl ether
U047	beta-Chloronaphthalene
U048	o-Chlorophenol
U049	4-Chloro-o-toluidine, hydrochloride
U032	*Chromic acid, calcium salt
U050	Chrysene
U051	Creosote
U052	*Cresols
U052	Cresylic acid
U053	*Crotonaldehyde
U055	Cumene (I)
U246	Cyanogen bromide
U197	1,4-Cyclohexadienedione
U056	*Cyclohexane (I)
U057	Cyclohexanone (I)
U130	*1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-hexachloro-
U058	Cyclophosphamide
U240	*2,4-D, salts and esters
U059	Daunomycin
U060	*DDD
U061	*DDT
U142	*Decachlorooctahydro-1,3,4-metheno-2H-cyclobuta [c,d]-pentalen-2-one
U062	Diallate
U133	Diamine (R,T)
U221	Diaminotoluene
U063	Dibenz [a,h] anthracene
U063	1,2:5,6-Dibenzarithracene
U064	1,2:7,8-Dibenzopyrene
U064	Dibenz [a,i] pyrene
U066	1,2-Dibromo-3-chloropropane
U069	*Dibutyl phthalate
U062	S-(2,3-Dichloroallyl) diisopropylthiocarbamate
U070	*o-Dichlorobenzene
U071	*m-Dichlorobenzene
U072	*p-Dichlorobenzene
U073	3,3'-Dichlorobenzidine
U074	1,4-Dichloro-2-butene (I,T)
U075	Dichlorodifluoromethane
U192	3,5-Dichloro-N-(1,1-dimethyl-2-propynyl) benzamide
U060	*Dichloro diphenyl dichloroethane
U061	*Dichloro diphenyl trichloroethane
U078	*1,1-Dichloroethylene
U079	1,2-Dichloroethylene
U025	Dichloroethyl ether
U081	2,4-Dichlorophenol
U082	2,6-Dichlorophenol
U240	*2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, salts and esters
U083	*1,2-Dichloropropane
U084	*1,3-Dichloropropene
U085	1,2:3,4-Diepoxybutane (I,T)
U108	1,4-Diethylene dioxide
U086	N,N-Diethylhydrazine
U087	O,O-Diethyl-S-methyl-dithiophosphate
U088	Diethyl phthalate
U089	Diethylstilbestrol
U148	1,2-Dihydro-3,6-pyradizinedione
U090	Dihydrosafrole
U091	3,3'-Dimethoxybenzidine
U092	*Dimethylamine (I)
U093	Dimethylaminoazobenzene
U094	7,12-Dimethylbenz[a] anthracene
U095	3,3'-Dimethylbenzidine
U096	alpha,alpha-Dimethylbenzylhydroperoxide (R)
U097	Dimethylcarbamoyl chloride
U098	1,1-Dimethylhydrazine
U099	1,2-Dimethylhydrazine
U101	*2,4-Dimethylphenol
U102	Dimethyl phthalate
U103	Dimethyl sulfate
U105	*2,4-Dinitrotoluene
U106	*2,6-Dinitrotoluene
U107	Di-n-octyl phthalate
U108	1,4-Dioxane
U109	1,2-Diphenylhydrazine
U110	Dipropylamine (I)
U111	Di-n-propylnitrosamine
U001	*Ethanal (I)
U174	Ethanamine, N-ethyl-N-nitroso-
U067	*Ethane, 1,2-dibromo-
U076	Ethane, 1,1-dichloro-
U077	*Ethane, 1,2-dichloro-
U114	1,2-Ethanediylbiscarbamodithioic acid
U131	Ethane, 1,1,1,2,2,2-hexachloro-
U024	Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis [2-chloro-
U003	*Ethanenitrile (I,T)
U117	Ethane, 1,1'-oxybis-(I)
U025	Ethane, 1,1'-oxybis [2-chloro-
U184	Ethane, pentachloro-
U208	Ethane, 1,1,1,2-tetrachloro-
U209	Ethane, 1,1,2,2-tetrachloro-
U218	Ethanethioamide
U227	Ethane, 1,1,2-trichloro-
U043	Ethene, chloro-
U042	Ethene, 2-chloroethoxy-
U078	*Ethene, 1,1-dichloro-
U079	Ethene, trans-1,2-dichloro-
U210	Ethene, 1,1,2,2-tetrachloro-
U173	Ethanol, 2,2'-(nitrosoimino)bis-
U004	Ethanone, 1-phenyl-
U006	*Ethanoyl chloride (C,R,T)
U112	Ethyl acetate (I)
U113	Ethyl acrylate (I)
U238	Ethyl carbamate (urethan)
U038	Ethyl 4,4'-dichlorobenzilate
U114	Ethylenebis(dithiocarbamic acid)
U067	*Ethylene dibromide
U077	*Ethylene dichloride
U115	Ethylene oxide (I,T)
U116	Ethylene thiourea
U117	Ethyl ether (I)
U076	Ethylidene dichloride
U118	Ethyl methacrylate
U119	Ethyl methanesulfonate
U139	Ferric dextran
U120	Fluoranthene
U122	*Formaldehyde
U123	*Formic acid (C,T)
U124	Furan (I)
U125	2-Furancarboxaldehyde (I)
U147	*2,5-furandione
U213	Furan, tetrahydro- (I)
U125	*Furfural (I)
U124	Furfuran (I)
U206	D-Glucopyranose, 2-deoxy-2(3-methyl-3-nitrosoureido)-
U126	Glycidylaldehyde
U163	Guanidine, N-nitroso-N-methyl-N'-nitro-
U127	Hexachlorobenzene
U128	Hexachlorobutadiene
U129	*Hexachlorocyclohexane (gamma isomer)
U130	*Hexachlorocyclopentadiene
U131	Hexachloroethane
U132	Hexachlorophene
U243	Hexachloropropene
U133	Hydrazine (R,T)
U086	Hydrazine, 1,2-diethyl-
U098	Hydrazine, 1,1-dimethyl-
U099	Hydrazine, 1,2-dimethyl-
U109	Hydrazine, 1,2-diphenyl-
U134	*Hydrofluoric acid (C,T)
U134	*Hydrogen fluoride (C,T)
U135	Hydrogen sulfide
U096	Hydroperoxide, 1-methyl-1-phenylethyl- (R)
U136	Hydroxydimethylarsine oxide
U116	2-Imidazolidinethione
U137	Indeno (1,2,3-cd) pyrene
U245	Indomethacin
U139	Iron dextran
U140	Isobutyl alcohol (I,T)
U141	Isosafrole
U142	*Kepone
U143	Lasiocarpine
U144	*Lead acetate
U145	Lead phosphate
U146	Lead subacetate
U129	*Lindane
U147	*Maleic anhydride
U148	Maleic hydrazide
U149	Malononitrile
U150	Melphalan
U151	Mercury
U152	Methacrylonitrile (I,T)
U092	*Methanamine, N-methyl-(I)
U029	Methane, bromo-
U045	Methane, chloro-(I,T)
U046	Methane, chloromethoxy-
U068	Methane, dibromo-
U080	Methane, dichloro-
U075	Methane, dichlorodifluoro-
U138	Methane, iodo-
U119	Methanesulfonic acid, ethyl ester
U211	*Methane, tetrachloro-
U153	Methanethiol (I,T)
U225	Methane, tribromo-
U044	*Methane, trichloro-
U121	Methane, trichlorofluoro-
U123	*Methanoic acid (C,T)
U036	*4,7-Methanoindan, 1,2,4,5,6,7,8,8-octachloro-3a,4,-7,7a-tetrahydro-
U154	Methanol (I)
U155	Methapyrilene
U154	Methyl alcohol (I)
U029	Methyl bromide
U186	1-Methylbutadiene (I)
U045	Methyl chloride (I,T)
U156	Methyl chlorocarbonate (I,T)
U226	Methyl chloroform
U157	3-Methylcholanthrene
U158	4,4'-Methylenebis(2-chloroaniline)
U132	2,2'-Methylenebis(3,4,6-trichlorophenol)
U068	Methylene bromide
U080	Methylene chloride
U122	*Methylene oxide
U159	Methyl ethyl ketone (I,T)
U160	Methyl ethyl ketone peroxide (R,T)
U138	Methyl iodide
U161	Methyl isobutyl ketone (I)
U162	*Methyl methacrylate (I,T)
U163	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine
U161	4-Methyl-2-pentanone (I)
U164	Methylthiouracil
U010	Mitomycin C
U059	5,12-Naphthacenedione, (8S-cis)-8-acetyl-10-[(3-amino-2,3,- 6-trideoxy-alpha-L-lyxo-hexopyranosyl) oxy]-7,8,9,10-tetrahydro-6,8,11-trihydroxy-1-methoxy-
U165	*Naphthalene
U047	Naphthalene, 2-chloro-
U166	1,4-Naphthalenedione
U236	2,7-Naphthalenedisulfonic acid, 3,3'-[(3,3'-dimethyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diyl)]-bis(azo)bis(5-amino-4 hydroxy)-, tetrasodium salt
U166	1,4-Naphthaquinone
U167	1-Naphthylamine
U168	2-Naphthylamine
U167	alpha-Naphthylamine
U168	beta-Naphthylamine
U026	2-Naphthylamine, N,N'-bis(2-chloromethyl)-
U169	*Nitrobenzene (I,T)
U170	*p-Nitrophenol
U171	2-Nitropropane (I)
U172	N-Nitrosodi-n-butylamine
U173	N-Nitrosodiethanolamine
U174	N-Nitrosodiethylamine
U111	N-Nitrosodi-n-propylamine
U176	N-Nitroso-N-ethylurea
U177	N-Nitroso-N-methylurea
U178	N-Nitroso-N-methylurethane
U179	N-Nitrosopiperidine
U180	N-Nitrosopyrrolidine

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
U181	5-Nitro-o-toluidine
U193	1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide
U058	2H-1,3,2-Oxazaphosphorine, 2-[bis(2-chloroethyl) amino] tetrahydro-2-oxide
U115	Oxirane (I,T)
U041	*Oxirane, 2-(chloromethyl)-
U182	Paraldehyde
U183	Pentachlorobenzene
U184	Pentachloroethane
U185	Pentachloronitrobenzene
U242	*Pentachlorophenol
U186	1,3-Pentadiene (I)
U187	Phenacetin
U188	*Phenol
U048	Phenol, 2-chloro-
U039	Phenol, 4-chloro-3-methyl-
U081	Phenol, 2,4-dichloro-
U082	Phenol, 2,6-dichloro-
U101	*Phenol, 2,4-dimethyl-
U170	*Phenol, 4-nitro-
U242	*Phenol, pentachloro-
U212	Phenol, 2,3,4,6-tetrachloro-
U230	*Phenol, 2,4,5-trichloro-
U231	*Phenol, 2,4,6-trichloro-
U137	1,10-(1,2-Phenylene)pyrene
U145	Phosphoric acid, lead salt
U087	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl-, S-methyl ester
U189	Phosphorous sulfide (R)
U190	Phthalic anhydride
U191	2-Picoline
U192	Pronamide
U194	1-Propanamine (I,T)
U110	1-Propanamine, N-propyl-(I)
U066	Propane, 1,2-dibromo-3-chloro-
U149	Propanedinitrile
U171	Propane, 2-nitro-(I)
U027	Propane, 2,2'oxybis[2-chloro-
U193	1,3-Propane sultone
U235	1-Propanol, 2,3-dibromo-, phosphate (3:1)
U126	1-Propanol, 2,3-epoxy-
U140	1-Propanol, 2-methyl-(I,T)
U002	2-Propanone (I)
U007	2-Propenamide
U084	*Propene, 1,3-dichloro-
U243	1-Propene, 1,1,2,3,3,3-hexachloro-
U009	*2-Propenenitrile
U152	2-Propenenitrile, 2-methyl-(I,T)
U008	2-Propenoic acid (I)
U113	2-Propenoic acid, ethyl ester (I)
U118	2-Propenoic acid, 2-methyl-, ethyl ester
U162	*2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester (I,T)
U233	*Propionic acid, 2-(2,4,5-trichlorophenoxy)-
U194	n-Propylamine (I,T)
U083	*Propylene dichloride
U196	Pyridine
U155	Pyridine, 2-[(2-dimethylamino)ethyl)-2-thenylamino]-
U179	Pyridine, hexahydro-N-nitroso-
U191	Pyridine, 2-methyl-
U164	4(1H)-Pyrimidinone, 2,3-dihydro-6-methyl-2-thioxo-
U180	Pyrrole, tetrahydro-N-nitroso-
U200	Reserpine
U201	*Resorcinol
U202	Saccharin and salts
U203	Safrole
U204	Selenious acid
U204	*Selenium dioxide
U205	Selenium disulfide (R,T)
U015	L-Serine, diazoacetate (ester)
U233	*Silvex
U089	4,4'-Stilbenediol, alpha, alpha'-diethyl-
U206	Streptozotcin
U135	Sulfur hydride
U103	Sulfuric acid, dimethyl ester
U189	Sulfur phosphide (R)
U205	Sulfur selenide (R,T)
U232	*2,4,5-T
U207	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene
U208	1,1,1,2-Tetrachloroethane
U209	1,1,2,2-Tetrachloroethane
U210	Tetrachloroethylene
U212	2,3,4,6-Tetrachlorophenol
U213	Tetrahydrofuran (I)
U214	Thallium(I) acetate
U215	Thallium(I) carbonate
U216	Thallium(I) chloride
U217	Thallium(I) nitrate
U218	Thioacetamide
U159	Thiomethanol (I,T)
U219	Thiourea
U244	Thiram
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U223	Toluene diisocyanate (R,T)
U222	o-Toluidine hydrochloride
U011	1H-1,2,4-Triazol-3-amine
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane
U228	*Trichloroethene
U228	*Trichloroethylene
U121	Trichloromonofluoromethane
U230	*2,4,5-Trichlorophenol
U231	*2,4,6-Trichlorophenol
U232	*2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U234	sym-Trinitrobenzene (R,T)
U182	1,3,5-Trioxane, 2,4,5-trimethyl-
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil, 5[bis(2-chloromethyl)amino]-
U237	Uracil mustard
U043	Vinyl chloride
U239	*Xylene (I)
U200	Yohimban-16-carboxylic acid, 11,17-dimethoxy-18-[(3,4,5-trimethoxy-benzoyl)oxy]-, methylester
P012	*Arsenic(III) oxide
P011	*Arsenic pentoxide
P011	*Arsenic(V) oxide
P012	*Arsenic trioxide
P038	Arsine, diethyl-
P054	Aziridine
P013	*Barium cyanide
P024	Benzenamine, 4-chloro-
P077	Benzenamine, 4-nitro-
P028	*Benzene, (chloromethyl)-
P042	1,2-Benzenediol, 4-[1-hydroxy-2-(methylamino) ethyl]-
P014	Benzenethiol
P028	*Benzyl chloride
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P021	*Calcium cyanide
P123	Camphene, octachloro-
P103	Carbamimidoselenoic acid
P022	*Carbon bisulfide
P022	*Carbon disulfide
P095	*Carbonyl chloride
P033	*Chlorine cyanide
P023	Chloroacetaldehyde
P024	p-Chloroaniline
P026	1-(o-Chlorophenyl)thiourea
P027	3-Chloropropionitrile
P029	Copper cyanides
P030	Cyanides (soluble cyanide salts), not elsewhere specified
P031	Cyanogen
P033	*Cyanogen chloride
P036	Dichlorophenylarsine
P037	*Dieldrin
P038	Diethylarsine
P039	*O,O-Diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] phosphorodithioate
P041	Diethyl-p-nitrophenyl phosphate
P040	O,O-Diethyl O-pyrazinyl phosphorothioate
P043	Diisopropyl fluorophosphate
P044	Dimethoate
P045	3,3-Dimethyl-1-(methylthio)-2-butanone, O-[(methyl- amino)carbonyl] oxime
P071	*O,O-Dimethyl O-p-nitrophenyl phosphorothioate
P082	Dimethylnitrosamine
P046	alpha,alpha-Dimethylphenethylamine
P047	4,6-Dinitro-o-cresol and salts
P034	4,6-Dinitro-o-cyclohexylphenol
P048	*2,4-Dinitrophenol
P020	Dinoseb
P085	Diphosphoramide, octamethyl-
P039	*Disulfoton
P049	2,4-Dithiobiuret
P109	Dithiopyrophosphonic acid, tetraethyl ester
P050	*Endosulfan
P088	Endothall
P051	*Endrin
P042	Epinephrine
P046	Ethanamine,1,1-dimethyl-2-phenyl-
P084	Ethenamine,N-methyl-N-nitroso-
P101	Ethyl cyanide
P054	Ethyleneimine
P097	Famphur
P056	Fluorine
P057	Fluoroacetamide
P058	Fluoroacetic acid, sodium salt
P065	Fulminic acid, mercury (II) salt (R,T)
P059	*Heptachlor
P051	*1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,endo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P037	*1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy,1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,exo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P060	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo,endo-dimethanonaphthalene
P004	*1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo,exo-dimethanonaphthalene
P060	Hexachlorohexahydro-exo,exo-dimethanonaphthalene
P062	Hexaethyl tetraphosphate
P116	Hydrazinecarbothioamide
P068	Hydrazine, methyl-
P063	*Hydrocyanic acid
P063	*Hydrogen cyanide
P096	Hydrogen phosphide
P064	Isocyanic acid, methyl ester
P007	3(2H)-Isoxazolone,5-(aminomethyl)-
P092	Mercury,(acetato-O)phenyl-
P065	Mercury fulminate (R,T)
P016	Methane,oxybis[chloro-
P112	Methane, tetranitro-(R)
P118	Methanethiol, trichloro-
P059	*4,7-Methano-1H-indene,1,4,5,7,8,8-heptachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-
P066	Methomyl
P067	2-Methylaziridine
P068	Methyl hydrazine
P064	Methyl isocyanate
P069	*2-Methyllactonitrile
P071	*Methyl parathion
P072	alpha-Naphthylthiourea
P073	Nickel carbonyl
P074	Nickel cyanide
P074	Nickel(II) cyanide
P073	Nickel tetracarbonyl
P075	Nicotine and salts
P076	Nitric oxide
P077	p-Nitroaniline
P076	*Nitrogen dioxide
P078	Nitrogen(II) oxide
P078	*Nitrogen(IV) oxide
P081	Nitroglycerine (R)
P082	N-Nitrosodimethylamine
P084	N-Nitrosomethylvinylamine
P050	*5-Norbornene-2,3-dimethanol, 1,4,5,6,7,7-Hexachloro cyclic sulfite
P085	Octamethylpyrophosphoramide
P087	Osmium oxide
P087	Osmium tetroxide
P088	7-Oxabicyclo[2.2.1] heptane-2,3-dicarboxylic acid
P089	*Parathion
P034	Phenol, 2-cyclohexyl-4,6-dinitro-
P048	*Phenol, 2,4-dinitro-
P047	Phenol, 2,4-dinitro-6-methyl-
P020	Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-
P009	Phenol, 2,4,6-trinitro-, ammonium salt (R)
P036	Phenyl dichloroarsine
P092	Phenylmercuric acetate
P093	N-Phenylthiourea
P094	Phorate
P095	*Phosgene
P096	Phosphine
P041	Phosphoric acid, diethyl p-nitrophenyl ester
P044	Phosphorodithioic acid, 0,0-dimethyl S-[2-(methyl-amino)-2-oxoethyl] ester
P043	Phosphorofluoric acid, bis(1-methylethyl) ester
P094	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl S-(ethylthio)methyl ester
P089	*Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(p-nitrophenyl) ester
P040	Phosphorothioic acid, O-O-diethyl O-pyrazinyl ester
P097	Phosophorothioic acid, O,O-dimethyl O-[p-[(dimethyl-amino)-sulfonyl]phenyl] ester
P110	*Plumbane, tetraethyl-

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
P098	*Potassium cyanide
P099	Potassium silver cyanide
P070	Propanal, 2-methyl-2-(methylthio)-, O-[(methylamino) carbonyl] oxime
P101	Propanenitrile
P027	Propanenitrile, 3-chloro-
P069	*Propanenitrile, 2-hydroxy-2-methyl-
P081	1,2,3-Propanetriol, trinitrate (R)
P017	2-Propanone, 1-bromo-
P102	Propargyl alcohol
P003	*2-Propenal
P005	*2-Propen-1-ol
P067	1,2-Propylenimine
P102	2-Propyn-1-ol
P008	4-Pyridinamine
P075	Pyridine, (S)-3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl)-, and salts
P111	*Pyrophosphoric acid, tetraethyl ester
P103	Selenourea
P104	Silver cyanide
P105	Sodium azide
P106	*Sodium cyanide
P107	Strontium sulfide
P108	*Strychnidin-10-one, and salts
P018	Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-
P108	Strychnine and salts
P115	*Sulfuric acid, thallium(I) salt
P109	Tetraethyldithiopyrophosphate
P110	*Tetraethyl lead
P111	*Tetraethylpyrophosphate
P112	Tetranitromethane (R)
P062	Tetraphosphoric acid, hexaethyl ester
P113	Thallic oxide
P113	Thallium(III) oxide
P114	Thallium(I) selenide
P115	*Thallium(I) sulfate
P045	Thiofanox
P049	Thioimidodicarbonic diamide
P014	Thiophenol
P116	Thiosemicarbazide
P026	Thiourea, (2-chlorophenyl)-
P072	Thiourea, 1-naphthalenyl-
P093	Thiourea, phenyl-
P123	*Toxaphene
P118	Trichloromethanethiol
P119	Vanadic acid, ammonium salt
P120	*Vanadium pentoxide
P120	*Vanadium(V) oxide
P001	Warfarin
P121	*Zinc cyanide
P122	*Zinc phosphide (R,T)
F001	The following spent halogenated solvents used in degreasing: tetrachloroethylene, trichloroethylene, methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, carbon tetrachloride, and chlorinated fluorocarbons; and sludges from the recovery of these solvents in degreasing operations.
F002	The following spent halogenated solvents: tetrachloroethylene, methylene chloride, trichloroethylene, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane, orthodichlorobenzene, and trichlorofluoromethane; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F003	The following spent non-halogenated solvents: xylene, acetone, ethyl acetate, ethyl benzene, ethyl ether, methyl isobutyl ketone, n-butyl alcohol, cyclohexanone, and methanol; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F004	The following spent non-halogenated solvents: cresols and cresylic acid, and nitrobenzene; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F005	The following spent non-halogenated solvents: toluene, methyl ethyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, and pyridine; and the still bottoms from the recovery of these solvents.
F006	Wastewater treatment sludges from electroplating operations except from the following processes: (1) sulfuric acid anodizing of aluminum; (2) tin plating on carbon steel; (3) zinc plating (segregated basis) on carbon steel; (4) aluminum or zinc-aluminum plating on carbon steel; (5) cleaning/stripping associated with tin, zinc and aluminum plating on carbon steel; and (6) chemical etching and milling of aluminum.

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
F019	Wastewater treatment sludges for the chemical conversion coating of aluminum.
F007	Spent cyanide plating bath solutions from electroplating operations (except for precious metals electroplating spent cyanide plating bath solutions).
F008	Plating bath sludges from the bottom of plating baths from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating plating bath sludges).
F009	Spent stripping and cleaning bath solutions from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating spent stripping and cleaning bath solutions).
F010	Quenching bath sludge from oil baths from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat-treating quenching bath sludges).
F011	Spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning from metal heat treating operations (except for precious metals heat treating spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning).
F012	Quenching wastewater treatment sludges from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat treating quenching wastewater treatment sludges).
F015	Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.
K001	Bottom sediment sludge from the treatment of wastewaters from wood preserving processes that use creosote and/or pentachlorophenol.
K002	Wastewater treatment sludge from the production of chrome yellow and orange pigments.
K003	Wastewater treatment sludge from the production of molybdate orange pigments.
K004	Wastewater treatment sludge from the production of zinc yellow pigments.
K005	Wastewater treatment sludge from the production of chrome green pigments.
K006	Wastewater treatment sludge from the production of chrome oxide green pigments (anhydrous and hydrated).
K007	Wastewater treatment sludge from the production of iron blue pigments.
K008	Oven residue from the production of chrome oxide green pigments.
K009	Distillation bottoms from the production of acetaldehyde from ethylene.
K010	Distillation side cuts from the production of acetaldehyde from ethylene.
K011	Bottom stream from the wastewater stripper in the production of acrylonitrile.
K013	Bottom stream from the acetonitrile column in the production of acrylonitrile.
K014	Bottoms from the acetonitrile purification column in the production of acrylonitrile.
K015	Still bottoms from the distillation of benzyl chloride.
K016	Heavy ends or distillation residues from the production of carbon tetrachloride.
K017	Heavy ends (still bottoms) from the purification column in the production of epichlorohydrin.
K018	Heavy ends from the fractionation column in ethyl chloride production.
K019	Heavy ends from the distillation of ethylene dichloride in ethylene dichloride production.
K020	Heavy ends from the distillation of vinyl chloride in vinyl chloride monomer production.
K021	Aqueous spent antimony catalyst waste from fluoromethanes production.
K022	Distillation bottom tars from the production of phenol/acetone from cumene.
K023	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from naphthalene.
K024	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from naphthalene.
K093	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene.
K094	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene.

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
K025	Distillation bottoms from the production of nitrobenzene by the nitration of benzene.
K026	Stripping still tails from the production of methyl ethyl pyridines.
K027	Centrifuge and distillation residues from toluene diisocyanate production.
K028	Spent catalyst from the hydrochlorinator reactor in the production of 1,1,1-trichloroethane.
K029	Waste from the product steam stripper in the production of 1,1,1-trichloroethane.
K095	Distillation bottoms from the production of 1,1,1-trichloroethane.
K096	Heavy ends from the heavy ends column from the production of 1,1,1-trichloroethane.
K030	Column bottoms or heavy ends from the combined production of trichloroethylene and perchloroethylene.
K083	Distillation bottoms from aniline production.
K103	Process residues from aniline extraction from the production of aniline.
K104	Combined wastewater streams generated from nitrobenzene/aniline production.
K085	Distillation or fractionation column bottoms from the production of chlorobenzenes.
K105	Separated aqueous stream from the reactor product washing step in the production of chlorobenzenes.
K071	Brine purification muds from the mercury cell process in chlorine production, where separately prepurified brine is not used.
K073	Chlorinated hydrocarbon waste from the purification step of the diaphram cell process using graphite anodes in chlorine production.
K106	Wastewater treatment sludge from the mercury cell process in chlorine production.
K031	By-product salts generated in the production of MSMA and cacodylic acid.
K032	Wastewater treatment sludge from the production of chlordane.
K033	Wastewater and scrub water and scrub water from the chlorination of cyclopentadiene in the production of chlordane.
K034	Filter solids from the filtration of hexachlorocyclopentadiene in the production of chlordane.
K097	Vacuum stripper discharge from the chlordane chlorinator in the production of chlordane.
K035	Wastewater treatment sludges generated in the production of creosote.
K036	Still bottoms from toluene reclamation distillation in the production of disulfoton.
K037	Wastewater treatment sludges from the production of disulfoton.
K038	Wastewater from the washing and stripping of phorate production.
K039	Filter cake from filtration of diethylphosphorodithioic acid in the production of phorate.
K040	Wastewater treatment sludge from the production of phorate.
K041	Wastewater treatment sludge from the production of toxaphene.
K098	Untreated process wastewater from the production to toxaphene.
K042	Heavy ends or distillation residues from the distillation of tetrachlorobenzene in the production of 2,4,5-T.
K043	2,6-Dichlorophenol waste from the production of 2,4-D
K099	Untreated wastewater from the production of 2,4-D.
K044	Wastewater treatment sludges from the manufacturing and processing of explosives.
K045	Spent carbon from the treatment of wastewater containing explosives.
K046	Wastewater treatment sludges from the manufacturing, formulation and loading of lead-based initiating compounds.
K047	Pink/red water from TNT operations.
K048	Dissolved air flotation (DAF) float from the petroleum refining industry.
K049	Slop oil emulsion solids from the petroleum refining industry.
K050	Heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry.

Specific Chemical Wastes—Continued

EPA hazardous waste No.	Substance
K051	API separator sludge from the petroleum refining industry.
K052	Tank bottoms (leaded) from the petroleum refining industry.
K061	Emission control dust/sludge from the primary production of steel in electric furnaces
K062	Spent pickle liquor from steel finishing operations.
K069	Emission control dust/sludge from secondary lead smelting.
K100	Waste leaching solution from acid leaching of emission control dust/sludge from secondary lead smelting
K084	Wastewater treatment sludges generated during the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.
K101	Distillation tar residues from the distillation of aniline-based compounds in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.
K102	Residue from the use of activated carbon for decolorization in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.
K086	Solvent washes and sludges, caustic washes and sludges, or water washes and sludges from cleaning tubs and equipment used in the formulation of ink from pigments, driers, soaps, and stabilizers containing chromium and lead.
K060	Ammonia still lime sludge from coking operations.
K087	Decanter tank tar sludge from coking operations

BILLING CODE 4910-60-M

(i) More than 10 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Three or more portions in more than one sample when less than 20 samples are examined per month; or

(iii) Three or more portions in more than five percent of the samples when 20 or more samples are examined per month.

(2) When the fermentation tube method and 100 milliliter standard portions pursuant to § 141.21(a) are used, coliform bacteria shall not be present in any of the following:

(i) More than 60 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Five portions in more than one sample when less than five samples are examined per month; or

(iii) Five portions in more than 20 percent of the samples when five or more samples are examined per month.

(c) For community or non-community systems that are required to sample at a rate of less than 4 per month, compliance with paragraph (a), (b)(1), or (b)(2) of this section shall be based upon sampling during a 3 month period, except that, at the discretion of the State, compliance may be based upon sampling during a one-month period.

§ 141.15 Maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity in community water systems.

The following are the maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity:

(a) Combined radium-226 and radium-228—5 pCi/1.

(b) Gross alpha particle activity (including radium-226 but excluding radon and uranium)—15 pCi/1.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.16 Maximum contaminant levels for beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in community water systems.

(a) The average annual concentration of beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in drinking water shall not produce an annual dose equivalent to the total body or any internal organ greater than 4 millirem/year.

(b) Except for the radionuclides listed in Table A, the concentration of man-made radionuclides causing 4 mrem total body or organ dose equivalents shall be calculated on the basis of a 2 liter per day drinking water intake using the 168 hour data listed in *"Maximum Permissible Body Burdens and Maximum Permissible Concentration of Radionuclides in Air or Water for Occupational Exposure,"* NBS Handbook 69 as amended August 1963, U.S. Department of Commerce. If two or more radionuclides are present, the sum of their annual dose equivalent to the total body or to any organ shall not exceed 4 millirem/year.

TABLE A.—*Average annual concentrations assumed to produce a total body or organ dose of 4 mrem/yr*

Radionuclide	Critical organ	pCi per liter
Tritium	Total body	20,000
Strontium-90	Bone marrow	8

[41 FR 28404, July 9, 1976]

Subpart C—Monitoring and Analytical Requirements

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community water systems and non-community water systems shall analyze for coliform bacteria for the purpose of determining compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 662-688, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters

or 100 milliliters as described in § 141.14(b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

(b) The supplier of water for a community water system shall take coliform density samples at regular time intervals, and in number proportionate to the population served by the system. In no event shall the frequency be less than as set forth below:

Population served	Minimum number of samples per month
25 to 1,000	1
1,001 to 2,500	2
2,501 to 3,300	3
3,301 to 4,100	4
4,101 to 4,900	5
4,901 to 5,800	6
5,801 to 6,700	7
6,701 to 7,600	8
7,601 to 8,500	9
8,501 to 9,400	10
9,401 to 10,300	11
10,301 to 11,100	12
11,101 to 12,000	13
12,001 to 12,900	14
12,901 to 13,700	15
13,701 to 14,600	16
14,601 to 15,500	17
15,501 to 16,300	18
16,301 to 17,200	19
17,201 to 18,100	20
18,101 to 18,900	21
18,901 to 19,800	22
19,801 to 20,700	23
20,701 to 21,500	24
21,501 to 22,300	25
22,301 to 23,200	26
23,201 to 24,000	27
24,001 to 24,900	28
24,901 to 25,000	29
25,001 to 28,000	30
28,001 to 33,000	35
33,001 to 37,000	40
37,001 to 41,000	45
41,001 to 46,000	50
46,001 to 50,000	55
50,001 to 54,000	60
54,001 to 59,000	65
59,001 to 64,000	70
64,001 to 70,000	75
70,001 to 76,000	80
76,001 to 83,000	85
83,001 to 90,000	90
90,001 to 96,000	95
96,001 to 111,000	100
111,001 to 130,000	110
130,001 to 160,000	120
160,001 to 190,000	130
190,001 to 220,000	140
220,001 to 250,000	150
250,001 to 290,000	160
290,001 to 320,000	170
320,001 to 360,000	180
360,001 to 410,000	190
410,001 to 450,000	200
450,001 to 500,000	210
500,001 to 550,000	220
550,001 to 600,000	230
600,001 to 660,000	240
660,001 to 720,000	250
720,001 to 780,000	260
780,001 to 840,000	270
840,001 to 910,000	280
910,001 to 970,000	290
970,001 to 1,050,000	300
1,050,001 to 1,140,000	310
1,140,001 to 1,230,000	320
1,230,001 to 1,320,000	330
1,320,001 to 1,420,000	340
1,420,001 to 1,520,000	350
1,520,001 to 1,630,000	360
1,630,001 to 1,730,000	370
1,730,001 to 1,850,000	380
1,850,001 to 1,970,000	390
1,970,001 to 2,090,000	400
2,090,001 to 2,270,000	410
2,270,001 to 2,510,000	420
2,510,001 to 2,750,000	430
2,750,001 to 3,020,000	440
3,020,001 to 3,320,000	450
3,320,001 to 3,620,000	460
3,620,001 to 3,960,000	470
3,960,001 to 4,310,000	480
4,310,001 to 4,690,000	490
4,690,001 or more	500

Based on a history of no coliform bacterial contamination and on a sanitary survey by the State showing the water system to be supplied solely by a protected ground water source and free of sanitary defects, a community water system serving 25 to 1,000 persons, with written permission from the State, may reduce this sampling frequency except that in no case shall it be reduced to less than one per quarter.

(c) The supplier of water for a non-community water system shall sample for coliform bacteria in each calendar quarter during which the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after the effective date of this part. If the State, on the basis of a sanitary survey, determines that some other frequency is more appropriate, that frequency shall be the frequency required under these regulations. Such frequency shall be confirmed or changed on the basis of subsequent surveys.

(d) (1) When the coliform bacteria in a single sample exceed four per 100 milliliters (§ 141.14(a)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show

less than one coliform bacterium per 100 milliliters.

(2) When coliform bacteria occur in three or more 10 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(1)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(3) When coliform bacteria occur in all five of the 100 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(2)), at least two daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(4) The location at which the check samples were taken pursuant to paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section shall not be eliminated from future sampling without approval of the State. The results from all coliform bacterial analyses performed pursuant to this subpart, except those obtained from check samples and special purpose samples, shall be used to determine compliance with the maximum contaminant level for coliform bacteria as established in § 141.14. Check samples shall not be included in calculating the total number of samples taken each month to determine compliance with § 141.21 (b) or (c).

(e) When the presence of coliform bacteria in water taken from a particular sampling point has been confirmed by any check samples examined as directed in paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section, the supplier of water shall report to the State within 48 hours.

(f) When a maximum contaminant level set forth in paragraph (a), (b) or (c) of § 141.14 is exceeded, the supplier of water shall report to the State and notify the public as prescribed in § 141.31 and § 141.32.

(g) Special purpose samples, such as those taken to determine whether disinfection practices following pipe placement, replacement, or repair have been sufficient, shall not be used to determine compliance with § 141.14 or § 141.21 (b) or (c).

(h) A supplier of water of a community water system or a non-community water system may, with the approval of the State and based upon a sanitary survey, substitute the use of chlorine residual monitoring for not more than 75 percent of the samples required to be taken by paragraph (b) of this section, *Provided*, That the supplier of water takes chlorine residual samples at points which are representative of the conditions within the distribution system at the frequency of at least four for each substituted microbiological sample. There shall be at least daily determinations of chlorine residual. When the supplier of water exercises the option provided in this paragraph (h) of this section, he shall maintain no less than 0.2 mg/l free chlorine throughout the public water distribution system. When a particular sampling point has been shown to have a free chlorine residual less than 0.2 mg/l, the water at that location shall be retested as soon as practicable and in any event within one hour. If the original analysis is confirmed, this fact shall be reported to the State within 48 hours. Also, if the analysis is confirmed, a sample for coliform bacterial analysis must be collected from that sampling point as soon as practicable and preferably within one hour, and the results of such analysis reported to the State within 48 hours after the results are known to the supplier of water. Analyses for residual chlorine shall be made in accordance with "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Ed., pp. 129–132. Compliance with the maximum contaminant levels for coliform bacteria shall be determined on the monthly mean or quarterly mean basis specified in § 141.14, including those samples taken as a result of failure to maintain the required chlorine residual level. The State may withdraw its approval of the use of chlorine residual substitution at any time.

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community water systems and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. The measurement shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 350–353, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 295–298, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(b) If the result of a turbidity analysis indicates that the maximum allowable limit has been exceeded, the sampling and measurement shall be confirmed by resampling as soon as practicable and preferably within one hour. If the repeat sample confirms that the maximum allowable limit has been exceeded, the supplier of water shall report to the State within 48 hours. The repeat sample shall be the sample used for the purpose of calculating the monthly average. If the monthly average of the daily samples exceeds the maximum allowable limit, or if the average of two samples taken on consecutive days exceeds 5 TU, the supplier of water shall report to the State and notify the public as directed in §§ 141.31 and 141.32.

(c) Sampling for non-community water systems shall begin within two years after the effective date of this part.

(d) The requirements of this § 141.22 shall apply only to public water systems which use water obtained in whole or in part from surface sources.

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) Analyses for the purpose of determining compliance with § 141.11 are required as follows:

(1) Analyses for all community water systems utilizing surface water sources shall be completed within one year following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at yearly intervals.

(2) Analyses for all community water systems utilizing only ground water sources shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at three-year intervals.

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground water sources, analyses for nitrate shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.11 exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses at the same sampling point within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall notify the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) The provisions of paragraphs (b) and (c) of this section notwithstanding, compliance with the maximum contaminant level for nitrate shall be determined on the basis of the mean of two analyses. When a level exceeding the maximum contaminant level for nitrate is found, a second analysis shall be initiated within 24 hours, and if the mean of the two analyses exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report his findings to the State pursu-

ant to § 141.31 and shall notify the public pursuant to § 141.32.

(e) For the initial analyses required by paragraph (a)(1), (2) or (3) of this section, data for surface waters acquired within one year prior to the effective date and data for ground waters acquired within 3 years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(f) Analyses conducted to determine compliance with § 141.11 shall be made in accordance with the following methods:

(1) Arsenic—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 95-96, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(2) Barium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 97-98, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(3) Cadmium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 101-103, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(4) Chromium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 105-106, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(5) Lead—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 112-113, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(6) Mercury—Flameless Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 118-126, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(7) Nitrate—Brucine Colorimetric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 461-464, or Cadmium Reduction Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 201-206, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(8) Selenium—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," p. 145, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(9) Silver—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", p. 146, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(10) Fluoride—Electrode Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 172-174, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 65-67, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 171-172 and 174-176, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 59-60, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

§ 141.24 Organic chemicals other than total trihalomethanes, sampling and analytical requirements.

(a) An analysis of substances for the purpose of determining compliance with § 141.12(a) and § 141.12(b) shall be made as follows:

(1) For all community water systems utilizing surface water sources, analyses shall be completed within one year

following the effective date of this part. Samples analyzed shall be collected during the period of the year designated by the State as the period when contamination by pesticides is most likely to occur. These analyses shall be repeated at intervals specified by the State but in no event less frequently than at three year intervals.

(2) For community water systems utilizing only ground water sources, analyses shall be completed by those systems specified by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.24 (a) and (b) exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) For the initial analysis required by paragraphs (a) (1) and (2) of this section, data for surface water acquired within one year prior to the effective date of this part and data for ground water acquired within three years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(e) Analyses made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Method for Organochlorine Pesticides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

(f) Analyses made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.25 Analytical Methods for Radioactivity.

(a) The methods specified in *Interim Radiochemical Methodology for Drinking Water*, Environmental Monitoring and Support Laboratory, EPA-600/4-75-008, USEPA, Cincinnati, Ohio 45268, or those listed below, are to be used to determine compliance with §§ 141.15 and 141.16 (radioactivity) except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) Gross Alpha and Beta—Method 302 "Gross Alpha and Beta Radioactivity in Water" *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 13th Edition, American Public Health Association, New York, N.Y., 1971.

(2) Total Radium—Method 304 "Radium in Water by Precipitation" Ibid.

(3) Radium-226—Method 305 "Radium-226 by Radon in Water" Ibid.

(4) Strontium-89,90 — Method 303 "Total Strontium and Strontium-90 in Water" Ibid.

(5) Tritium—Method 306 "Tritium in Water" Ibid.

(6) Cesium-134 — ASTM D-2459 "Gamma Spectrometry in Water," *1975 Annual Book of ASTM Standards, Water and Atmospheric Analysis*, Part 31, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA. (1975).

(7) Uranium—ASTM D-2907 "Microquantities of Uranium in Water by Fluorometry," Ibid.

(b) When the identification and measurement of radionuclides other than those listed in paragraph (a) of this section is required, the following references are to be used, except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) *Procedures for Radiochemical Analysis of Nuclear Reactor Aqueous*

Solutions, H. L. Krieger and S. Gold, EPA-R4-73-014. USEPA, Cincinnati, Ohio, May 1973.

(2) *HASL Procedure Manual*, Edited by John H. Harley. HASL 300, ERDA Health and Safety Laboratory, New York, N.Y., 1973.

(c) For the purpose of monitoring radioactivity concentrations in drinking water, the required sensitivity of the radioanalysis is defined in terms of a detection limit. The detection limit shall be that concentration which can be counted with a precision of plus or minus 100 percent at the 95 percent confidence level (1.96σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample).

(1) To determine compliance with § 141.15(a) the detection limit shall not exceed 1 pCi/1. To determine compliance with § 141.15(b) the detection limit shall not exceed 3 pCi/1.

(2) To determine compliance with § 141.16 the detection limits shall not exceed the concentrations listed in Table B.

TABLE B.—DETECTION LIMITS FOR MAN-MADE BETA PARTICLE AND PHOTON EMITTERS

Radionuclide	Detection limit
Tritium	1,000 pCi/1.
Strontium-89	10 pCi/1.
Strontium-90	2 pCi/1.
Iodine-131	1 pCi/1.
Cesium-134	10 pCi/1.
Gross beta	4 pCi/1.
Other radionuclides	1/10 of the applicable limit.

(d) To judge compliance with the maximum contaminant levels listed in §§ 141.15 and 141.16, averages of data shall be used and shall be rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.26 Monitoring Frequency for Radioactivity in Community Water Systems.

(a) Monitoring requirements for gross alpha particle activity, radium-226 and radium-228.

(1) Initial sampling to determine compliance with § 141.15 shall begin within two years of the effective date of these regulations and the analysis shall be completed within three years of the effective date of these regulations. Compliance shall be based on the analysis of an annual composite of four consecutive quarterly samples or the average of the analyses of four samples obtained at quarterly intervals.

(i) A gross alpha particle activity measurement may be substituted for the required radium-226 and radium-228 analysis *Provided*, That the measured gross alpha particle activity does not exceed 5 pCi/1 at a confidence level of 95 percent (1.65σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample). In localities where radium-228 may be present in drinking water, it is recommended that the State require radium-226 and/or radium-228 analyses when the gross alpha particle activity exceeds 2 pCi/1.

(ii) When the gross alpha particle activity exceeds 5 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-226. If the concentration of radium-226 exceeds 3 pCi/1 the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-228.

(2) For the initial analysis required by paragraph (a)(1) of this section, data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) Suppliers of water shall monitor at least once every four years following the procedure required by paragraph (a)(1) of this section. At the discretion of the State, when an annual record taken in conformance with paragraph (a)(1) of this section has established that the average annual concentration is less than half the maximum contaminant levels established by § 141.15, analysis of a single sample may be substituted for the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(i) More frequent monitoring shall be conducted when ordered by the State in the vicinity of mining or other operations which may contribute alpha particle radioactivity to either surface or ground water sources of drinking water.

(ii) A supplier of water shall monitor in conformance with paragraph (a)(1) of this section within one year of the introduction of a new water source for a community water system. More frequent monitoring shall be conducted

when ordered by the State in the event of possible contamination or when changes in the distribution system or treatment processing occur which may increase the concentration of radioactivity in finished water.

(iii) A community water system using two or more sources having different concentrations of radioactivity shall monitor source water, in addition to water from a free-flowing tap, when ordered by the State.

(iv) Monitoring for compliance with § 141.15 after the initial period need not include radium-228 *except when* required by the State, *Provided*, That the average annual concentration of radium-228 has been assayed at least once using the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(v) Suppliers of water shall conduct annual monitoring of any community water system in which the radium-226 concentration exceeds 3 pCi/1, when ordered by the State.

(4) If the average annual maximum contaminant level for gross alpha particle activity or total radium as set forth in § 141.15 is exceeded, the supplier of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and notify the public as required by § 141.32. Monitoring at quarterly intervals shall be continued until the annual average concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(b) Monitoring requirements for manmade radioactivity in community water systems.

(1) Within two years of the effective date of this part, systems using surface water sources and serving more than 100,000 persons and such other community water systems as are designated by the State shall be monitored for compliance with § 141.16 by analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. Compliance with § 141.16 may be assumed without further analysis if the average annual concentration of gross beta particle activity is less than 50 pCi/1 and if the average annual concentrations of tritium and strontium-90 are less than those listed in Table A, *Provided*, That if both radionuclides are present the sum of their annual dose equivalents to bone marrow shall not exceed 4 millirem/year.

(i) If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) Suppliers of water shall conduct additional monitoring, as ordered by the State, to determine the concentration of man-made radioactivity in principal watersheds designated by the State.

(iii) At the discretion of the State, suppliers of water utilizing only ground waters may be required to monitor for man-made radioactivity.

(2) For the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) After the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section suppliers of water shall monitor at least every four years following the procedure given in paragraph (b)(1) of this section.

(4) Within two years of the effective date of these regulations the supplier of any community water system designated by the State as utilizing waters contaminated by effluents from nuclear facilities shall initiate quarterly monitoring for gross beta particle and iodine-131 radioactivity and annual monitoring for strontium-90 and tritium.

(i) Quarterly monitoring for gross beta particle activity shall be based on the analysis of monthly samples or the analysis of a composite of three monthly samples. The former is recommended. If the gross beta particle activity in a sample exceeds 15 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for strontium-89 and cesium-134. If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate

organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) For iodine-131, a composite of five consecutive daily samples shall be analyzed once each quarter. As ordered by the State, more frequent monitoring shall be conducted when iodine-131 is identified in the finished water.

(iii) Annual monitoring for strontium-90 and tritium shall be conducted by means of the analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. The latter procedure is recommended.

(iv) The State may allow the substitution of environmental surveillance data taken in conjunction with a nuclear facility for direct monitoring of manmade radioactivity by the supplier of water where the State determines such data is applicable to a particular community water system.

(5) If the average annual maximum contaminant level for man-made radioactivity set forth in § 141.16 is exceeded, the operator of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and to the public as required by § 141.32. Monitoring at monthly intervals shall be continued until the concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.27 Alternative analytical techniques.

With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency, an alternative analytical technique may be employed. An alternative technique shall be acceptable only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any maximum contaminant level. The use of the alternative analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

§ 141.28 Approved laboratories.

For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity and free chlorine residual may be performed by any person acceptable to the State.

§ 141.29 Monitoring of consecutive public water systems.

When a public water system supplies water to one or more other public water systems, the State may modify the monitoring requirements imposed by this part to the extent that the interconnection of the systems justifies treating them as a single system for monitoring purposes. Any modified monitoring shall be conducted pursuant to a schedule specified by the State and concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency.

§ 141.30 Total trihalomethanes sampling, analytical and other requirements.

(a) Community water system which serve a population of 10,000 or more individuals and which add a disinfectant (oxidant) to the water in any part of the drinking water treatment process shall analyze for total trihalomethanes in accordance with this section. For systems serving 75,000 or more individuals, sampling and analyses shall begin not later than 1 year after the date of promulgation of this regulation. For systems serving 10,000 to 74,999 individuals, sampling and analyses shall begin not later than 3 years after the date of promulgation of this regulation. For the purpose of this section, the minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. All samples taken within an established frequency shall be collected within a 24-hour period.

(b)(1) For all community water systems utilizing surface water sources in whole or in part, and for all community water systems utilizing only ground water sources that have not been determined by the State to qualify for the monitoring requirements of paragraph (c) of this section, analyses for total trihalomethanes shall be performed at quarterly intervals on at least four water samples for each treatment plant used by the system. At least 25 percent of the samples shall be taken at locations within the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The remaining 75 percent shall be taken at representative locations in the distribution system, taking into account number of persons served, different sources of water and different treatment methods employed. The results of all analyses per quarter shall be arithmetically averaged and reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used in the computation of the average, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in accordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) Upon the written request of a community water system, the monitoring frequency required by paragraph (b)(1) of this section may be reduced by the State to a minimum of one sample analyzed for TTHMs per quarter taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system, upon a written determination by the State that the data from at least 1 year of monitoring in accordance with paragraph (b)(1) of this section and local conditions demonstrate that total trihalomethane concentrations will be consistently below the maximum contaminant level.

(3) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under this paragraph applies, the results from any analysis exceed 0.10 mg/l of TTHMs and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, or if the system makes any significant change to its source of water or treatment program, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b)(1) of this section, which monitoring shall continue for at least 1 year before the frequency may be reduced again. At the option of the State, a system's monitoring frequency may and should be increased above the minimum in those cases where it is necessary to detect variations of TTHM levels within the distribution system.

(c)(1) Upon written request to the State, a community water system utilizing only ground water sources may seek to have the monitoring frequency required by subparagraph (1) of paragraph (b) of this section reduced to a minimum of one sample for maximum TTHM potential per year for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system. The system shall submit to the State the results of at least one sample analyzed for maximum TTHM potential for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The system's monitoring frequency may only be reduced upon a written determination by the State that, based upon the data submitted by the system, the system has a maximum TTHM potential of less than 0.10 mg/l and that, based upon an assessment of the local conditions of the system, the system is not likely to approach or exceed the maximum contaminant level for total TTHMs. The results of all analyses shall be reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used for determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in ac-

cordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under paragraph (c)(1) of this section applies, the results from any analysis taken by the system for maximum TTHM potential are equal to or greater than 0.10 mg/l, and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b) of this section and such monitoring shall continue for at least one year before the frequency may be reduced again. In the event of any significant change to the system's raw water or treatment program, the system shall immediately analyze an additional sample for maximum TTHM potential taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system for the purpose of determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section. At the option of the State, monitoring frequencies may and should be increased above the minimum in those cases where this is necessary to detect variation of TTHM levels within the distribution system.

(d) Compliance with § 141.12(c) shall be determined based on a running annual average of quarterly samples collected by the system as prescribed in subparagraphs (1) or (2) of paragraph (b) of this section. If the average of samples covering any 12 month period exceeds the Maximum Contaminant Level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and notify the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(e) Sampling and analyses made pursuant to this section shall be conducted by one of the following EPA approved methods:

(1) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Waters by the Purge and Trap Method," Method 501.1, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

(2) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Water by Liquid/Liquid Extraction."Method 501.2, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

Samples for TTHM shall be dechlorinated upon collection to prevent further production of Trihalomethanes, according to the procedures described in the above two methods. Samples for maximum TTHM potential should not be dechlorinated, and should be held for seven days at 35° C (or above) prior to analysis, according to the procedures described in the above two methods.

(f) Before a community water system makes any significant modifications to its existing treatment process for the purposes of achieving compliance with § 141.12(c), such system must submit and obtain State approval of a detailed plan setting forth its proposed modification and those safeguards that it will implement to ensure that the bacteriological quality of the drinking water served by such system will not be adversely affected by such modification. Each system shall comply with the provisions set forth in the State-approved plan. At a minimum, A State approved plan shall require the system modifying its disinfection practice to:

(1) Evaluate the water system for sanitary defects and evaluate the source water for biological quality;

(2) Evaluate its existing treatment practices and consider improvements that will minimize disinfectant demand and optimize finished water quality throughout the distribution system;

(3) Provide baseline water quality survey data of the distribution system. Such data should include the results from monitoring for coliform and fecal coliform bacteria, fecal streptococci, standard plate counts at 35° C and 20° C, phosphate, ammonia nitrogen and total organic carbon. Virus studies should be required where source waters are heavily contaminated with sewage effluent;

(4) Conduct additional monitoring to assure continued maintenance of optimal biological quality in finished water, for example, when chloramines

are introduced as disinfectants or when pre-chlorination is being discontinued. Additional monitoring should also be required by the State for chlorate, chlorite and chlorine dioxide when chlorine dioxide is used. Standard plate count analyses should also be required by the State as appropriate before and after any modifications;

(5) Consider inclusion in the plan of provisions to maintain an active disinfectant residual throughout the distribution system at all times during and after the modification.

[44 FR 68641, Nov. 29, 1979, as amended at 45 FR 15545, 15547, Mar. 11, 1980]

APPENDIX A—SUMMARY OF PUBLIC COMMENTS AND EPA RESPONSES ON PROPOSED AMENDMENTS TO THE NATIONAL INTERIM PRIMARY DRINKING WATER REGULATIONS FOR CONTROL OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER

[44 FR 68642, Nov. 29, 1979]

APPENDIX B—SUMMARY OF MAJOR COMMENTS (FOR RESPONSES, SEE APPENDIX A)

[44 FR 68666, Nov. 29, 1979]

EDITORIAL NOTE: At 44 FR 68642 and 68666, Appendices A and B were published in the FEDERAL REGISTER but are not being codified in the Code of Federal Regulations.

APPENDIX C—ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES

PART I: THE ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER BY THE PURGE AND TRAP METHOD

1. *Scope*

1.1 This method (1) is applicable in the determination of four trihalomethanes, i.e. chloroform, dichlorobromomethane, dibromochloromethane, and bromoform in finished drinking water, raw source water, or drinking water in any stage of treatment. The concentration of these four compounds is totaled to determine total trihalomethanes (TTHM).

1.2 For compounds other than the above-mentioned trihalomethanes, or for other sample sources, the analyst must demonstrate the usefulness of the method by collecting precision and accuracy data on actual samples as described (2).

1.3 Although the actual detection limits are highly dependent upon the gas chromatographic column and detector employed, the method can be used over a concentration range of approximately 0.5 to 1500 micrograms per liter.

1.4 Well in excess of 100 different water supplies have been analyzed using this method. Supplementary analyses using gas chromatography mass spectrometry (GC/MS) have shown that there is no evidence of interference in the determination of trihalomethanes (3). For this reason, it is not necessary to analyze the raw source water as is required with the Liquid/Liquid Extraction Method (4).

2. *Summary*

2.2 Trihalomethanes are extracted by an inert gas which is bubbled through the aqueous sample. The trihalomethanes, along with other organic constituents which exhibit low water solubility and a vapor pressure significantly greater than water, are efficiently transferred from the aqueous phase to the gaseous phase. These compounds are swept from the purging device and are trapped in a short column containing a suitable sorbent. After a predetermined period of time, the trapped components are thermally desorbed and backflushed onto the head of a gas chromatographic column and separated under programmed conditions. Measurement is accomplished with a halogen specific detector such as electrolytic conductivity or microcoulometric titration.

2.3 Confirmatory analyses are performed using dissimilar columns, or by mass spectrometry (5).

2.4 Aqueous standards and unknowns are extracted and analyzed under identical conditions in order to compensate for extraction losses.

2.5 The total analysis time, assuming the absence of other organohalides, is approximately 35 minutes per sample.

3. *Interferences*

3.1 Impurities contained in the purge gas and organic compounds outgassing from the plumbing ahead of the trap usually account for the majority of contamination problems. The presence of such inteferences are easily monitored as a part of the quality control program. Sample blanks are normally run between each set of

samples. When a positive trihalomethane response is noted in the sample blank, the analyst should analyze a method blank. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing in the normal manner.

If any trihalomethane is noted in the method blank in excess of 0.4 μg/l, the analyst should change the purge gas source and regenerate the molecular sieve purge gas filter. *Subtracting the blank values is not recommended.* The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components should be avoided since such materials generally out-gas organic compounds which will be concentrated in the trap during the purge operation. Such out-gasing problems are common whenever new equipment is put into service; as time progresses, minor out-gasing problems generally cure themselves.

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been noted and attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal and into the sample during shipment and storage. The sample blank is used as a monitor for this problem.

3.3 For compounds that are not efficiently purged, such as bromoform, small variations in sample volume, purge time, purge flow rate, or purge temperature can affect the analytical result. Therefore, samples and standards must be analyzed under identical conditions.

3.4 Cross-contamination can occur whenever high-level and low-level samples are sequentially analyzed. To reduce this likelihood, the purging device and sample syringe should be rinsed twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it is highly recommended that it be followed by a sample blank analysis to ensure that sample cross contamination does not occur. For samples containing large amounts of water soluble materials, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

3.5 Qualitative misidentifications are a problem in using gas chromatographic analysis. Whenever samples whose qualitative nature is unknown are analyzed, the following precautionary measures should be incorporated into the analysis.

3.5.1 Perform duplicate analyses using the two recommended columns (4.2.1 and 4.2.2) which provide different retention order and retention times for the trihalomethanes and other organohalides.

3.5.2 Whenever possible, use GC/MS techniques which provide unequivocal qualitative identifications (5).

4. *Apparatus*

4.1 The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. Construction details for a purging device and an easily automated trap-desorber hybrid which has proven to be exceptionally efficient and reproducible are shown in Figures 1 through 4 and described in 4.1.1. through 4.1.3. An earlier acceptable version of the above-mentioned equipment is described in (1).

4.1.1 Purging Device—Construction details are given in Figure 1 for an all-glass 5 ml purging device. The glass frit installed at the base of the sample chamber allows finely divided gas bubbles to pass through the sample while the sample is restrained above the frit. Gaseous volumes above the sample are kept to a minimum to eliminate dead volume effects, yet allowing sufficient space for most foams to disperse. The inlet and exit ports are constructed from heavy-walled ¼-inch glass tubing so that leak-free removable connections can be made using "finger-tight" compression fittings containing Teflon ferrules. The removable foam trap is used to control samples that foam.

4.1.2 Trapping Device—The trap (Figure 2) is a short gas chromatographic column which at <35° C retards the flow of the compounds of interest while venting the purge gas and, depending on which sorbent is used, much of the water vapor. The trap should be constructed with a low thermal mass so that it can be heated to 180° C in less than 1 minute for efficient desorption, then rapidly cooled to room temperature for recycling. Variations in the trap ID, wall thick-

ness, sorbents, sorbent packing order, and sorbent mass could adversely affect the trapping and desorption efficiencies for compounds discussed in this text. For this reason, it is important to faithfully reproduce the trap configurations recommended in Figure 2. Traps containing Tenax only, or combinations of Tenax and other sorbents are acceptable for this analysis.

4.1.3 Desorber assembly—Details for the desorber are shown in Figures 3, and 4. With the 6-port valve in the Purge Sorb position (Figure 3), the effluent from the purging device passes through the trap where the flow rate of the organics is retarded. The GC carrier gas also passes through the 6-port valve and is returned to the GC. With the 6-port valve in the Purge-Sorb position, the operation of the GC is in no way impaired; therefore, routine liquid injection analyses can be performed using the gas chromatograph. After the sample has been purged, the 6-port valve is turned to the desorb position (Figure 4). In this configuration the trap is coupled in series with the gas chromatographic column allowing the carrier gas to backflush the trapped materials into the analytical column. Just as the valve is actuated, the power is turned on to the resistance wire wrapped around the trap. The power is supplied by an electronic temperature controller. Using this device, the trap is rapidly heated to 180° C and then maintained at 180° C with minimal temperature overshoot. The trapped compounds are released as a "plug" to the gas chromatograph. Normally, packed columns with theoretical efficiencies near 500 plates/foot under programmed temperature conditions can accept such desorb injections without altering peak geometry. Substituting a non-controlled power supply, such as a manually-operated variable transformer, will provide nonreproductible retention times and poor quantitative data unless Injection Procedure (8.9.2) is used.

4.1.4 Several Purge and Trap Devices are now commercially available. It is recommended that the following be taken into consideration if a unit is to be purchased:

a. Be sure that the unit is completely compatible with the gas chromatograph to be used for the analysis.

b. Use a 5-ml purging device similar to that shown in Figure 1.

c. Be sure the Tenax portion of the trap meets or exceeds the dimensions shown in Figure 2.

d. With the exception of sample introduction, select a unit that has as many of the purge trap functions automated as possible.

4.2 Gas chromatograph—The chromatograph must be temperature programmable and equipped with a halide specific detector.

4.2.1 Column 1 is an unusually efficient column which provides outstanding separations for a wide variety of organic compounds. Because of its ability to resolve trihalomethanes from other organochlorine compounds, column I should be used as the primary analytical column (see Table 1 for retention data using this column).

4.2.1.1 Column I parameters: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—1% SP-1000 on Carbopack-B (60/80) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence: 45° C isothermal for 3 minutes, program at 8° C/minute to 220° C then hold for 15 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-B packing. This results in tailing peak geometry and poor resolution of many constituents. To correct this, pack the first 5 cm of the column with 3% SP-1000 on Chromosorb-W 80/80 followed by the Carbopack-B packing. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 220° C overnight. Pneumatic shocks and rough treatment of packed columns will cause excessive fracturing of the Carbopack. If pressure in excess of 60 psi is required to obtain 40 ml/minute carrier flow, then the column should be repacked.

4.2.1.2 Acceptable column equivalent to Column I: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—0.2% Carbowax 1500 on Carbopack-C (80/100) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence—60° C isothermal for 3 minutes, program at

8° C /minute to 160° C, then hold for 2 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-C packing. This results in poor resolution of constituents and poor peak geometry. To correct this, place a 1 ft. 0.125 in. OD x 0.1 in. ID stainless steel column packed with 3% Carbowax 1500 on Chromosorb-W 60/80 mesh in series before the Carbopack-C column. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 190° C overnight. The two columns may be retained in series for routine analyses. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

4.2.2 Column II provides unique organohalide-trihalomethane separations when compared to those obtained from Column I (see Figures 5 and 6). However, since the resolution between various compounds is generally not as good as those with Column I, it is recommended that Column II be used as a qualitative confirmatory column for unknown samples when GC/MS confirmation is not possible.

4.2.2.1 Column II parameters: Dimensions—6 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass. Packing—n-octane on Porisil-C (100/120 mesh). Carrier Gas—helium at 40 cc/minute. Temperature program sequence—50° C isothermal for 3 minutes, program at 6°/minute to 170° C, then hold for 4 minutes or until all compounds have eluted. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

5.8 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap analysis.

5.8.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon. Change the activated carbon bed whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.8.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free water.

5.8.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow-mouth screw-cap bottle with a Teflon seal.

5.8.4 Test organic free water each day it is used by analyzing according to Section 8.

5.9 Standards.*

5.9.1 Bromoform—96%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical Inc., Columbia, S.C.

5.9.4 Chloroform—99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.10 Standard Stock Solutions

5.10.1 Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a ground glass stoppered 10 ml volumetric flask.

5.10.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried.

5.10.3 Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.10.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.10.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.10.6 Transfer the solution to a dated and labeled 15 ml screw cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.10.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.10.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.11 Aqueous Calibration Standard Precautions.

* As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays (5).

5.11.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed.

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use of 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 8.5.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples or aqueous standards.

g. Aqueous standards when stored with a headspace are not stable and should be discarded after one hour.

h. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4 and 8.6.

5.11.2 Prepare, from the standard stock solutions, secondary dilution mixtures in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml or organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (±10%) to that of the sample (See 9.1).

5.11.3 Purge and analyse the aqueous calibration standards in the same manner as the samples.

5.11.4 Other calibration procedures (3) which require the delivery of less than 20 μl of a methanolic standard into a 5.0 ml volume of water already contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (6).

5.12 Quality Check Standard (2.0 μg/l)

5.12.1 From the standard stock solutions, prepare a secondary dilution in methyl alcohol containing 10 ng/μl of each trihalomethane (See Section 5.10.8 Note).

5.12.2 Daily, inject 20.0 μl of this mixture into 100.0 ml of organic-free water ana analyze according to Section 8.

6. *Sample Collection and Handling*

6.1. The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow mouth screw cap bottles with the TFE fluorocarbon face silicone sepata cap liners are strongly recommended.

6.2 Sample Bottle Preparation

6.2.1 Wash all sample bottles and TFE seals in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry at room temperature, then place in a 105° C oven for one hour, then allow to cool in a area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended period of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample Stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.6) is added to the sample in order to arrest the formation of trihalo-methanes after sample collection (3, 7). *Do not add the reducing agent to samples when data on maximum trihalomethane formation is desired.* If chemical stabilization is employed, the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added to the empty sample bottles just prior to shipping to the sampling site.

6.4 Sample Collection

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottles so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 Sampling from a water tap.

6.4.5.1 Turn on water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized. Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.6 Sampling from an open body of water.

6.4.6.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representa-

tive area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as noted in 6.4.2.

6.4.7 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.8 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.8.1 Open the bottle and fill to overflowing, place on a level surface, position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.8.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample and reseal the bottle as above.

6.4.9 Blanks.

6.4.9.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.9.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of stabilization reagent to the blanks.

6.4.9.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.9.4 Store the blanks and the samples collected at a given site (sample set) together. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, the duplicate raw source waters, the duplicate finished waters and the duplicate blank samples comprise the sample set).

6.5 When samples have been collected according to Section 6, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of storage time (3). It is recommended that all samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Conditioning Traps*

7.1 Condition newly packed traps overnight at 180° C with an inert gas flow of at least 20 ml/min.

7.1.1 Vent the trap effluent to the room, not to the analytical column.

7.2 Prior to daily use, condition traps 10 minutes while backflushing at 180° C. It may be beneficial to routinely condition traps overnight while backflushing at 180° C.

7.2.1 The trap may be vented to the analytical column; however, after conditioning, the column must be programmed prior to use.

8. *Extraction and Analysis*

8.1 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min.

8.2 Attach the trap inlet to the purging device. Turn the valve to the purge-sorb position (Figure 3).

8.3 Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

8.4 Remove the plungers from two 5 ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

8.5 Open the sample bottle and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Close the valve.

8.6 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This second syringe is reserved for a duplicate analysis, if necessary (See Sections 9.3 and 9.4).

8.7 Attach the syringe-valve assembly to the syringe valve on the purging device.

8.8 Open the syringe valve and inject the sample into the purging chamber. Close both valves. Purge the sample for 11.0±.05 minutes.

8.9 After the 11-minute purge time, attach the trap to the chromatograph (turn the valve to the desorb position) and introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while backflushing the trap with an inert gas between 20 and 60 ml/min for 4 minutes.

8.9.1 If the trap can be rapidly heated to 180°C and maintained at this temperature, the GC analysis can begin as the sample is desorbed, i.e., the column is at the initial 45°C operating temperature. The equipment described in Figure 4 will perform accordingly.

8.9.2 With other types of equipment (see Section 4.1.4 and Reference 1) where the trap is not rapidly heated or is not heated in a reproducible

manner, it may be necessary to transfer the contents of the trap into the analytical column at <30°C where it is once again trapped. Once the transfer is complete (4 minutes), the column is rapidly heated to the initial operating temperature for analysis.

8.9.3 If injection procedure 8.9.1 is used and the early eluting peaks in the resulting chromatogram have poor geometry or variable retention times, then Section 8.9.2 should be used.

8.10 After the extracted sample is introduced into the gas chromatograph, empty the gas purging device using the sample introduction syringe, followed by two 5-ml flushes of organic-free water. When the purging device is emptied, leave the syringe valve open allowing the purge gas to vent through the sample introduction needle.

8.11 Analyze each sample and sample blank from the sample set in an identical manner (see Section 6.4.9.4) on the same day.

8.12 Prepare calibration standards from the standard stock solutions (Section 5.10) in organic-free water that are close to the unknown in trihalomethane composition and concentration (Section 9.1). The concentrations should be such that only 20 μl or less of the secondary dilution need be added to 100 ml of organic-free water to produce a standard at the same level as the unknown.

8.13 As an alternative to Section 8.12, prepare a calibration curve for each trihalomethane containing at least 3 points, two of which must bracket the unknown.

9. *Analytical Quality Control*

9.1 Analyze the 2 μg/l check sample daily before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at five times the noise level are obtained from these data. In addition, response factor data obtained from the 2 μg/l check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information, the appropriate standard dilutions can be determined.

9.2 Analyze the sample blank to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.4.

9.3 Spiked Samples

9.3.1 For laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample should be a laboratory generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.3.2 For laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least 1 laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

9.4.1 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

9.5 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 9.3 and 9.4. If results are significantly different than those cited in Section 11.1, the analyst should check out the entire analyses scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

9.6 Quarterly, spike an EMSL-Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

9.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not then the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem (Section 5.9, 5.10, and 5.11).

9.7 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

9.7.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

9.7.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall with 10% of an established norm, the system is "out of control."

The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

10. *Calculations*

10.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 9.7.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 9.7.1 for single column identification.

10.2 Calculate the concentration of the samples by comparing the peak height or peak areas of the samples to the standard peak height (8.12). Round off the data to the nearest μg/l or two significant figures.

$$\mu g/l = \frac{\text{peak height sample}}{\text{peak height standard}} \times (\text{conc. std. } \mu g/l)$$

10.3 Report the results obtained from the lower limit of detection estimates along with the data for the samples.

10.4 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l. TTHM (μg/l)=(Conc. $CHCl_3$)+(Conc. $CHBrCl_2$)+(Conc. $CHBr_2Cl$)+(Conc. $CHBr_3$).

10.5 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{A \times ATT}{B \times ATT} \quad (2\ \mu g/l)$$

where B=peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A=5 times the noise level in (mm) at the exact retention time of the trihalomethane or the baseline displacement in (mm) from the theoretical zero at the exact retention time of the trihalomethane.

ATT=Attenuation factor

11. *Accuracy and Precision*

11.1 One liter of organic-free water was spiked with the trihalomethanes and used to fill septum seal vials which were stored under ambient conditions. The spiked samples were randomly analyzed over a 2-week period of time. The single laboratory data listed in Table II reflect the errors due to the analytical procedure and storage.

References

1. Bellar, T. A., J. J. Lichtenberg, Determining Volatile Organics at the Microgram per Litre Levels by Gas Chromatography, Journal AWWA., *66*, 739 (December 1974).

2. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

3. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compounds, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 398, 1977.

4. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Liquid/Liquid Extraction Method, Method 501.2," Environmental Monitoring and Support Labortory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

5. Budde, W. L. and J. W. Eichelberger, "Organics Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

6. White, L. D. et al., "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

7. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 67, 1976.

TABLE I—*Retention Data for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column I 1% sp1000 Carbopack B	Acceptable Alternative to column I 0.4% Carbowax Carbopack	Column II n-octane Poraail-C
Chloroform	10.7	8.2	12.2
Brumodichloromethane	13.7	10.8	14.7
Chlorodibromomethane (Dibromochloromethane)	16.5	13.2	16.6
Bromoform	19.8	15.7	19.2

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chloroform		
1.2	12	1.2	0.14	100
12.0	8	11.	0.16	92
119.0	11	105	7.9	88
		Bromodichloromethane		
1.6	12	1.5	0.06	94
16.0	8	15.	0.39	94
160.0	11	145.	10.2	91

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*—Continued

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chlorodibromomethane		
2.0	12	1.9	0.09	95
20.0	8	18.	0.70	90
196.0	11	165.	10.8	84
		Bromoform		
2.3	12	2.3	0.16	100
23.0	8	23.	1.38	100
231.0	11	223	16.3	97

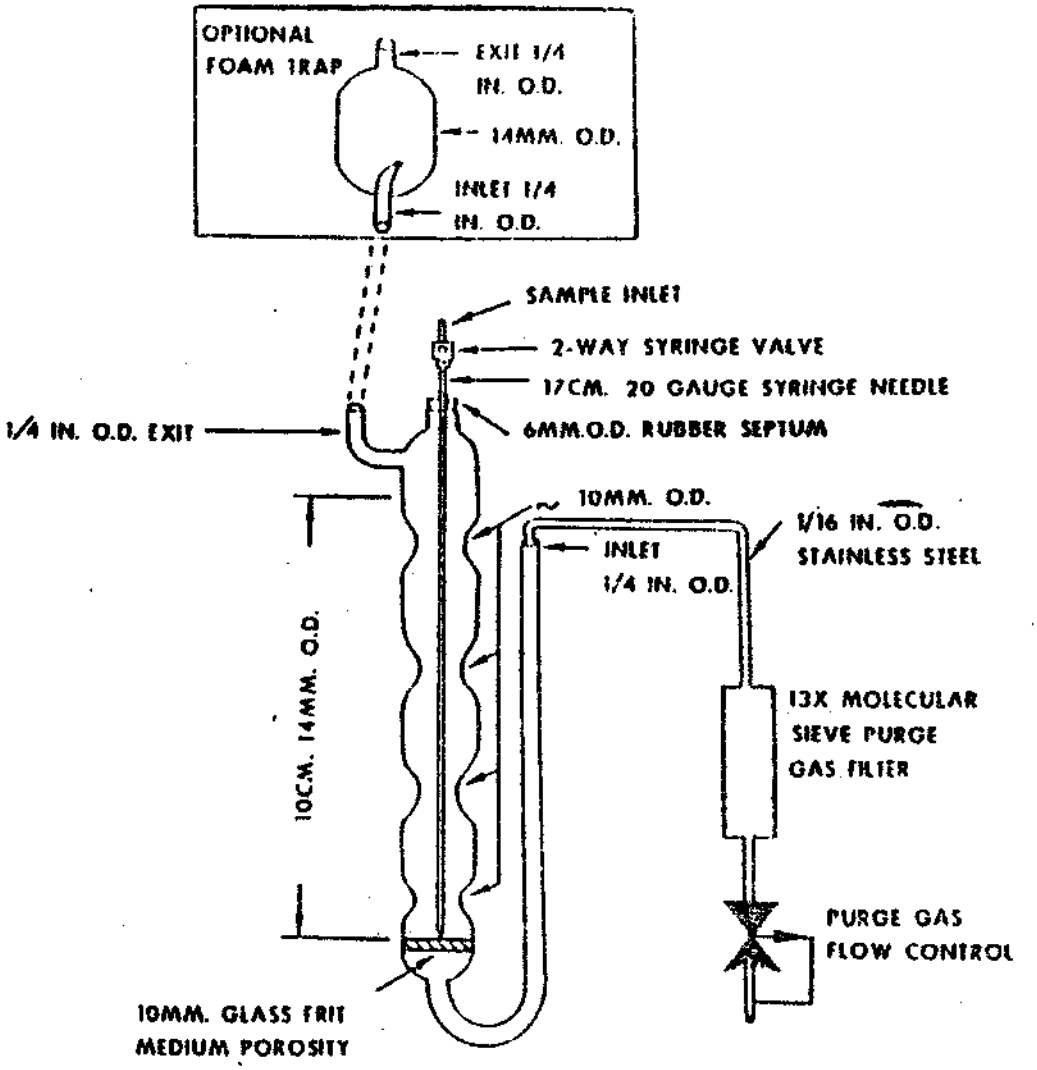


FIGURE 1. PURGING DEVICE

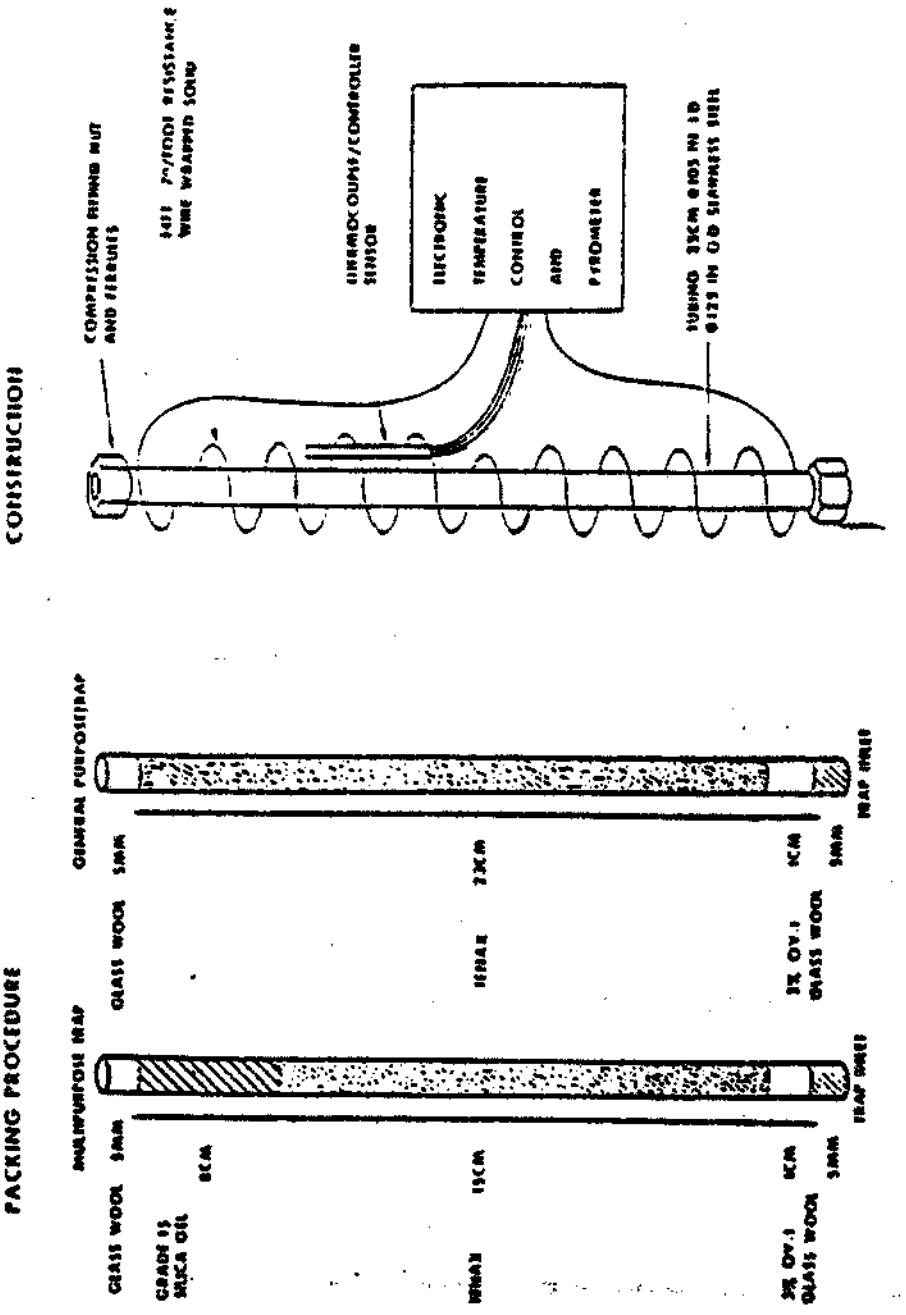


FIGURE 2 TRAP

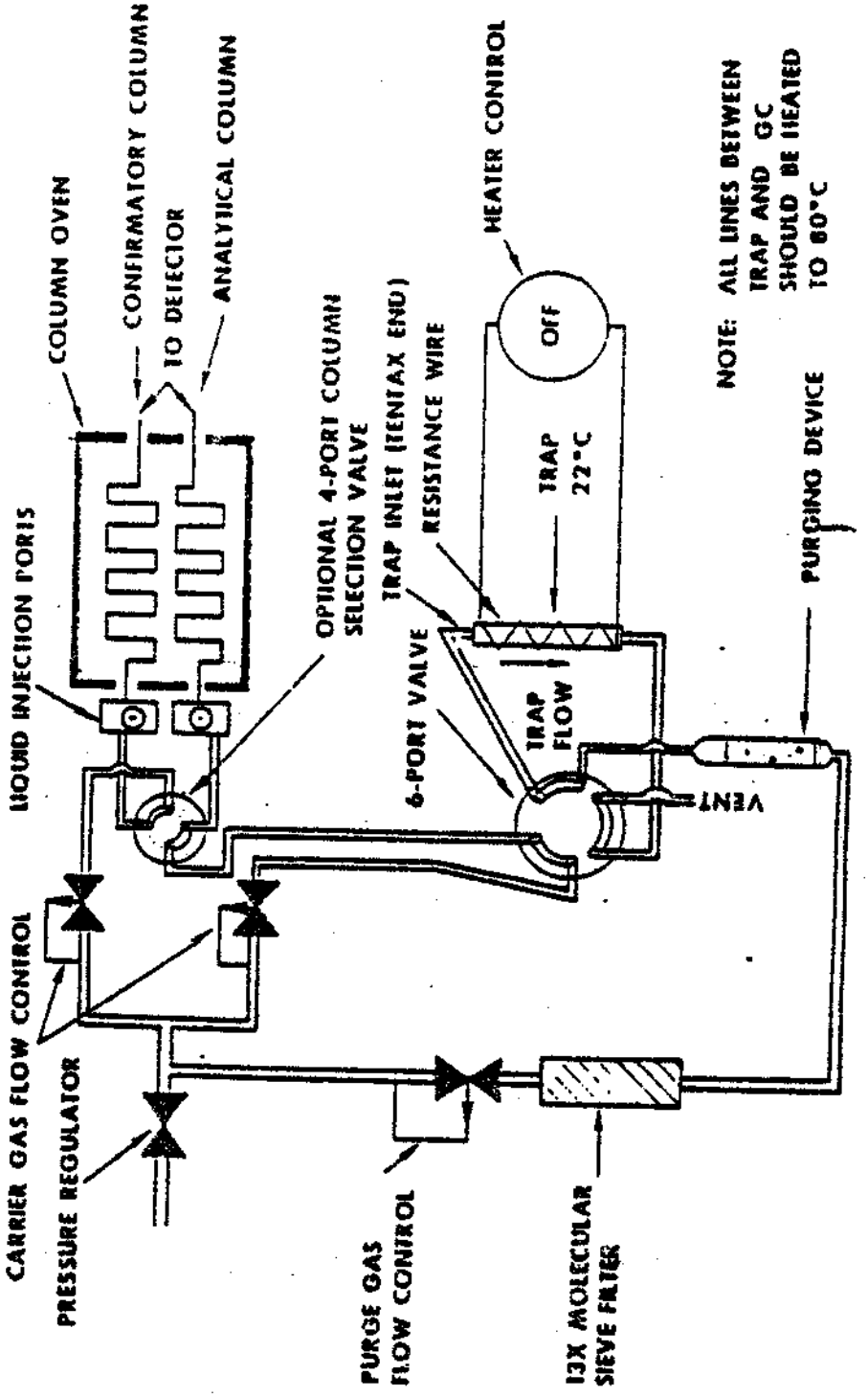


FIGURE 3 PURGE-TRAP SYSTEM (PURGE-SORB MODE)

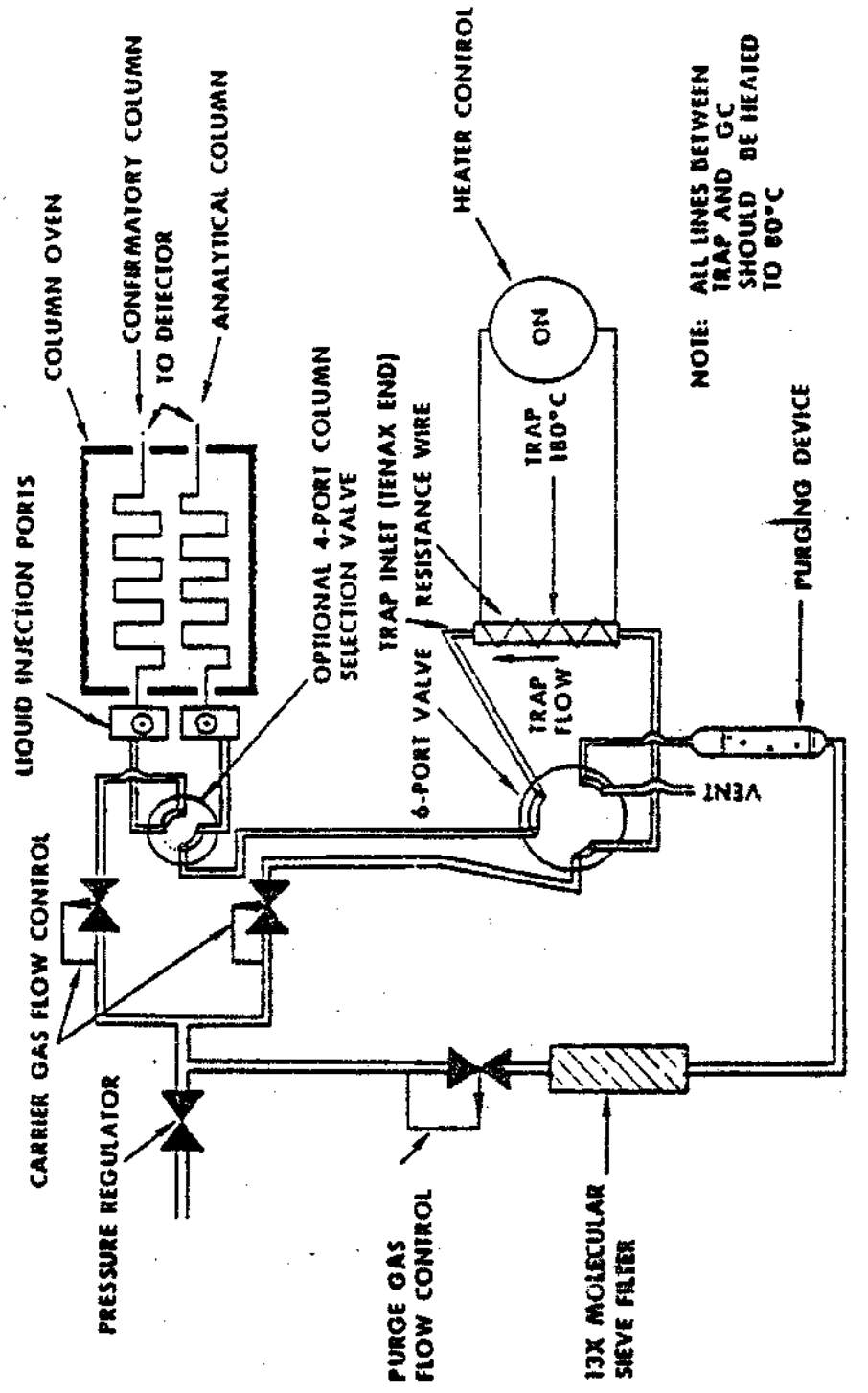


FIGURE 4 PURGE-TRAP SYSTEM (DESORB MODE)

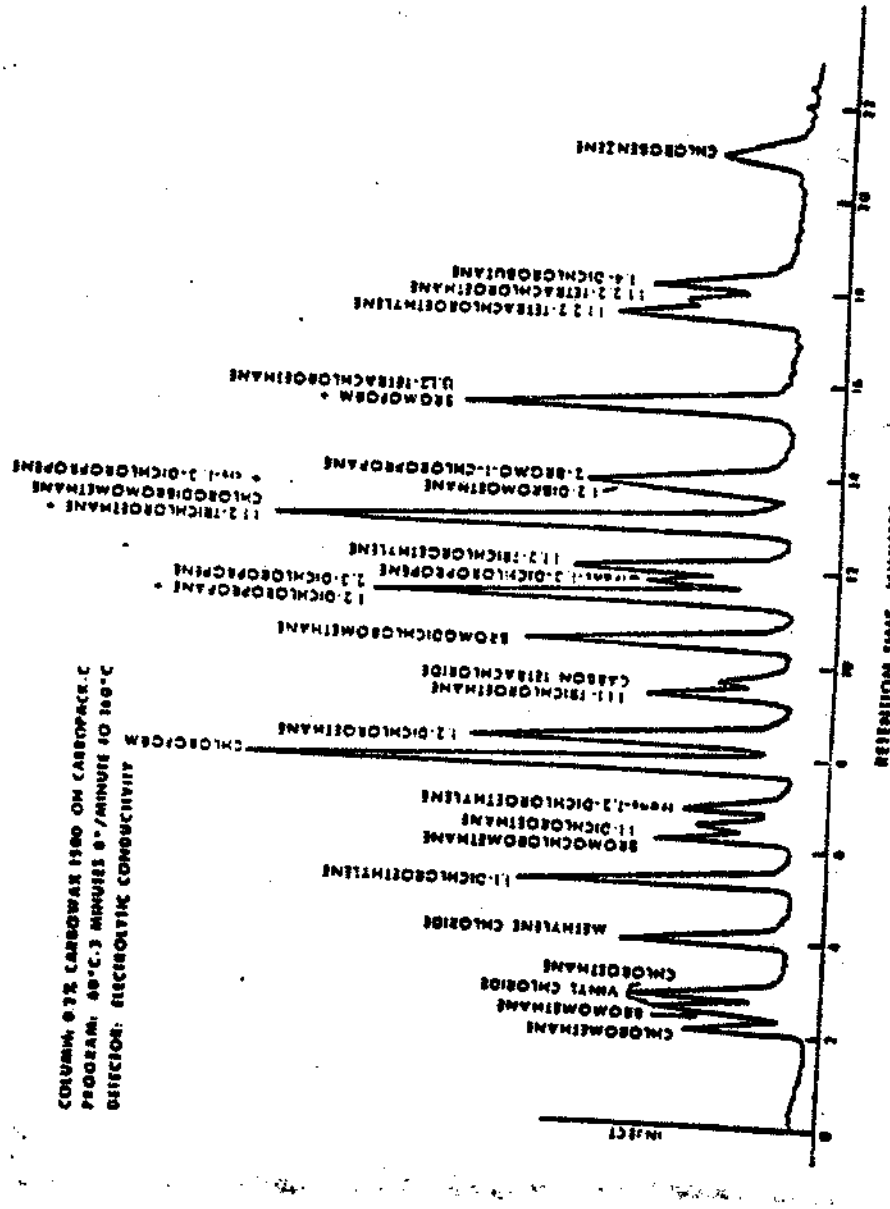


FIGURE 5 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

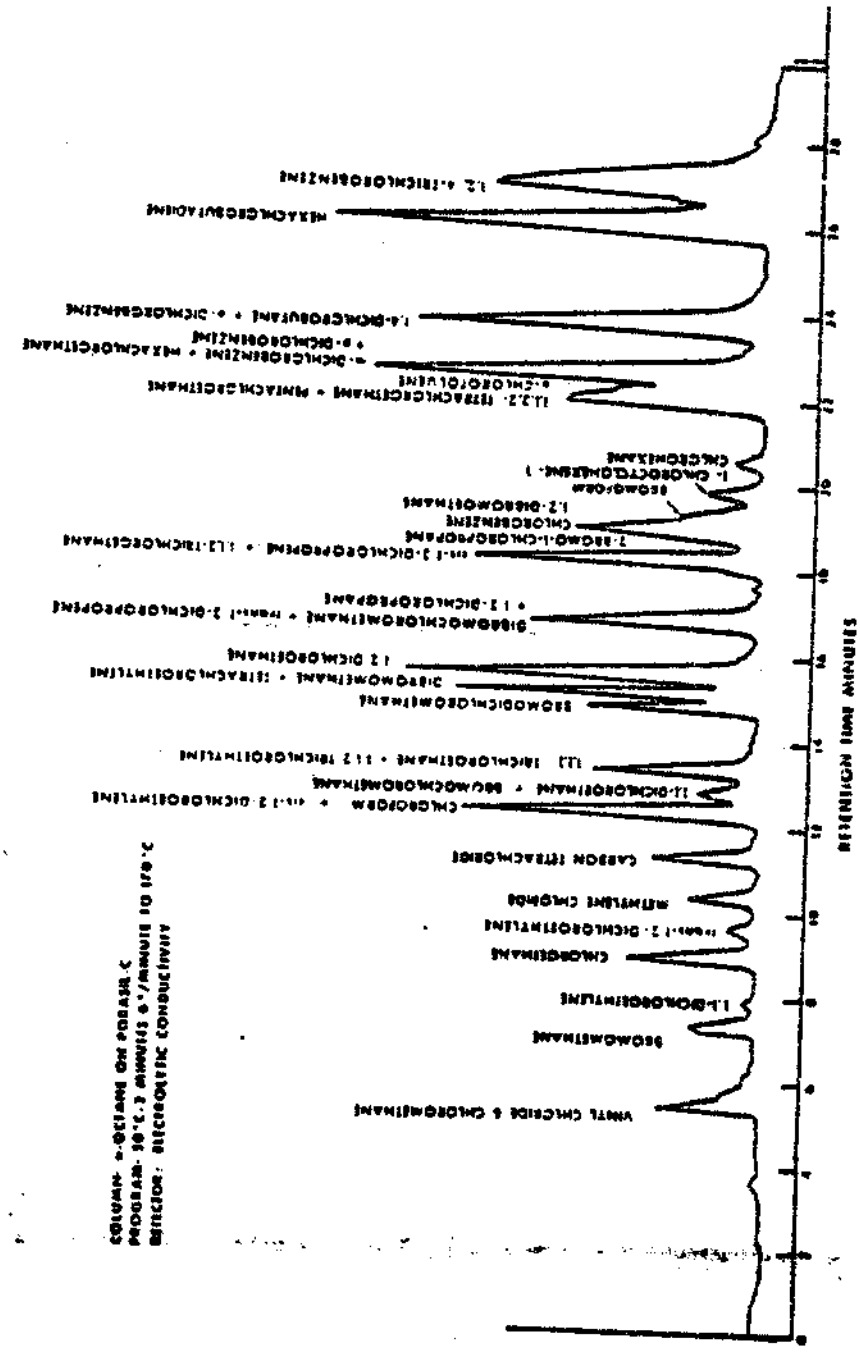


FIGURE 6 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

PART II: ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER BY LIQUID/LIQUID EXTRACTION

1. *Scope.*

1.1 This method (1,2) is applicable only to the determination of four trihalomethanes, i.e., chloroform, bromodichloromethane, chlorodibromomethane, and bromoform in finished drinking water, drinking water during intermediate stages of treatment, and the raw source water.

1.2 For compounds other than the above-mentioned trihalomethanes, or for other sample sources, the analyst must demonstrate the usefulness of the method by collecting precision and accuracy data on actual samples as described in (3) and provide qualitative confirmation of results by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) (4).

1.3 Qualitative analyses using GC/MS or the purge and trap method (5) must be performed to characterize each raw source water if peaks appear as interferences in the raw source analysis.

1.4 The method has been shown to be useful for the trihalomethanes over a concentration range from approximately 0.5 to 200 μg/l. Actual detection limits are highly dependent upon the characteristics of the gas chromatographic system used.

2. *Summary*

2.1 Ten milliliters of sample are extracted one time with 2 ml of solvent. Three μl of the extract are then injected into a gas chromatograph equipped with a linearized electron capture detector for separation and analysis.

2.2 The extraction and analysis time is 10 to 50 minutes per sample depending upon the analytical conditions chosen. (See Table 1 and Figures 1, 2, and 3.)

2.3 Confirmatory evidence is obtained using dissimilar columns and temperature programming. When component concentrations are sufficiently high (>50 μg/l), halogen specific detectors may be employed for improved specificity.

2.4 Unequivocal confirmatory analyses at high levels (>50 μg/l) can be performed using GC/MS in place of the electron capture detector. At levels below 50 μg/l, unequivocal confirmation can only be performed by the purge and trap technique using GC/MS (4, 5).

2.5 Standards dosed into organic free water and the samples are extracted and analyzed in an identical manner in order to compensate for possible extraction losses.

2.6 The concentration of each trihalomethane is summed and reported as total trihalomethanes in μg/l.

3. *Interferences*

3.1 Impurities contained in the extracting solvent usually account for the majority of the analytical problems. Solvent blanks should be analyzed before a new bottle of solvent is used to extract samples. Indirect daily checks on the extracting solvent are obtained by monitoring the sample blanks (6.4.10). Whenever an interference is noted in the sample blank, the analyst should reanalyze the extracting solvent. The extraction solvent should be discarded whenever a high level (>10 μg/l) of interfering compounds are traced to it. Low level interferences generally can be removed by distillation or column chromatography (6); however, it is generally more economical to obtain a new source of solvent or select one of the approved alternative solvents listed in Section 5.1. Interference free solvent is defined as a solvent containing less than 0.4 μg/l individual trihalomethane interference. Protect interference-free solvents by storing in a non-laboratory area known to be free of organochlorine solvents. *Subtracting blank values is not recommended.*

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal on the sample bottle during shipment and storage. The sample blank (6.4.10) is used to monitor for this problem.

3.3 This liquid/liquid extraction technique efficiently extracts a wide boiling range of non-polar organic compounds and, in addition, extracts the polar organic components of the sample with varying efficiencies. In order to perform the trihalomethane analysis as rapidly as possible with

sensitivities in the low μg/l range, it is necessary to use the semi-specific electron capture detector and chromatographic columns which have relatively poor resolving power. Because of these concessions, the probability of experiencing chromatographic interferences is high. Trihalomethanes are primarily products of the chlorination process and generally do not appear in the raw source water. The absence of peaks in the raw source water analysis with retention times similar to the trihalomethanes is generally adequate evidence of an interference-free finished drinking water analysis. Because of these possible interferences, in addition to each finished drinking water analysis, a representative raw source water (8.4.5) must be analyzed. When potential interferences are noted in the raw source water analysis, the alternate chromatographic columns must be used to reanalyze the sample set. If interferences are still noted, qualitative identifications should be performed according to Sections 2.3 and 2.4. If the peaks are confirmed to be other than trihalomethanes and add significantly to the total trihalomethane value in the finished drinking water analysis, then the sample set must be analyzed by the purge and trap method (5).

4. Apparatus

4.1 Extraction vessel—A 15 ml total volume glass vessel with a Teflon lined screw-cap is required to efficiently extract the samples.

4.1.1 For samples that do not form emulsions 10 ml screw-cap flasks with a Teflon faced septum (total volume is ml) are recommended. Flasks and caps—Pierce—#13310 or equivalent. Septa—Teflon silicone—Pierce #12718 or equivalent.

4.1.2 For samples that form emulsions (turbid source water) 15 ml screw cap centrifuge tubes with a Teflon cap liner are recommended. Centrifuge tube—Corning 8062-15 or equivalent.

4.2 Sampling containers—40 ml screw cap sealed with Teflon faced silicone septa. Vials and caps—Pierce #13075 or equivalent. Septa—Pierce #12722 or equivalent.

4.3 Micro syringes—10, 100 μl.

4.4 Micro syringe—25 μl with a 2-inch by 0.006-inch needle—Hamilton 702N or equivalent.

4.5 Syringes—10 ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).

4.6 Syringe valve—2-way with luer ends (2 each)—Hamilton #36570—1FM1 or equivalent.

4.7 Pipette—2.0 ml transfer.

4.8 Glass stoppered volumetric flasks—10 and 100 ml.

4.9 Gas chromatograph with linearized electron capture detector. (Recommended option—temperature programmable. See Section 4.12.)

4.10 Column A—4 mm ID x 2m long glass packed with 3% SP-1000 on Supelcoport (100/120 mesh) operated at 50°C with 60 ml/min flow. (See Figure 1 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.11 Column B—2 mm ID x 2m long glass packed with 10% squalane on Chromosorb WAW (80/100 mesh) operated at 67°C with 25 ml/min flow. This column is recommended as the primary analytical column. Trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane. (See Figure 2 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.12 Column C—2 mm ID x 3m long glass packed with 5% OV-11/4% SP-2100 on Supelcoport (100/120 mesh) temperature program 45°C for 12 minutes, then program at 1°/minute to 70°C with a 25 ml/min flow. (See Figure 3 for a sample chromatogram and Table I for retention data.)

4.13 Standard storage containers—15 ml amber screw-cap septum bottles with Teflon faced silicone septa. Bottles and caps—Pierce #19830 or equivalent. Septa—Pierce #12716 or equivalent.

5. Reagents

5.1 Extraction solvent—(See 3.1). Recommended—Pentane*. Alterna-

* Pentane has been selected as the best solvent for this analysis because it elutes, on all of the columns, well before any of the trihalomethanes. High altitudes or laboratory temperatures in excess of 75°F may make the use of this solvent impractical. For these reasons, alternative solvents are acceptable; however, the analyst may expe-

Footnotes continued on next page

tive—hexane, methylcyclohexane or 2,2,4-trimethylpentane.

5.2 Methyl alcohol—ACS Reagent Grade.

5.3 Free and combined chlorine reducing agents—Sodium thiosulfate ACS Reagent Grade—sodium sulfite ACS Reagent Grade.

5.4 Activated carbon—Filtrasorb—200, available from Calgon Corporation, Pittsburgh, PA, or equivalent.

5.5 Standards.[9]

5.5.1 Bromoform 98%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical, Incorporated, Columbia, S.C.

5.5.4 Chloroform 99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.6 Organic-free water—Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the procedure described herein.

5.6.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing carbon. Change the activated carbon whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.6.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free deionized water.

5.6.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant free inert gas through the water at 100 ml/minute for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle with a Teflon seal.

5.6.4 Test organic free water each day it is used by analyzing it according to Section 7.

5.7 Standard stock solutions.

5.7.1 Fill a 10.0 ml ground glass stoppered volumetric flask with approximately 9.8 ml of methyl alcohol.

5.7.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces dry.

5.7.3 Weigh the unstoppered flask to the nearest 0.1 mg.

5.7.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 to 3 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the reference standard falls directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.7.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.7.6 Transfer the standard solution to a dated and labeled 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA-approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.7.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.7.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.8 Aqueous calibration standard precautions.

5.8.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed:

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use a 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

Footnotes continued from last page

rience baseline variances in the elution areas of the trihalomethanes due to coelution of these solvents. The degree of difficulty appears to be dependent upon the design and condition of the electron capture detector. Such problems should be insignificant when concentrations of the coeluting trihalomethane are in excess of 5 μg/l.

[9] As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 7.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples and aqueous standards.

g. Aqueous standards, when stored with a headspace, are not stable and should be discarded after one hour. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4.9 and 7.2.

5.9 Calibration standards.

5.9.1 Prepare, from the standard stock solutions, a multicomponent secondary dilution mixture in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml of organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (± 25%) to that of the unknown. (See 8.1.)

5.9.2 Alternative calibration procedure.

5.9.2.1 Construct a calibration curve for each trihalomethane containing a minimum of 3 different concentrations. Two of the concentrations must bracket each unknown.

5.9.3 Extract and analyze the aqueous calibration standards in the same manner as the unknowns.

5.9.4 Other calibration procedures (7) which require the delivery of less than 20 μl of methanolic standards to 10.0 ml volumes of water contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (8).

5.10 Quality Check Standard Mixture.

5.10.1 Prepare, from the standard stock solutions, a secondary dilution mixture in methyl alcohol that contains 10.0 ng/μl of each compound. (See 5.7.6 and 5.7.8.)

5.10.2 Daily, prepare and analyze a 2.0 μg/l aqueous dilution from this mixture by dosing 20.0 μl into 100 ml of organic-free water (See Section 8.1).

6. *Sample Collection and Handling.*

6.1 The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow-mouth screw-cap bottles with the TFE fluorocarbon faced silicone septa cap liners are strongly recommended.

6.2 Glassware Preparation.

6.2.1 Wash all sample bottles, TFE seals, and extraction flasks in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry, then place in an 105° C oven for 1 hour, then allow to cool in an area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended periods of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.3) is added to all samples in order to arrest the formation of additional trihalomethanes after sample collection (7,9) and to eliminate the possibility of free chlorine reacting with impurities in the extraction solvent to form interfering organohalides. *DO NOT ADD THE REDUCING AGENT TO SAMPLES AT COLLECTION TIME WHEN DATA FOR MAXIMUM TRIHALOMETHANE FORMATION IS DESIRED.* If chemical stabilization is employed, then the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added in crystalline form to the empty sample bottle just prior to shipping to the sampling site. If chemical stabilization is not employed at sampling time then the reducing agent is added just before extraction.

6.4 Sample Collection.

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 The raw source water sample history should resemble the finished drinking water. The average retention time of the finished drinking water within the water plant should be taken into account when sampling the raw source water.

6.4.6 Sampling from a water tap.

6.4.6.1 Turn on the water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized.

Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.7 Sampling from an open body of water.

6.4.7.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representative area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as in 6.4.

6.4.8 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.9 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.9.1 Open the bottle and fill to overflowing. Place on a level surface. Position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.9.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample, then reseal bottle as above.

6.4.10 Sample blanks.

6.4.10.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.10.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of reducing agent to the blanks.

6.4.10.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.10.4 Store the blanks and the samples, collected at a given site (sample set), together in a protected area known to be free from contamination. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, duplicate raw source water, duplicate finished water and the duplicate sample blanks comprise the sample set).

6.5 When samples are collected and stored under these conditions, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of time (7). It is recommended that the samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Extraction and Analysis.*

7.1 Remove the plungers from two 10-ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

7.2 Open the sample bottle* (or standard) and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residue air while adjusting the sample volume to 10.0 ml. Close the valve.

7.3 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This syringe is reserved for a replicate analysis (see 8.3 and 8.4).

7.4 Pipette 2.0 ml of extraction solvent into a clean extraction flask.

7.5 Carefully inject the contents of the syringe into the extraction flask.

7.6 Seal with a Teflon faced septum.

7.7 Shake vigorously for 1 minute.

7.8 Let stand until the phases separate ($\int$60 seconds).

7.8.1 If the phases do not separate on standing then centrifugation can be used to facilitate separation.

7.9 Analyze the sample by injecting 3.0 µl (solvent flush technique, (8)) of the upper (organic) phase into the gas chromatograph.

8. *Analytical Quality Control.*

8.1 A 2 µg/l quality check standard (See 5.10) should be extracted and analyzed each day before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at 5 times the noise level are obtained from these data. In addition, the data obtained from the quality check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information the appropriate standards can be determined.

8.2 Analyze the sample blank and the raw source water to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.3.

8.3 Spiked samples.

*If for any reason the chemical reducing agent has not been added to the sample, then it must be added just prior to analyses at the rate of 2.5 to 3 mg/40 ml or by adding 1 mg directly to the sample in the extraction flask.

8.3.1 For those laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample analyzed should be a laboratory-generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.2 In those laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least one laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.3 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 8.3 and 8.4. If results are significantly different than those cited in Section 10.1, the analyst should check out the entire analysis scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

8.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

8.5 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

8.6 Quarterly, spike an EMSL-Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

8.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not, the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem.

8.7 It is important that the analyst be aware of the linear response characteristics of the electron capture system that is utilized. Calibration curves should be generated and rechecked quarterly for each trihalomethane over the concentration range encountered in the samples in order to confirm the linear response range of the system. Quantitative data cannot be calculated from non-linear responses. Whenever non-linear responses are noted, the analyst must dilute the sample for reanalysis.

8.8 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

8.8.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

8.8.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall within 10% of an established norm, the system is "out of control." The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

9. *Calculations.*

9.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 8.8.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 8.8.1 for a single column identification.

9.2 Calculate the concentration of each trihalomethane by comparing the peak heights or peak areas of the samples to those of the standards. Round off the data to the nearest μg/l or two significant Figures.

Concentration, μg/l = sample peak height/standard peak height × standard concentration, μg/l.

9.3 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l: TTHM (μg/l) = (conc. $CHCl_3$)+(conc. $CHBrCl_2$)+(conc. $CHBr_2Cl$)+(conc. $CHBr_3$)

9.4 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{(AXATT)}{(BXATT)} \times (2\ \mu g/l)$$

Where:

B = peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A = 5 times the noise level in mm at the exact retention time of the trihalomethane or the base line displacement in mm from theoretical zero at the exact retention time for the trihalomethane.

ATT = attenuation factor.

9.5 Report the results obtained from the lower limit of detection esti-

mates along with the data for the samples.

10. *Precision and Accuracy*

10.1 Single lab precision and accuracy. The data in Table II were generated by spiking organic-free water with trihalomethanes as described in 5.9. The mixtures were analyzed by the analyst as true unknowns.

TABLE 1.—*Retention Times for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column A	Column B	Column C
Chloroform	1.0	1.3	4.8
Bromodichloromethane	1.5	[4]2.5	11.0
Chlorodibromomethane	2.6	5.6	23.1
(Dibromochloromethane) bromoform	5.5	10.9	39.4

[4] On this column, trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane.

Table II.—*Single Laboratory Accuracy and Precision*

	Dose level µg/l	Number of samples	Mean µg/l	Precision relative standard deviation, percent	Accuracy percent recovery
Compound:					
$CHCl_3$	9.1	5	10	11	110
$CHCl_3$	69	3	73	5.3	106
$CHBrCl_2$	1.2	5	1.3	9.8	108
$CHBrCl_2$	12	2	16	1.4	125
$CHBr_2Cl$	2.7	5	2.0	17	74
$CHBr_2Cl$	17	3	16	9.9	94
$CHBr_3$	2.9	5	2.2	10	76
$CHBr_3$	14	3	16	12	114

References

1. Mieure, J. P., "A Rapid and Sensitive Method for Determining Volatile Organohalides in Water," *Journal AWWA, 69*, 60, 1977.

2. Reding, R., et al. "THM's in Drinking Water: Analysis by LLE and Comparison to Purge and Trap", Organics Analysis in Water and Wastewater, STP 686 ASTM, 1979.

3. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Waste water Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

4. Budde, W. L., J. W. Eichelberger, "Organic Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

5. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Purge and Trap Method," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

6. Richard J. J.; G. A. Junk, "Liquid Extraction for Rapid Determination of Halomethanes in Water, *Journal AWWA, 69* 62, January 1977.

7. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compounds, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 398, 1977.

8. White, L. D., et al. "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

9. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water. Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

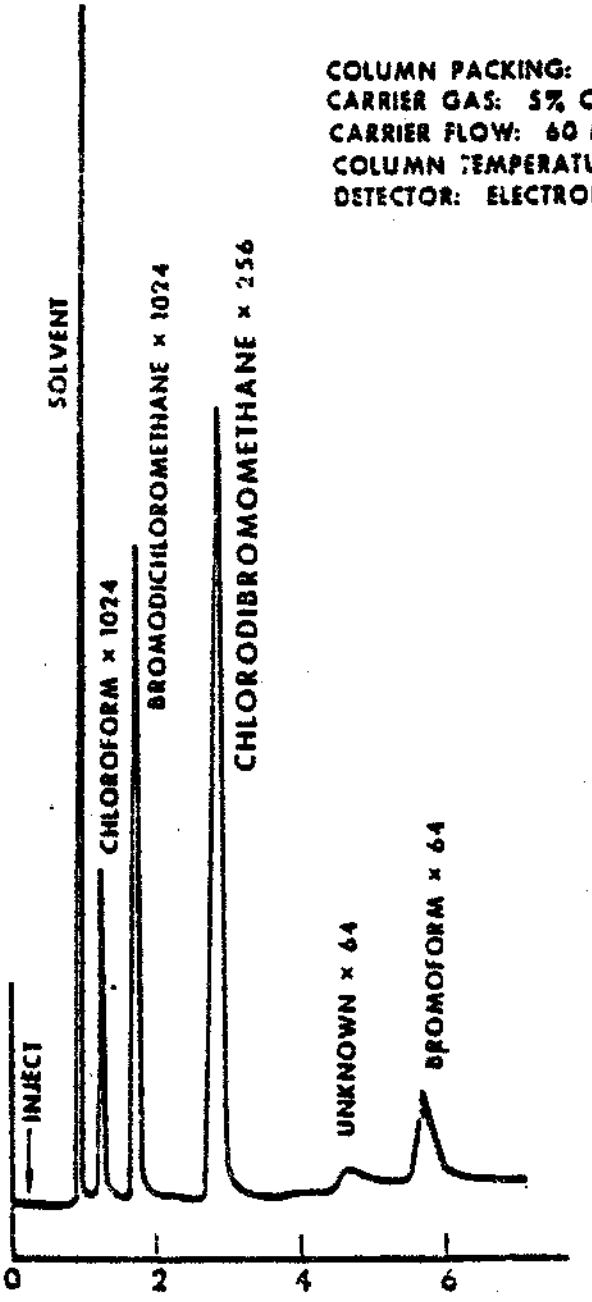


FIGURE 1. FINISHED WATER EXTRACT

or 100 milliliters as described in § 141.14(b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

(b) The supplier of water for a community water system shall take coliform density samples at regular time intervals, and in number proportionate to the population served by the system. In no event shall the frequency be less than as set forth below:

Population served	Minimum number of samples per month
25 to 1,000	1
1,001 to 2,500	2
2,501 to 3,300	3
3,301 to 4,100	4
4,101 to 4,900	5
4,901 to 5,800	6
5,801 to 6,700	7
6,701 to 7,600	8
7,601 to 8,500	9
8,501 to 9,400	10
9,401 to 10,300	11
10,301 to 11,100	12
11,101 to 12,000	13
12,001 to 12,900	14
12,901 to 13,700	15
13,701 to 14,600	16
14,601 to 15,500	17
15,501 to 16,300	18
16,301 to 17,200	19
17,201 to 18,100	20
18,101 to 18,900	21
18,901 to 19,800	22
19,801 to 20,700	23
20,701 to 21,500	24
21,501 to 22,300	25
22,301 to 23,200	26
23,201 to 24,000	27
24,001 to 24,900	28
24,901 to 25,000	29
25,001 to 28,000	30
28,001 to 33,000	35
33,001 to 37,000	40
37,001 to 41,000	45
41,001 to 46,000	50
46,001 to 50,000	55
50,001 to 54,000	60
54,001 to 59,000	65
59,001 to 64,000	70
64,001 to 70,000	75
70,001 to 76,000	80
76,001 to 83,000	85
83,001 to 90,000	90
90,001 to 96,000	95
96,001 to 111,000	100
111,001 to 130,000	110
130,001 to 160,000	120
160,001 to 190,000	130
190,001 to 220,000	140
220,001 to 250,000	150
250,001 to 290,000	160
290,001 to 320,000	170
320,001 to 360,000	180
360,001 to 410,000	190
410,001 to 450,000	200
450,001 to 500,000	210
500,001 to 550,000	220
550,001 to 600,000	230
600,001 to 660,000	240
660,001 to 720,000	250
720,001 to 780,000	260
780,001 to 840,000	270
840,001 to 910,000	280
910,001 to 970,000	290
970,001 to 1,050,000	300
1,050,001 to 1,140,000	310
1,140,001 to 1,230,000	320
1,230,001 to 1,320,000	330
1,320,001 to 1,420,000	340
1,420,001 to 1,520,000	350
1,520,001 to 1,630,000	360
1,630,001 to 1,730,000	370
1,730,001 to 1,850,000	380
1,850,001 to 1,970,000	390
1,970,001 to 2,090,000	400
2,090,001 to 2,270,000	410
2,270,001 to 2,510,000	420
2,510,001 to 2,750,000	430
2,750,001 to 3,020,000	440
3,020,001 to 3,320,000	450
3,320,001 to 3,620,000	460
3,620,001 to 3,980,000	470
3,980,001 to 4,310,000	480
4,310,001 to 4,690,000	490
4,690,001 or more	500

Based on a history of no coliform bacterial contamination and on a sanitary survey by the State showing the water system to be supplied solely by a protected ground water source and free of sanitary defects, a community water system serving 25 to 1,000 persons, with written permission from the State, may reduce this sampling frequency except that in no case shall it be reduced to less than one per quarter.

(c) The supplier of water for a non-community water system shall sample for coliform bacteria in each calendar quarter during which the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after the effective date of this part. If the State, on the basis of a sanitary survey, determines that some other frequency is more appropriate, that frequency shall be the frequency required under these regulations. Such frequency shall be confirmed or changed on the basis of subsequent surveys.

(d) (1) When the coliform bacteria in a single sample exceed four per 100 milliliters (§ 141.14(a)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show

less than one coliform bacterium per 100 milliliters.

(2) When coliform bacteria occur in three or more 10 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(1)), at least two consecutive daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(3) When coliform bacteria occur in all five of the 100 ml portions of a single sample (§ 141.14(b)(2)), at least two daily check samples shall be collected and examined from the same sampling point. Additional check samples shall be collected daily, or at a frequency established by the State, until the results obtained from at least two consecutive check samples show no positive tubes.

(4) The location at which the check samples were taken pursuant to paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section shall not be eliminated from future sampling without approval of the State. The results from all coliform bacterial analyses performed pursuant to this subpart, except those obtained from check samples and special purpose samples, shall be used to determine compliance with the maximum contaminant level for coliform bacteria as established in § 141.14. Check samples shall not be included in calculating the total number of samples taken each month to determine compliance with § 141.21 (b) or (c).

(e) When the presence of coliform bacteria in water taken from a particular sampling point has been confirmed by any check samples examined as directed in paragraph (d) (1), (2), or (3) of this section, the supplier of water shall report to the State within 48 hours.

(f) When a maximum contaminant level set forth in paragraph (a), (b) or (c) of § 141.14 is exceeded, the supplier of water shall report to the State and notify the public as prescribed in § 141.31 and § 141.32.

(g) Special purpose samples, such as those taken to determine whether disinfection practices following pipe placement, replacement, or repair have been sufficient, shall not be used to determine compliance with § 141.14 or § 141.21 (b) or (c).

(h) A supplier of water of a community water system or a non-community water system may, with the approval of the State and based upon a sanitary survey, substitute the use of chlorine residual monitoring for not more than 75 percent of the samples required to be taken by paragraph (b) of this section. *Provided*, That the supplier of water takes chlorine residual samples at points which are representative of the conditions within the distribution system at the frequency of at least four for each substituted microbiological sample. There shall be at least daily determinations of chlorine residual. When the supplier of water exercises the option provided in this paragraph (h) of this section, he shall maintain no less than 0.2 mg/l free chlorine throughout the public water distribution system. When a particular sampling point has been shown to have a free chlorine residual less than 0.2 mg/l, the water at that location shall be retested as soon as practicable and in any event within one hour. If the original analysis is confirmed, this fact shall be reported to the State within 48 hours. Also, if the analysis is confirmed, a sample for coliform bacterial analysis must be collected from that sampling point as soon as practicable and preferably within one hour, and the results of such analysis reported to the State within 48 hours after the results are known to the supplier of water. Analyses for residual chlorine shall be made in accordance with "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Ed., pp. 129–132. Compliance with the maximum contaminant levels for coliform bacteria shall be determined on the monthly mean or quarterly mean basis specified in § 141.14, including those samples taken as a result of failure to maintain the required chlorine residual level. The State may withdraw its approval of the use of chlorine residual substitution at any time.

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community water systems and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. The measurement shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 350-353, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 295-298, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(b) If the result of a turbidity analysis indicates that the maximum allowable limit has been exceeded, the sampling and measurement shall be confirmed by resampling as soon as practicable and preferably within one hour. If the repeat sample confirms that the maximum allowable limit has been exceeded, the supplier of water shall report to the State within 48 hours. The repeat sample shall be the sample used for the purpose of calculating the monthly average. If the monthly average of the daily samples exceeds the maximum allowable limit, or if the average of two samples taken on consecutive days exceeds 5 TU, the supplier of water shall report to the State and notify the public as directed in §§ 141.31 and 141.32.

(c) Sampling for non-community water systems shall begin within two years after the effective date of this part.

(d) The requirements of this § 141.22 shall apply only to public water systems which use water obtained in whole or in part from surface sources.

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) Analyses for the purpose of determining compliance with § 141.11 are required as follows:

(1) Analyses for all community water systems utilizing surface water sources shall be completed within one year following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at yearly intervals.

(2) Analyses for all community water systems utilizing only ground water sources shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at three-year intervals.

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground water sources, analyses for nitrate shall be completed within two years following the effective date of this part. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.11 exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses at the same sampling point within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall notify the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) The provisions of paragraphs (b) and (c) of this section notwithstanding, compliance with the maximum contaminant level for nitrate shall be determined on the basis of the mean of two analyses. When a level exceeding the maximum contaminant level for nitrate is found, a second analysis shall be initiated within 24 hours, and if the mean of the two analyses exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report his findings to the State pursu-

ant to § 141.31 and shall notify the public pursuant to § 141.32.

(e) For the initial analyses required by paragraph (a)(1), (2) or (3) of this section, data for surface waters acquired within one year prior to the effective date and data for ground waters acquired within 3 years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(f) Analyses conducted to determine compliance with § 141.11 shall be made in accordance with the following methods:

(1) Arsenic—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 95-96, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(2) Barium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 97-98, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(3) Cadmium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 101-103, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(4) Chromium—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 105-106, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(5) Lead—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 112-113, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(6) Mercury—Flameless Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 118-126, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(7) Nitrate—Brucine Colorimetric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 461-464, or Cadmium Reduction Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 201-206, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(8) Selenium—Atomic Absorption Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," p. 145, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(9) Silver—Atomic Absorption Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 210-215, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", p. 146, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

(10) Fluoride—Electrode Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 13th Edition, pp. 172-174, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 65-67, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 171-172 and 174-176, or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 59-60, Environmental Protection Agency, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974.

§ 141.24 Organic chemicals other than total trihalomethanes, sampling and analytical requirements.

(a) An analysis of substances for the purpose of determining compliance with § 141.12(a) and § 141.12(b) shall be made as follows:

(1) For all community water systems utilizing surface water sources, analyses shall be completed within one year

following the effective date of this part. Samples analyzed shall be collected during the period of the year designated by the State as the period when contamination by pesticides is most likely to occur. These analyses shall be repeated at intervals specified by the State but in no event less frequently than at three year intervals.

(2) For community water systems utilizing only ground water sources, analyses shall be completed by those systems specified by the State.

(b) If the result of an analysis made pursuant to paragraph (a) of this section indicates that the level of any contaminant listed in § 141.24 (a) and (b) exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State within 7 days and initiate three additional analyses within one month.

(c) When the average of four analyses made pursuant to paragraph (b) of this section, rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question, exceeds the maximum contaminant level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and give notice to the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until the maximum contaminant level has not been exceeded in two successive samples or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(d) For the initial analysis required by paragraphs (a) (1) and (2) of this section, data for surface water acquired within one year prior to the effective date of this part and data for ground water acquired within three years prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(e) Analyses made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Method for Organochlorine Pesticides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

(f) Analyses made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Industrial Effluents," MDQARL, Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, November 28, 1973.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.25 Analytical Methods for Radioactivity.

(a) The methods specified in *Interim Radiochemical Methodology for Drinking Water*, Environmental Monitoring and Support Laboratory, EPA-600/4-75-008, USEPA. Cincinnati, Ohio 45268, or those listed below, are to be used to determine compliance with §§ 141.15 and 141.16 (radioactivity) except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) Gross Alpha and Beta—Method 302 "Gross Alpha and Beta Radioactivity in Water" *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 13th Edition, American Public Health Association, New York, N.Y., 1971.

(2) Total Radium—Method 304 "Radium in Water by Precipitation" Ibid.

(3) Radium-226—Method 305 "Radium-226 by Radon in Water" Ibid.

(4) Strontium-89,90 — Method 303 "Total Strontium and Strontium-90 in Water" Ibid.

(5) Tritium—Method 306 "Tritium in Water" Ibid.

(6) Cesium-134 — ASTM D-2459 "Gamma Spectrometry in Water," *1975 Annual Book of ASTM Standards, Water and Atmospheric Analysis*, Part 31, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA. (1975).

(7) Uranium—ASTM D-2907 "Microquantities of Uranium in Water by Fluorometry," Ibid.

(b) When the identification and measurement of radionuclides other than those listed in paragraph (a) of this section is required, the following references are to be used, except in cases where alternative methods have been approved in accordance with § 141.27.

(1) *Procedures for Radiochemical Analysis of Nuclear Reactor Aqueous*

Solutions, H. L. Krieger and S. Gold, EPA-R4-73-014, USEPA, Cincinnati, Ohio, May 1973.

(2) *HASL Procedure Manual*, Edited by John H. Harley. HASL 300, ERDA Health and Safety Laboratory, New York, N.Y., 1973.

(c) For the purpose of monitoring radioactivity concentrations in drinking water, the required sensitivity of the radioanalysis is defined in terms of a detection limit. The detection limit shall be that concentration which can be counted with a precision of plus or minus 100 percent at the 95 percent confidence level (1.96σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample).

(1) To determine compliance with § 141.15(a) the detection limit shall not exceed 1 pCi/1. To determine compliance with § 141.15(b) the detection limit shall not exceed 3 pCi/1.

(2) To determine compliance with § 141.16 the detection limits shall not exceed the concentrations listed in Table B.

TABLE B.—DETECTION LIMITS FOR MAN-MADE BETA PARTICLE AND PHOTON EMITTERS

Radionuclide	Detection limit
Tritium	1,000 pCi/1.
Strontium-89	10 pCi/1.
Strontium-90	2 pCi/1.
Iodine-131	1 pCi/1.
Cesium-134	10 pCi/1.
Gross beta	4 pCi/1.
Other radionuclides	1/10 of the applicable limit.

(d) To judge compliance with the maximum contaminant levels listed in §§ 141.15 and 141.16, averages of data shall be used and shall be rounded to the same number of significant figures as the maximum contaminant level for the substance in question.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.26 Monitoring Frequency for Radioactivity in Community Water Systems.

(a) Monitoring requirements for gross alpha particle activity, radium-226 and radium-228.

(1) Initial sampling to determine compliance with § 141.15 shall begin within two years of the effective date of these regulations and the analysis shall be completed within three years of the effective date of these regulations. Compliance shall be based on the analysis of an annual composite of four consecutive quarterly samples or the average of the analyses of four samples obtained at quarterly intervals.

(i) A gross alpha particle activity measurement may be substituted for the required radium-226 and radium-228 analysis *Provided*, That the measured gross alpha particle activity does not exceed 5 pCi/1 at a confidence level of 95 percent (1.65σ where σ is the standard deviation of the net counting rate of the sample). In localities where radium-228 may be present in drinking water, it is recommended that the State require radium-226 and/or radium-228 analyses when the gross alpha particle activity exceeds 2 pCi/1.

(ii) When the gross alpha particle activity exceeds 5 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-226. If the concentration of radium-226 exceeds 3 pCi/1 the same or an equivalent sample shall be analyzed for radium-228.

(2) For the initial analysis required by paragraph (a)(1) of this section, data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) Suppliers of water shall monitor at least once every four years following the procedure required by paragraph (a)(1) of this section. At the discretion of the State, when an annual record taken in conformance with paragraph (a)(1) of this section has established that the average annual concentration is less than half the maximum contaminant levels established by § 141.15, analysis of a single sample may be substituted for the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(i) More frequent monitoring shall be conducted when ordered by the State in the vicinity of mining or other operations which may contribute alpha particle radioactivity to either surface or ground water sources of drinking water.

(ii) A supplier of water shall monitor in conformance with paragraph (a)(1) of this section within one year of the introduction of a new water source for a community water system. More frequent monitoring shall be conducted

when ordered by the State in the event of possible contamination or when changes in the distribution system or treatment processing occur which may increase the concentration of radioactivity in finished water.

(iii) A community water system using two or more sources having different concentrations of radioactivity shall monitor source water, in addition to water from a free-flowing tap, when ordered by the State.

(iv) Monitoring for compliance with § 141.15 after the initial period need not include radium-228 *except when* required by the State, *Provided*, That the average annual concentration of radium-228 has been assayed at least once using the quarterly sampling procedure required by paragraph (a)(1) of this section.

(v) Suppliers of water shall conduct annual monitoring of any community water system in which the radium-226 concentration exceeds 3 pCi/1, when ordered by the State.

(4) If the average annual maximum contaminant level for gross alpha particle activity or total radium as set forth in § 141.15 is exceeded, the supplier of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and notify the public as required by § 141.32. Monitoring at quarterly intervals shall be continued until the annual average concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(b) Monitoring requirements for manmade radioactivity in community water systems.

(1) Within two years of the effective date of this part, systems using surface water sources and serving more than 100,000 persons and such other community water systems as are designated by the State shall be monitored for compliance with § 141.16 by analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. Compliance with § 141.16 may be assumed without further analysis if the average annual concentration of gross beta particle activity is less than 50 pCi/1 and if the average annual concentrations of tritium and strontium-90 are less than those listed in Table A, *Provided*, That if both radionuclides are present the sum of their annual dose equivalents to bone marrow shall not exceed 4 millirem/year.

(i) If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) Suppliers of water shall conduct additional monitoring, as ordered by the State, to determine the concentration of man-made radioactivity in principal watersheds designated by the State.

(iii) At the discretion of the State, suppliers of water utilizing only ground waters may be required to monitor for man-made radioactivity.

(2) For the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section data acquired within one year prior to the effective date of this part may be substituted at the discretion of the State.

(3) After the initial analysis required by paragraph (b)(1) of this section suppliers of water shall monitor at least every four years following the procedure given in paragraph (b)(1) of this section.

(4) Within two years of the effective date of these regulations the supplier of any community water system designated by the State as utilizing waters contaminated by effluents from nuclear facilities shall initiate quarterly monitoring for gross beta particle and iodine-131 radioactivity and annual monitoring for strontium-90 and tritium.

(i) Quarterly monitoring for gross beta particle activity shall be based on the analysis of monthly samples or the analysis of a composite of three monthly samples. The former is recommended. If the gross beta particle activity in a sample exceeds 15 pCi/1, the same or an equivalent sample shall be analyzed for strontium-89 and cesium-134. If the gross beta particle activity exceeds 50 pCi/1, an analysis of the sample must be performed to identify the major radioactive constituents present and the appropriate

organ and total body doses shall be calculated to determine compliance with § 141.16.

(ii) For iodine-131, a composite of five consecutive daily samples shall be analyzed once each quarter. As ordered by the State, more frequent monitoring shall be conducted when iodine-131 is identified in the finished water.

(iii) Annual monitoring for strontium-90 and tritium shall be conducted by means of the analysis of a composite of four consecutive quarterly samples or analysis of four quarterly samples. The latter procedure is recommended.

(iv) The State may allow the substitution of environmental surveillance data taken in conjunction with a nuclear facility for direct monitoring of manmade radioactivity by the supplier of water where the State determines such data is applicable to a particular community water system.

(5) If the average annual maximum contaminant level for man-made radioactivity set forth in § 141.16 is exceeded, the operator of a community water system shall give notice to the State pursuant to § 141.31 and to the public as required by § 141.32. Monitoring at monthly intervals shall be continued until the concentration no longer exceeds the maximum contaminant level or until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.27 Alternative analytical techniques.

With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency, an alternative analytical technique may be employed. An alternative technique shall be acceptable only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any maximum contaminant level. The use of the alternative analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

§ 141.28 Approved laboratories.

For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity and free chlorine residual may be performed by any person acceptable to the State.

§ 141.29 Monitoring of consecutive public water systems.

When a public water system supplies water to one or more other public water systems, the State may modify the monitoring requirements imposed by this part to the extent that the interconnection of the systems justifies treating them as a single system for monitoring purposes. Any modified monitoring shall be conducted pursuant to a schedule specified by the State and concurred in by the Administrator of the U.S. Environmental Protection Agency.

§ 141.30 Total trihalomethanes sampling, analytical and other requirements.

(a) Community water system which serve a population of 10,000 or more individuals and which add a disinfectant (oxidant) to the water in any part of the drinking water treatment process shall analyze for total trihalomethanes in accordance with this section. For systems serving 75,000 or more individuals, sampling and analyses shall begin not later than 1 year after the date of promulgation of this regulation. For systems serving 10,000 to 74,999 individuals, sampling and analyses shall begin not later than 3 years after the date of promulgation of this regulation. For the purpose of this section, the minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. All samples taken within an established frequency shall be collected within a 24-hour period.

(b)(1) For all community water systems utilizing surface water sources in whole or in part, and for all community water systems utilizing only ground water sources that have not been determined by the State to qualify for the monitoring requirements of paragraph (c) of this section, analyses for total trihalomethanes shall be performed at quarterly intervals on at least four water samples for each treatment plant used by the system. At least 25 percent of the samples shall be taken at locations within the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The remaining 75 percent shall be taken at representative locations in the distribution system, taking into account number of persons served, different sources of water and different treatment methods employed. The results of all analyses per quarter shall be arithmetically averaged and reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used in the computation of the average, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in accordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) Upon the written request of a community water system, the monitoring frequency required by paragraph (b)(1) of this section may be reduced by the State to a minimum of one sample analyzed for TTHMs per quarter taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system, upon a written determination by the State that the data from at least 1 year of monitoring in accordance with paragraph (b)(1) of this section and local conditions demonstrate that total trihalomethane concentrations will be consistently below the maximum contaminant level.

(3) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under this paragraph applies, the results from any analysis exceed 0.10 mg/l of TTHMs and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, or if the system makes any significant change to its source of water or treatment program, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b)(1) of this section, which monitoring shall continue for at least 1 year before the frequency may be reduced again. At the option of the State, a system's monitoring frequency may and should be increased above the minimum in those cases where it is necessary to detect variations of TTHM levels within the distribution system.

(c)(1) Upon written request to the State, a community water system utilizing only ground water sources may seek to have the monitoring frequency required by subparagraph (1) of paragraph (b) of this section reduced to a minimum of one sample for maximum TTHM potential per year for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system. The system shall submit to the State the results of at least one sample analyzed for maximum TTHM potential for each treatment plant used by the system taken at a point in the distribution system reflecting the maximum residence time of the water in the system. The system's monitoring frequency may only be reduced upon a written determination by the State that, based upon the data submitted by the system, the system has a maximum TTHM potential of less than 0.10 mg/l and that, based upon an assessment of the local conditions of the system, the system is not likely to approach or exceed the maximum contaminant level for total TTHMs. The results of all analyses shall be reported to the State within 30 days of the system's receipt of such results. Results shall also be reported to EPA until such monitoring requirements have been adopted by the State. All samples collected shall be used for determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section, unless the analytical results are invalidated for technical reasons. Sampling and analyses shall be conducted in ac-

cordance with the methods listed in paragraph (e) of this section.

(2) If at any time during which the reduced monitoring frequency prescribed under paragraph (c)(1) of this section applies, the results from any analysis taken by the system for maximum TTHM potential are equal to or greater than 0.10 mg/l, and such results are confirmed by at least one check sample taken promptly after such results are received, the system shall immediately begin monitoring in accordance with the requirements of paragraph (b) of this section and such monitoring shall continue for at least one year before the frequency may be reduced again. In the event of any significant change to the system's raw water or treatment program, the system shall immediately analyze an additional sample for maximum TTHM potential taken at a point in the distribution system reflecting maximum residence time of the water in the system for the purpose of determining whether the system must comply with the monitoring requirements of paragraph (b) of this section. At the option of the State, monitoring frequencies may and should be increased above the minimum in those cases where this is necessary to detect variation of TTHM levels within the distribution system.

(d) Compliance with § 141.12(c) shall be determined based on a running annual average of quarterly samples collected by the system as prescribed in subparagraphs (1) or (2) of paragraph (b) of this section. If the average of samples covering any 12 month period exceeds the Maximum Contaminant Level, the supplier of water shall report to the State pursuant to § 141.31 and notify the public pursuant to § 141.32. Monitoring after public notification shall be at a frequency designated by the State and shall continue until a monitoring schedule as a condition to a variance, exemption or enforcement action shall become effective.

(e) Sampling and analyses made pursuant to this section shall be conducted by one of the following EPA approved methods:

(1) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Waters by the Purge and Trap Method," Method 501.1, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

(2) "The Analysis of Trihalomethanes in Drinking Water by Liquid/Liquid Extraction,"Method 501.2, EMSL, EPA Cincinnati, Ohio.

Samples for TTHM shall be dechlorinated upon collection to prevent further production of Trihalomethanes, according to the procedures described in the above two methods. Samples for maximum TTHM potential should not be dechlorinated, and should be held for seven days at 25° C (or above) prior to analysis, according to the procedures described in the above two methods.

(f) Before a community water system makes any significant modifications to its existing treatment process for the purposes of achieving compliance with § 141.12(c), such system must submit and obtain State approval of a detailed plan setting forth its proposed modification and those safeguards that it will implement to ensure that the bacteriological quality of the drinking water served by such system will not be adversely affected by such modification. Each system shall comply with the provisions set forth in the State-approved plan. At a minimum, A State approved plan shall require the system modifying its disinfection practice to:

(1) Evaluate the water system for sanitary defects and evaluate the source water for biological quality;

(2) Evaluate its existing treatment practices and consider improvements that will minimize disinfectant demand and optimize finished water quality throughout the distribution system;

(3) Provide baseline water quality survey data of the distribution system. Such data should include the results from monitoring for coliform and fecal coliform bacteria, fecal streptococci, standard plate counts at 35° C and 20° C, phosphate, ammonia nitrogen and total organic carbon. Virus studies should be required where source waters are heavily contaminated with sewage effluent;

(4) Conduct additional monitoring to assure continued maintenance of optimal biological quality in finished water, for example, when chloramines

samples. When a positive trihalomethane response is noted in the sample blank, the analyst should analyze a method blank. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing in the normal manner.

If any trihalomethane is noted in the method blank in excess of 0.4 μg/l, the analyst should change the purge gas source and regenerate the molecular sieve purge gas filter. *Subtracting the blank values is not recommended.* The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components should be avoided since such materials generally out-gas organic compounds which will be concentrated in the trap during the purge operation. Such outgasing problems are common whenever new equipment is put into service; as time progresses, minor out-gasing problems generally cure themselves.

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been noted and attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal and into the sample during shipment and storage. The sample blank is used as a monitor for this problem.

3.3 For compounds that are not efficiently purged, such as bromoform, small variations in sample volume, purge time, purge flow rate, or purge temperature can affect the analytical result. Therefore, samples and standards must be analyzed under identical conditions.

3.4 Cross-contamination can occur whenever high-level and low-level samples are sequentially analyzed. To reduce this likelihood, the purging device and sample syringe should be rinsed twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it is highly recommended that it be followed by a sample blank analysis to ensure that sample cross contamination does not occur. For samples containing large amounts of water soluble materials, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

3.5 Qualitative misidentifications are a problem in using gas chromatographic analysis. Whenever samples whose qualitative nature is unknown are analyzed, the following precautionary measures should be incorporated into the analysis.

3.5.1 Perform duplicate analyses using the two recommended columns (4.2.1 and 4.2.2) which provide different retention order and retention times for the trihalomethanes and other organohalides.

3.5.2 Whenever possible, use GC/MS techniques which provide unequivocal qualitative identifications (5).

4. *Apparatus*

4.1 The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. Construction details for a purging device and an easily automated trap-desorber hybrid which has proven to be exceptionally efficient and reproducible are shown in Figures 1 through 4 and described in 4.1.1. through 4.1.3. An earlier acceptable version of the above-mentioned equipment is described in (1).

4.1.1 Purging Device—Construction details are given in Figure 1 for an all-glass 5 ml purging device. The glass frit installed at the base of the sample chamber allows finely divided gas bubbles to pass through the sample while the sample is restrained above the frit. Gaseous volumes above the sample are kept to a minimum to eliminate dead volume effects, yet allowing sufficient space for most foams to disperse. The inlet and exit ports are constructed from heavy-walled ¼-inch glass tubing so that leak-free removable connections can be made using "finger-tight" compression fittings containing Teflon ferrules. The removable foam trap is used to control samples that foam.

4.1.2 Trapping Device—The trap (Figure 2) is a short gas chromatographic column which at <35° C retards the flow of the compounds of interest while venting the purge gas and, depending on which sorbent is used, much of the water vapor. The trap should be constructed with a low thermal mass so that it can be heated to 180° C in less than 1 minute for efficient desorption, then rapidly cooled to room temperature for recycling. Variations in the trap ID, wall thick-

ness, sorbents, sorbent packing order, and sorbent mass could adversely affect the trapping and desorption efficiencies for compounds discussed in this text. For this reason, it is important to faithfully reproduce the trap configurations recommended in Figure 2. Traps containing Tenax only, or combinations of Tenax and other sorbents are acceptable for this analysis.

4.1.3 Desorber assembly—Details for the desorber are shown in Figures 3, and 4. With the 6-port valve in the Purge Sorb position (Figure 3), the effluent from the purging device passes through the trap where the flow rate of the organics is retarded. The GC carrier gas also passes through the 6-port valve and is returned to the GC. With the 6-port valve in the Purge-Sorb position, the operation of the GC is in no way impaired; therefore, routine liquid injection analyses can be performed using the gas chromatograph. After the sample has been purged, the 6-port valve is turned to the desorb position (Figure 4). In this configuration the trap is coupled in series with the gas chromatographic column allowing the carrier gas to backflush the trapped materials into the analytical column. Just as the valve is actuated, the power is turned on to the resistance wire wrapped around the trap. The power is supplied by an electronic temperature controller. Using this device, the trap is rapidly heated to 180° C and then maintained at 180° C with minimal temperature overshoot. The trapped compounds are released as a "plug" to the gas chromatograph. Normally, packed columns with theoretical efficiencies near 500 plates/foot under programmed temperature conditions can accept such desorb injections without altering peak geometry. Substituting a non-controlled power supply, such as a manually-operated variable transformer, will provide nonreproductible retention times and poor quantitative data unless Injection Procedure (8.9.2) is used.

4.1.4 Several Purge and Trap Devices are now commercially available. It is recommended that the following be taken into consideration if a unit is to be purchased:

a. Be sure that the unit is completely compatible with the gas chromatograph to be used for the analysis.

b. Use a 5-ml purging device similar to that shown in Figure 1.

c. Be sure the Tenax portion of the trap meets or exceeds the dimensions shown in Figure 2.

d. With the exception of sample introduction, select a unit that has as many of the purge trap functions automated as possible.

4.2 Gas chromatograph—The chromatograph must be temperature programmable and equipped with a halide specific detector.

4.2.1 Column 1 is an unusually efficient column which provides outstanding separations for a wide variety of organic compounds. Because of its ability to resolve trihalomethanes from other organochlorine compounds, column I should be used as the primary analytical column (see Table 1 for retention data using this column).

4.2.1.1 Column I parameters: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—1% SP-1000 on Carbopack-B (60/80) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence: 45° C isothermal for 3 minutes, program at 8° C/minute to 220° C then hold for 15 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-B packing. This results in tailing peak geometry and poor resolution of many constituents. To correct this, pack the first 5 cm of the column with 3% SP-1000 on Chromosorb-W 60/80 followed by the Carbopack-B packing. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 220° C overnight. Pneumatic shocks and rough treatment of packed columns will cause excessive fracturing of the Carbopack. If pressure in excess of 60 psi is required to obtain 40 ml/minute carrier flow, then the column should be repacked.

4.2.1.2 Acceptable column equivalent to Column I: Dimensions—8 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass tubing. Packing—0.2% Carbowax 1500 on Carbopack-C (80/100) mesh. Carrier Gas—helium at 40 ml/minute. Temperature program sequence—60° C isothermal for 3 minutes, program at

8° C /minute to 160° C, then hold for 2 minutes or until all compounds have eluted.

NOTE.—It has been found that during handling, packing, and programming, active sites are exposed on the Carbopack-C packing. This results in poor resolution of constituents and poor peak geometry. To correct this, place a 1 ft. 0.125 in. OD x 0.1 in. ID stainless steel column packed with 3% Carbowax 1500 on Chromosorb-W 60/80 mesh in series before the Carbopack-C column. Condition the precolumn and the Carbopack columns with carrier gas flow at 190° C overnight. The two columns may be retained in series for routine analyses. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

4.2.2 Column II provides unique organohalide-trihalomethane separations when compared to those obtained from Column I (see Figures 5 and 6). However, since the resolution between various compounds is generally not as good as those with Column I, it is recommended that Column II be used as a qualitative confirmatory column for unknown samples when GC/MS confirmation is not possible.

4.2.2.1 Column II parameters: Dimensions—6 feet long x 0.1 inch ID stainless steel or glass. Packing—n-octane on Porisil-C (100/120 mesh). Carrier Gas—helium at 40 cc/minute. Temperature program sequence—50° C isothermal for 3 minutes, program at 6°/minute to 170° C, then hold for 4 minutes or until all compounds have eluted. Trihalomethane retention times are listed in Table 1.

5.8 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap analysis.

5.8.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon. Change the activated carbon bed whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.8.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free water.

5.8.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow-mouth screw-cap bottle with a Teflon seal.

5.8.4 Test organic free water each day it is used by analyzing according to Section 8.

5.9 Standards.*

5.9.1 Bromoform—96%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.9.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical Inc., Columbia, S.C.

5.9.4 Chloroform—99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.10 Standard Stock Solutions

5.10.1 Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a ground glass stoppered 10 ml volumetric flask.

5.10.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried.

5.10.3 Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.10.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.10.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.10.6 Transfer the solution to a dated and labeled 15 ml screw cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.10.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.10.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.11 Aqueous Calibration Standard Precautions.

* As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays (5).

5.11.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed.

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use of 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 8.5.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples or aqueous standards.

g. Aqueous standards when stored with a headspace are not stable and should be discarded after one hour.

h. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4 and 8.6.

5.11.2 Prepare, from the standard stock solutions, secondary dilution mixtures in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml or organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (±10%) to that of the sample (See 9.1).

5.11.3 Purge and analyze the aqueous calibration standards in the same manner as the samples.

5.11.4 Other calibration procedures (3) which require the delivery of less than 20 μl of a methanolic standard into a 5.0 ml volume of water already contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (6).

5.12 Quality Check Standard (2.0 μg/l)

5.12.1 From the standard stock solutions, prepare a secondary dilution in methyl alcohol containing 10 ng/μl of each trihalomethane (See Section, 5.10.8 Note).

5.12.2 Daily, inject 20.0 μl of this mixture into 100.0 ml of organic-free water and analyze according to Section 8.

6. *Sample Collection and Handling*

6.1. The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow mouth screw cap bottles with the TFE fluorocarbon face silicone sepata cap liners are strongly recommended.

6.2 Sample Bottle Preparation

6.2.1 Wash all sample bottles and TFE seals in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry at room temperature, then place in a 105° C oven for one hour, then allow to cool in a area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended period of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample Stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.6) is added to the sample in order to arrest the formation of trihalo-methanes after sample collection (3, 7). *Do not add the reducing agent to samples when data on maximum trihalomethane formation is desired.* If chemical stabilization is employed, the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added to the empty sample bottles just prior to shipping to the sampling site.

6.4 Sample Collection

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottles so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 Sampling from a water tap.

6.4.5.1 Turn on water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized. Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.6 Sampling from an open body of water.

6.4.6.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representa-

tive area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as noted in 6.4.2.

6.4.7 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.8 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.8.1 Open the bottle and fill to overflowing, place on a level surface, position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.8.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample and reseal the bottle as above.

6.4.9 Blanks.

6.4.9.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.9.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of stabilization reagent to the blanks.

6.4.9.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.9.4 Store the blanks and the samples collected at a given site (sample set) together. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, the duplicate raw source waters, the duplicate finished waters and the duplicate blank samples comprise the sample set).

6.5 When samples have been collected according to Section 6, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of storage time (3). It is recommended that all samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Conditioning Traps*

7.1 Condition newly packed traps overnight at 180° C with an inert gas flow of at least 20 ml/min.

7.1.1 Vent the trap effluent to the room, not to the analytical column.

7.2 Prior to daily use, condition traps 10 minutes while backflushing at 180° C. It may be beneficial to routinely condition traps overnight while backflushing at 180° C.

7.2.1 The trap may be vented to the analytical column; however, after conditioning, the column must be programmed prior to use.

8. *Extraction and Analysis*

8.1 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min.

8.2 Attach the trap inlet to the purging device. Turn the valve to the purge-sorb position (Figure 3).

8.3 Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

8.4 Remove the plungers from two 5 ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

8.5 Open the sample bottle and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Close the valve.

8.6 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This second syringe is reserved for a duplicate analysis, if necessary (See Sections 9.3 and 9.4).

8.7 Attach the syringe-valve assembly to the syringe valve on the purging device.

8.8 Open the syringe valve and inject the sample into the purging chamber. Close both valves. Purge the sample for 11.0±.05 minutes.

8.9 After the 11-minute purge time, attach the trap to the chromatograph (turn the valve to the desorb position) and introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while backflushing the trap with an inert gas between 20 and 60 ml/min for 4 minutes.

8.9.1 If the trap can be rapidly heated to 180°C and maintained at this temperature, the GC analysis can begin as the sample is desorbed, i.e., the column is at the initial 45°C operating temperature. The equipment described in Figure 4 will perform accordingly.

8.9.2 With other types of equipment (see Section 4.1.4 and Reference 1) where the trap is not rapidly heated or is not heated in a reproducible

manner, it may be necessary to transfer the contents of the trap into the analytical column at <30°C where it is once again trapped. Once the transfer is complete (4 minutes), the column is rapidly heated to the initial operating temperature for analysis.

8.9.3 If injection procedure 8.9.1 is used and the early eluting peaks in the resulting chromatogram have poor geometry or variable retention times, then Section 8.9.2 should be used.

8.10 After the extracted sample is introduced into the gas chromatograph, empty the gas purging device using the sample introduction syringe, followed by two 5-ml flushes of organic-free water. When the purging device is emptied, leave the syringe valve open allowing the purge gas to vent through the sample introduction needle.

8.11 Analyze each sample and sample blank from the sample set in an identical manner (see Section 6.4.9.4) on the same day.

8.12 Prepare calibration standards from the standard stock solutions (Section 5.10) in organic-free water that are close to the unknown in trihalomethane composition and concentration (Section 9.1). The concentrations should be such that only 20 μl or less of the secondary dilution need be added to 100 ml of organic-free water to produce a standard at the same level as the unknown.

8.13 As an alternative to Section 8.12, prepare a calibration curve for each trihalomethane containing at least 3 points, two of which must bracket the unknown.

9. *Analytical Quality Control*

9.1 Analyze the 2 μg/l check sample daily before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at five times the noise level are obtained from these data. In addition, response factor data obtained from the 2 μg/l check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information, the appropriate standard dilutions can be determined.

9.2 Analyze the sample blank to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.4.

9.3 Spiked Samples

9.3.1 For laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample should be a laboratory generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.3.2 For laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least 1 laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in Section 5.11.

9.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

9.4.1 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

9.5 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 9.3 and 9.4. If results are significantly different than those cited in Section 11.1, the analyst should check out the entire analyses scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

9.6 Quarterly, spike an EMSL–Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

9.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not then the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem (Section 5.9, 5.10, and 5.11).

9.7 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

9.7.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

9.7.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall with 10% of an established norm, the system is "out of control."

The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

10. *Calculations*

10.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 9.7.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 9.7.1 for single column identification.

10.2 Calculate the concentration of the samples by comparing the peak height or peak areas of the samples to the standard peak height (8.12). Round off the data to the nearest μg/l or two significant figures.

$$\mu g/l = \frac{\text{peak height sample}}{\text{peak height standard}} \times (\text{conc. std. } \mu g/l)$$

10.3 Report the results obtained from the lower limit of detection estimates along with the data for the samples.

10.4 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l. TTHM (μg/l)=(Conc. $CHCl_3$)+(Conc. $CHBrCl_2$)+(Conc. $CHBr_2Cl$)+(Conc. $CHBr_3$).

10.5 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{A \times ATT}{B \times ATT} (2\ \mu g/l)$$

where B=peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A=5 times the noise level in (mm) at the exact retention time of the trihalomethane or the baseline displacement in (mm) from the theoretical zero at the exact retention time of the trihalomethane.

ATT=Attenuation factor

11. *Accuracy and Precision*

11.1 One liter of organic-free water was spiked with the trihalomethanes and used to fill septum seal vials which were stored under ambient conditions. The spiked samples were randomly analyzed over a 2-week period of time. The single laboratory data listed in Table II reflect the errors due to the analytical procedure and storage.

References

1. Bellar, T. A., J. J. Lichtenberg, Determining Volatile Organics at the Microgram per Litre Levels by Gas Chromatography, Journal AWWA., *66*, 739 (December 1974).

2. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

3. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compounds, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 398, 1977.

4. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Liquid/Liquid Extraction Method, Method 501.2"—Environmental Monitoring and Support Labortory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

5. Budde, W. L. and J. W. Eichelberger, "Organics Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

6. White, L. D. et al., "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

7. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

TABLE I—*Retention Data for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column I 1% sp1000 Carbopack B	Acceptable Alternative to column I 0.4% Carbowax Carbopack	Column II n-octane Porasil-C
Chloroform	10.7	8.2	12.2
Bromodichloromethane	13.7	10.8	14.7
Chlorodibromomethane (Dibromochloromethane)	16.5	13.2	16.6
Bromoform	18.8	15.7	19.2

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chloroform		
1.2	12	1.2	0.14	100
12.0	8	11.	0.16	92
119.0	11	105	7.9	88
		Bromodichloromethane		
1.8	12	1.5	0.05	84
16.0	8	15.	0.38	94
160.0	11	145.	10.2	91

TABLE II—*Single Laboratory Accuracy and Precision for Trihalomethanes*—Continued

Spike µg/l	Number samples	Mean µg/l	Precision standard deviation	Accuracy percent recovery
		Chlorodibromomethane		
2.0	12	1.9	0.09	95
20.0	8	19.	0.70	95
196.0	11	186.	10.8	94
		Bromoform		
2.3	12	2.3	0.16	100
23.0	8	23.	1.38	100
231.0	11	223	16.3	97

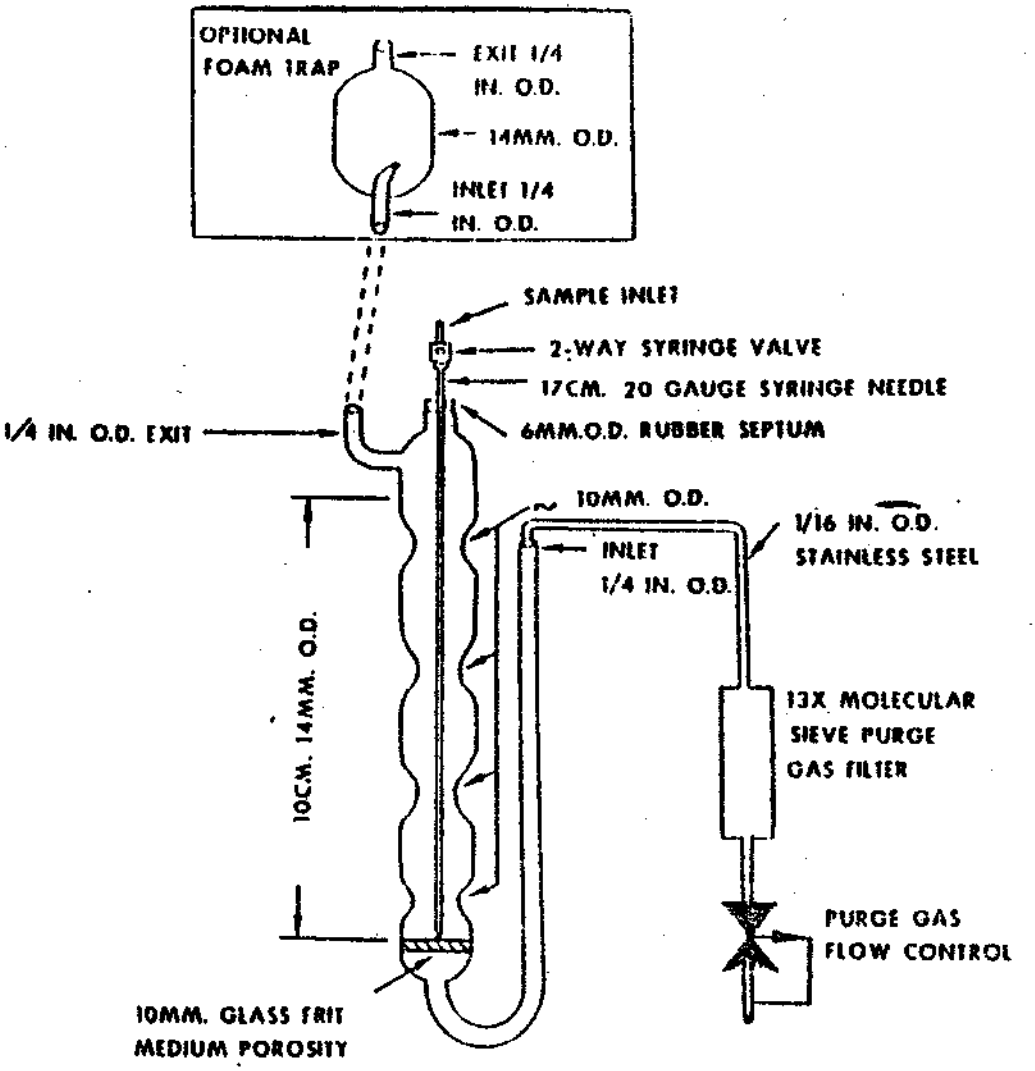


FIGURE 1. PURGING DEVICE

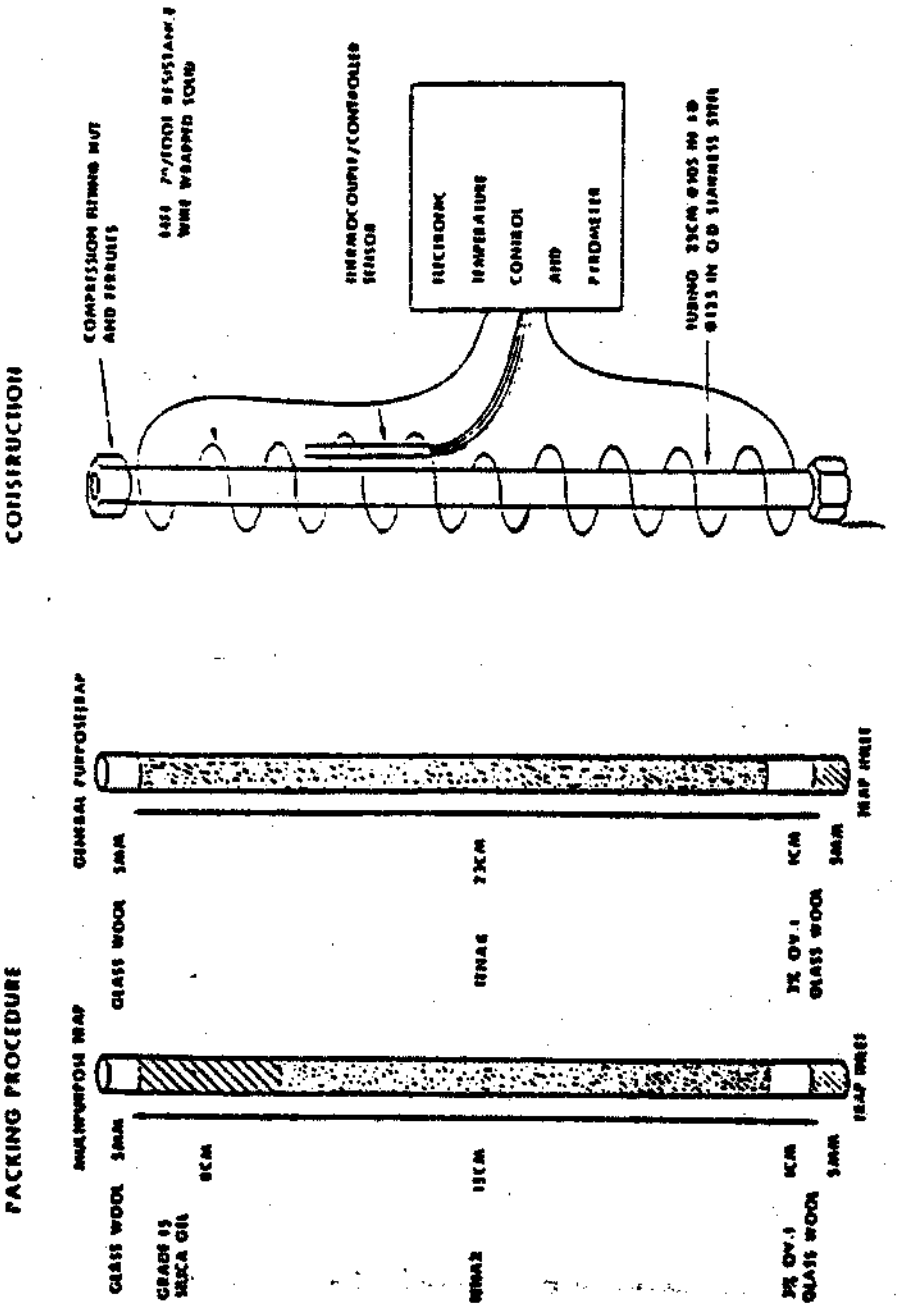


FIGURE 2 TRAP

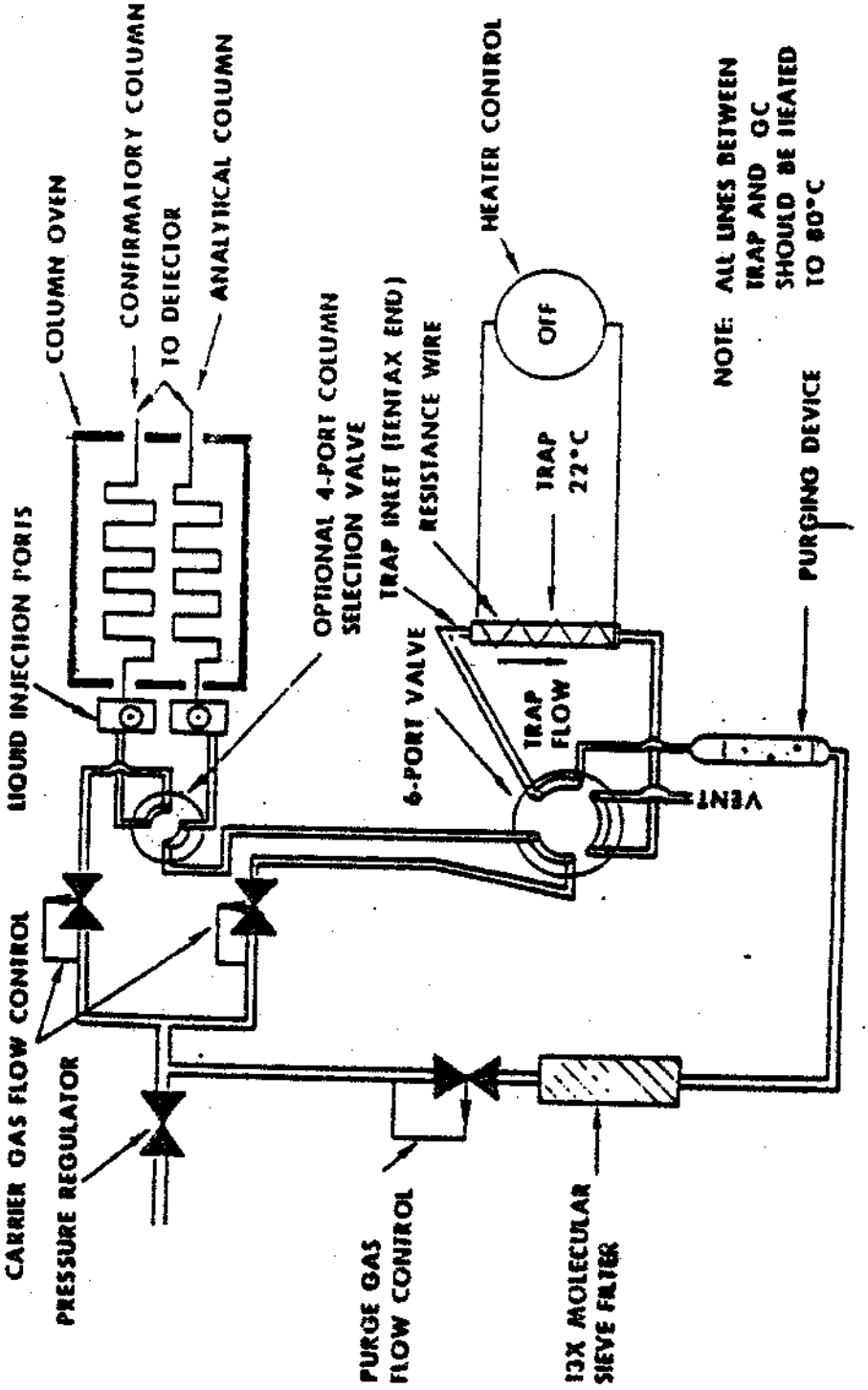


FIGURE 3 PURGE-TRAP SYSTEM (PURGE-SORB MODE)

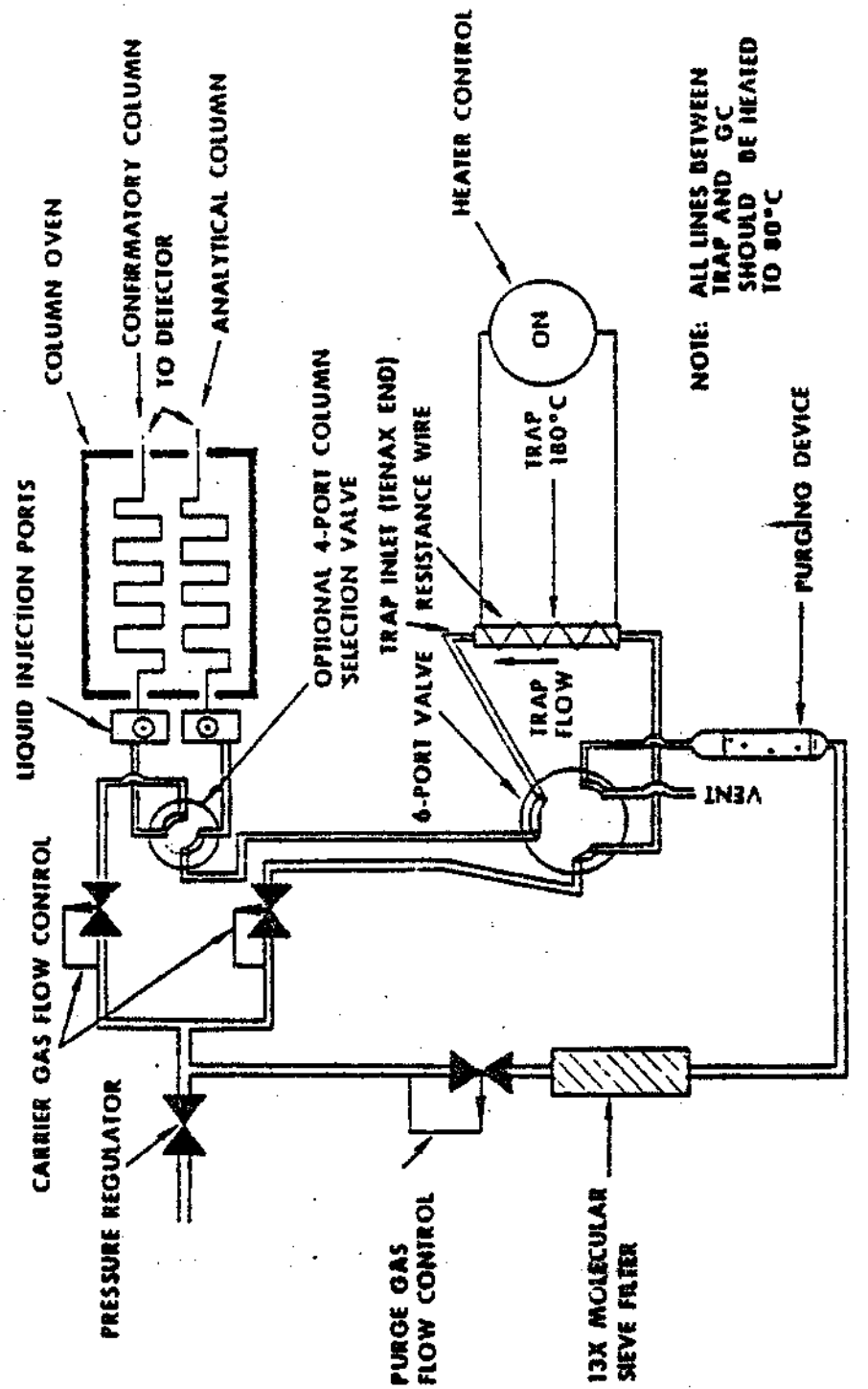


FIGURE 4 PURGE-TRAP SYSTEM (DESORB MODE)

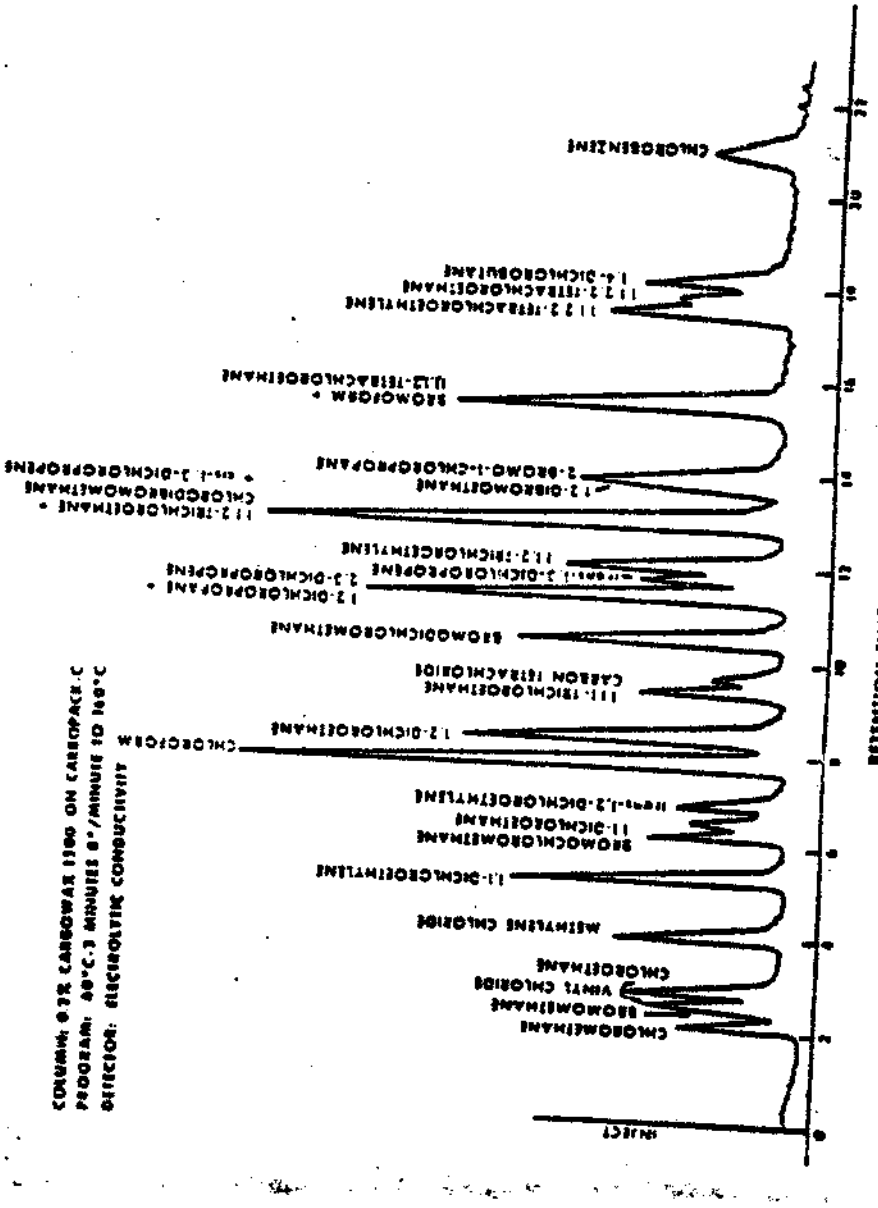


FIGURE 5 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

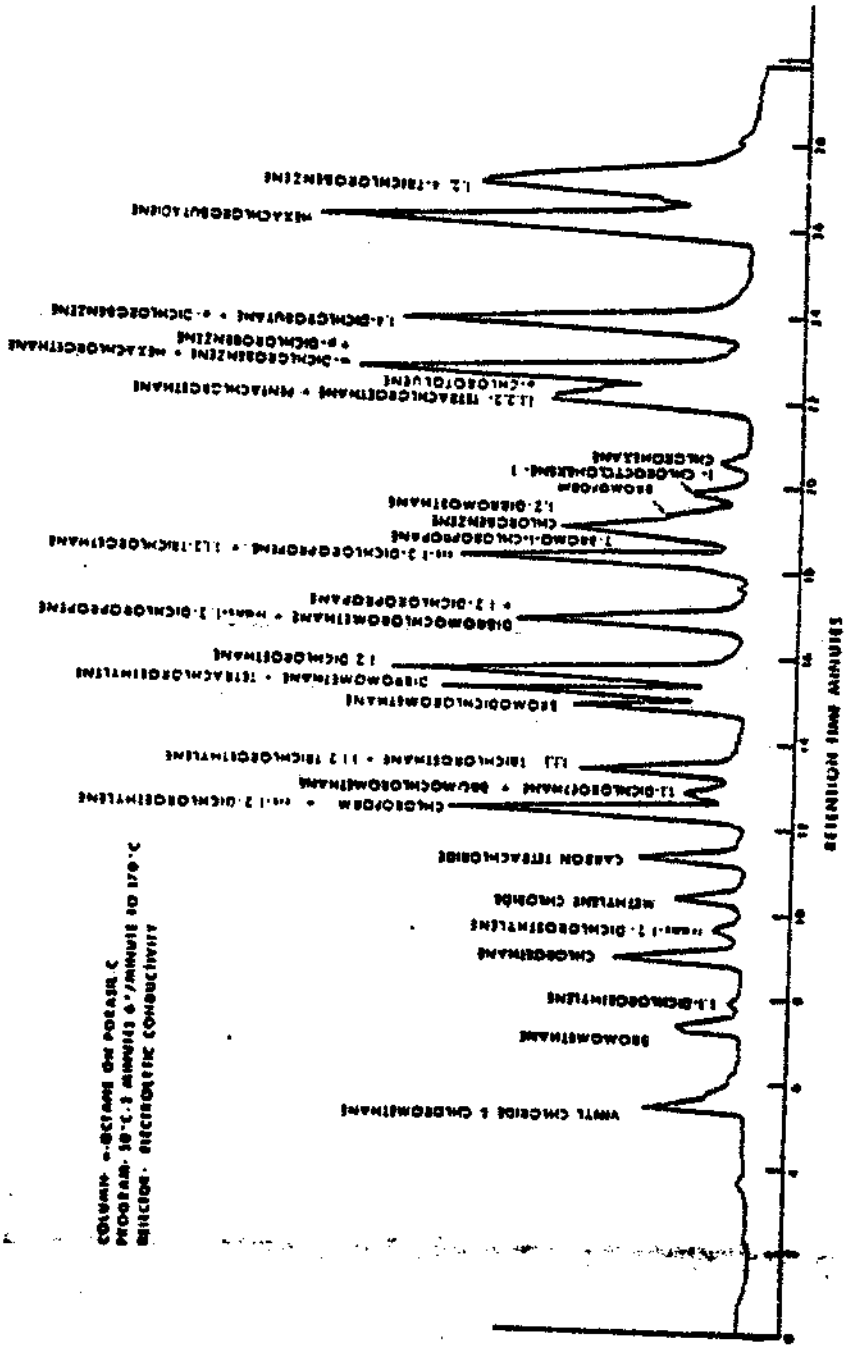


FIGURE 6 CHROMATOGRAM OF ORGANOHALIDES

PART II: ANALYSIS OF TRIHALOMETHANES IN DRINKING WATER BY LIQUID/LIQUID EXTRACTION

1. *Scope.*

1.1 This method (1,2) is applicable only to the determination of four trihalomethanes, i.e., chloroform, bromodichloromethane, chlorodibromomethane, and bromoform in finished drinking water, drinking water during intermediate stages of treatment, and the raw source water.

1.2 For compounds other than the above-mentioned trihalomethanes, or for other sample sources, the analyst must demonstrate the usefulness of the method by collecting precision and accuracy data on actual samples as described in (3) and provide qualitative confirmation of results by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) (4).

1.3 Qualitative analyses using GC/MS or the purge and trap method (5) must be performed to characterize each raw source water if peaks appear as interferences in the raw source analysis.

1.4 The method has been shown to be useful for the trihalomethanes over a concentration range from approximately 0.5 to 200 μg/l. Actual detection limits are highly dependent upon the characteristics of the gas chromatographic system used.

2. *Summary*

2.1 Ten milliliters of sample are extracted one time with 2 ml of solvent. Three μl of the extract are then injected into a gas chromatograph equipped with a linearized electron capture detector for separation and analysis.

2.2 The extraction and analysis time is 10 to 50 minutes per sample depending upon the analytical conditions chosen. (See Table 1 and Figures 1, 2, and 3.)

2.3 Confirmatory evidence is obtained using dissimilar columns and temperature programming. When component concentrations are sufficiently high (>50 μg/l), halogen specific detectors may be employed for improved specificity.

2.4 Unequivocal confirmatory analyses at high levels (>50 μg/l) can be performed using GC/MS in place of the electron capture detector. At levels below 50 μg/l, unequivocal confirmation can only be performed by the purge and trap technique using GC/MS (4, 5).

2.5 Standards dosed into organic free water and the samples are extracted and analyzed in an identical manner in order to compensate for possible extraction losses.

2.6 The concentration of each trihalomethane is summed and reported as total trihalomethanes in μg/l.

3. *Interferences*

3.1 Impurities contained in the extracting solvent usually account for the majority of the analytical problems. Solvent blanks should be analyzed before a new bottle of solvent is used to extract samples. Indirect daily checks on the extracting solvent are obtained by monitoring the sample blanks (6.4.10). Whenever an interference is noted in the sample blank, the analyst should reanalyze the extracting solvent. The extraction solvent should be discarded whenever a high level (>10 μg/l) of interfering compounds are traced to it. Low level interferences generally can be removed by distillation or column chromatography (6); however, it is generally more economical to obtain a new source of solvent or select one of the approved alternative solvents listed in Section 5.1. Interference free solvent is defined as a solvent containing less than 0.4 μg/l individual trihalomethane interference. Protect interference-free solvents by storing in a non-laboratory area known to be free of organochlorine solvents. *Subtracting blank values is not recommended.*

3.2 Several instances of accidental sample contamination have been attributed to diffusion of volatile organics through the septum seal on the sample bottle during shipment and storage. The sample blank (6.4.10) is used to monitor for this problem.

3.3 This liquid/liquid extraction technique efficiently extracts a wide boiling range of non-polar organic compounds and, in addition, extracts the polar organic components of the sample with varying efficiencies. In order to perform the trihalomethane analysis as rapidly as possible with

sensitivities in the low μg/l range, it is necessary to use the semi-specific electron capture detector and chromatographic columns which have relatively poor resolving power. Because of these concessions, the probability of experiencing chromatographic interferences is high. Trihalomethanes are primarily products of the chlorination process and generally do not appear in the raw source water. The absence of peaks in the raw source water analysis with retention times similar to the trihalomethanes is generally adequate evidence of an interference-free finished drinking water analysis. Because of these possible interferences, in addition to each finished drinking water analysis, a representative raw source water (6.4.5) must be analyzed. When potential interferences are noted in the raw source water analysis, the alternate chromatographic columns must be used to reanalyze the sample set. If interferences are still noted, qualitative identifications should be performed according to Sections 2.3 and 2.4. If the peaks are confirmed to be other than trihalomethanes and add significantly to the total trihalomethane value in the finished drinking water analysis, then the sample set must be analyzed by the purge and trap method (5).

4. Apparatus

4.1 Extraction vessel—A 15 ml total volume glass vessel with a Teflon lined screw-cap is required to efficiently extract the samples.

4.1.1 For samples that do not form emulsions 10 ml screw-cap flasks with a Teflon faced septum (total volume is ml) are recommended. Flasks and caps—Pierce—#13310 or equivalent. Septa—Teflon silicone—Pierce #12718 or equivalent.

4.1.2 For samples that form emulsions (turbid source water) 15 ml screw cap centrifuge tubes with a Teflon cap liner are recommended. Centrifuge tube—Corning 8062-15 or equivalent.

4.2 Sampling containers—40 ml screw cap sealed with Teflon faced silicone septa. Vials and caps—Pierce #13075 or equivalent. Septa—Pierce #12722 or equivalent.

4.3 Micro syringes—10, 100 μl.

4.4 Micro syringe—25 μl with a 2-inch by 0.006-inch needle—Hamilton 702N or equivalent.

4.5 Syringes—10 ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).

4.6 Syringe valve—2-way with luer ends (2 each)—Hamilton #86570—1FM1 or equivalent.

4.7 Pipette—2.0 ml transfer.

4.8 Glass stoppered volumetric flasks—10 and 100 ml.

4.9 Gas chromatograph with linearized electron capture detector. (Recommended option—temperature programmable. See Section 4.12.)

4.10 Column A—4 mm ID x 2m long glass packed with 3% SP-1000 on Supelcoport (100/120 mesh) operated at 50°C with 60 ml/min flow. (See Figure 1 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.11 Column B—2 mm ID x 2m long glass packed with 10% squalane on Chromosorb WAW (80/100 mesh) operated at 67°C with 25 ml/min flow. This column is recommended as the primary analytical column. Trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane. (See Figure 2 for a sample chromatogram and Table 1 for retention data.)

4.12 Column C—2 mm ID x 3m long glass packed with 5% OV-11/4% SP-2100 on Supelcoport (100/120 mesh) temperature program 45°C for 12 minutes, then program at 1°/minute to 70°C with a 25 ml/min flow. (See Figure 3 for a sample chromatogram and Table I for retention data.)

4.13 Standard storage containers—15 ml amber screw-cap septum bottles with Teflon faced silicone septa. Bottles and caps—Pierce #19830 or equivalent. Septa—Pierce #12716 or equivalent.

5. Reagents

5.1 Extraction solvent—(See 3.1). Recommended—Pentane*. Alterna-

* Pentane has been selected as the best solvent for this analysis because it elutes, on all of the columns, well before any of the trihalomethanes. High altitudes or laboratory temperatures in excess of 75°F may make the use of this solvent impractical. For these reasons, alternative solvents are acceptable; however, the analyst may expe-

Footnotes continued on next page

tive—hexane, methylcyclohexane or 2,2,4-trimethylpentane.

5.2 Methyl alcohol—ACS Reagent Grade.

5.3 Free and combined chlorine reducing agents—Sodium thiosulfate ACS Reagent Grade—sodium sulfite ACS Reagent Grade.

5.4 Activated carbon—Filtrasorb—200, available from Calgon Corporation, Pittsburgh, PA, or equivalent.

5.5 Standards.[5]

5.5.1 Bromoform 96%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.2 Bromodichloromethane 97%—available from Aldrich Chemical Company.

5.5.3 Chlorodibromomethane—available from Columbia Chemical, Incorporated, Columbia, S.C.

5.5.4 Chloroform 99%—available from Aldrich Chemical Company.

5.6 Organic-free water—Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the procedure described herein.

5.6.1 Organic-free water is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing carbon. Change the activated carbon whenever the concentration of any trihalomethane exceeds 0.4 μg/l.

5.6.2 A Millipore Super-Q Water System or its equivalent may be used to generate organic-free deionized water.

5.6.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant free inert gas through the water at 100 ml/minute for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle with a Teflon seal.

5.6.4 Test organic free water each day it is used by analyzing it according to Section 7.

5.7 Standard stock solutions.

5.7.1 Fill a 10.0 ml ground glass stoppered volumetric flask with approximately 9.8 ml of methyl alcohol.

5.7.2 Allow the flask to stand unstoppered about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces dry.

5.7.3 Weigh the unstoppered flask to the nearest 0.1 mg.

5.7.4 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 to 3 drops of the reference standard to the flask, then reweigh. *Be sure that the reference standard falls directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.*

5.7.5 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times.

5.7.6 Transfer the standard solution to a dated and labeled 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

NOTE.—Because of the toxicity of trihalomethanes, it is necessary to prepare primary dilutions in a hood. It is further recommended that a NIOSH/MESA-approved toxic gas respirator be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.7.7 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.7.8 Store the solution at 4° C.

NOTE.—All standard solutions prepared in methyl alcohol are stable up to 4 weeks when stored under these conditions. They should be discarded after that time has elapsed.

5.8 Aqueous calibration standard precautions.

5.8.1 In order to prepare accurate aqueous standard solutions, the following precautions must be observed:

a. Do not inject more than 20 μl of alcoholic standards into 100 ml of organic-free water.

b. Use a 25 μl Hamilton 702N microsyringe or equivalent. (Variations in needle geometry will adversely affect the ability to deliver reproducible volumes of methanolic standards into water.)

c. Rapidly inject the alcoholic standard into the expanded area of the filled volumetric flask. Remove the needle as fast as possible after injection.

Footnotes continued from last page

rience baseline variances in the elution areas of the trihalomethanes due to coelution of these solvents. The degree of difficulty appears to be dependent upon the design and condition of the electron capture detector. Such problems should be insignificant when concentrations of the coeluting trihalomethane are in excess of 5 μg/l.

[5] As a precautionary measure, all standards must be checked for purity by boiling point determinations or GC/MS assays.

d. Mix aqueous standards by inverting the flask three times only.

e. Discard the contents contained in the neck of the flask. Fill the sample syringe from the standard solution contained in the expanded area of the flask as directed in Section 7.

f. Never use pipets to dilute or transfer samples and aqueous standards.

g. Aqueous standards, when stored with a headspace, are not stable and should be discarded after one hour. Aqueous standards can be stored according to Sections 6.4.9 and 7.2.

5.9 Calibration standards.

5.9.1 Prepare, from the standard stock solutions, a multicomponent secondary dilution mixture in methyl alcohol so that a 20 μl injection into 100 ml of organic-free water will generate a calibration standard which produces a response close (± 25%) to that of the unknown. (See 8.1.)

5.9.2 Alternative calibration procedure.

5.9.2.1 Construct a calibration curve for each trihalomethane containing a minimum of 3 different concentrations. Two of the concentrations must bracket each unknown.

5.9.3 Extract and analyze the aqueous calibration standards in the same manner as the unknowns.

5.9.4 Other calibration procedures (7) which require the delivery of less than 20 μl of methanolic standards to 10.0 ml volumes of water contained in the sample syringe are acceptable only if the methanolic standard is delivered by the solvent flush technique (8).

5.10 Quality Check Standard Mixture.

5.10.1 Prepare, from the standard stock solutions, a secondary dilution mixture in methyl alcohol that contains 10.0 ng/μl of each compound. (See 5.7.6 and 5.7.8.)

5.10.2 Daily, prepare and analyze a 2.0 μg/l aqueous dilution from this mixture by dosing 20.0 μl into 100 ml of organic-free water (See Section 8.1).

6. *Sample Collection and Handling.*

6.1 The sample containers should have a total volume of at least 25 ml.

6.1.1 Narrow-mouth screw-cap bottles with the TFE fluorocarbon faced silicone septa cap liners are strongly recommended.

6.2 Glassware Preparation.

6.2.1 Wash all sample bottles, TFE seals, and extraction flasks in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

6.2.2 Allow the bottles and seals to air dry, then place in an 105° C oven for 1 hour, then allow to cool in an area known to be free of organics.

NOTE.—Do not heat the TFE seals for extended periods of time (>1 hour) because the silicone layer slowly degrades at 105° C.

6.2.3 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

6.3 Sample stabilization—A chemical reducing agent (Section 5.3) is added to all samples in order to arrest the formation of additional trihalomethanes after sample collection (7,9) and to eliminate the possibility of free chlorine reacting with impurities in the extraction solvent to form interfering organohalides. *DO NOT ADD THE REDUCING AGENT TO SAMPLES AT COLLECTION TIME WHEN DATA FOR MAXIMUM TRIHALOMETHANE FORMATION IS DESIRED.* If chemical stabilization is employed, then the reagent is also added to the blanks. The chemical agent (2.5 to 3 mg/40 ml) is added in crystalline form to the empty sample bottle just prior to shipping to the sampling site. If chemical stabilization is not employed at sampling time then the reducing agent is added just before extraction.

6.4 Sample Collection.

6.4.1 Collect all samples in duplicate.

6.4.2 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

6.4.3 Seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it.

6.4.4 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

6.4.5 The raw source water sample history should resemble the finished drinking water. The average retention time of the finished drinking water within the water plant should be taken into account when sampling the raw source water.

6.4.6 Sampling from a water tap.

6.4.6.1 Turn on the water and allow the system to flush until the temperature of the water has stabilized.

Adjust the flow to about 500 ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

6.4.7 Sampling from an open body of water.

6.4.7.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representative area. Carefully fill duplicate sample bottles from the 1-quart bottle as in 6.4.

6.4.8 If a chemical reducing agent has been added to the sample bottles, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

6.4.9 Sealing practice for septum seal screw cap bottles.

6.4.9.1 Open the bottle and fill to overflowing. Place on a level surface. Position the TFE side of the septum seal upon the convex sample meniscus and seal the bottle by screwing the cap on tightly.

6.4.9.2 Invert the sample and lightly tap the cap on a solid surface. The absence of entrapped air indicates a successful seal. If bubbles are present, open the bottle, add a few additional drops of sample, then reseal bottle as above.

6.4.10 Sample blanks.

6.4.10.1 Prepare blanks in duplicate at the laboratory by filling and sealing sample bottles with organic-free water just prior to shipping the sample bottles to the sampling site.

6.4.10.2 If the sample is to be stabilized, add an identical amount of reducing agent to the blanks.

6.4.10.3 Ship the blanks to and from the sampling site along with the sample bottles.

6.4.10.4 Store the blanks and the samples, collected at a given site (sample set), together in a protected area known to be free from contamination. A sample set is defined as all the samples collected at a given site (i.e., at a water treatment plant, duplicate raw source water, duplicate finished water and the duplicate sample blanks comprise the sample set).

6.5 When samples are collected and stored under these conditions, no measurable loss of trihalomethanes has been detected over extended periods of time (7). It is recommended that the samples be analyzed within 14 days of collection.

7. *Extraction and Analysis.*

7.1 Remove the plungers from two 10-ml syringes and attach a closed syringe valve to each.

7.2 Open the sample bottle* (or standard) and carefully pour the sample into one of the syringe barrels until it overflows. Replace the plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residue air while adjusting the sample volume to 10.0 ml. Close the valve.

7.3 Fill the second syringe in an identical manner from the same sample bottle. This syringe is reserved for a replicate analysis (see 8.3 and 8.4).

7.4 Pipette 2.0 ml of extraction solvent into a clean extraction flask.

7.5 Carefully inject the contents of the syringe into the extraction flask.

7.6 Seal with a Teflon faced septum.

7.7 Shake vigorously for 1 minute.

7.8 Let stand until the phases separate ($\int$60 seconds).

7.8.1 If the phases do not separate on standing then centrifugation can be used to facilitate separation.

7.9 Analyze the sample by injecting 3.0 µl (solvent flush technique, (3)) of the upper (organic) phase into the gas chromatograph.

8. *Analytical Quality Control.*

8.1 A 2 µg/l quality check standard (See 5.10) should be extracted and analyzed each day before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at 5 times the noise level are obtained from these data. In addition, the data obtained from the quality check standard can be used to estimate the concentration of the unknowns. From this information the appropriate standards can be determined.

8.2 Analyze the sample blank and the raw source water to monitor for potential interferences as described in Sections 3.1, 3.2, and 3.3.

8.3 Spiked samples.

*If for any reason the chemical reducing agent has not been added to the sample, then it must be added just prior to analyses at the rate of 2.5 to 3 mg/40 ml or by adding 1 mg directly to the sample in the extraction flask.

8.3.1 For those laboratories analyzing more than 10 samples a day, each 10th sample analyzed should be a laboratory-generated spike which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.2 In those laboratories analyzing less than 10 samples daily, each time the analysis is performed, analyze at least one laboratory generated spike sample which closely duplicates the average finished drinking water in trihalomethane composition and concentration. Prepare the spiked sample in organic-free water as described in section 5.9.

8.3.3 Maintain an up-to-date log on the accuracy and precision data collected in Sections 8.3 and 8.4. If results are significantly different than those cited in Section 10.1, the analyst should check out the entire analysis scheme to determine why the laboratory's precision and accuracy limits are greater.

8.4 Randomly select and analyze 10% of all samples in duplicate.

8.5 Analyze all samples in duplicate which appear to deviate more than 30% from any established norm.

8.6 Quarterly, spike an EMSL-Cincinnati trihalomethane quality control sample into organic-free water and analyze.

8.6.1 The results of the EMSL trihalomethane quality control sample should agree within 20% of the true value for each trihalomethane. If they do not, the analyst must check each step in the standard generation procedure to solve the problem.

8.7 It is important that the analyst be aware of the linear response characteristics of the electron capture system that is utilized. Calibration curves should be generated and rechecked quarterly for each trihalomethane over the concentration range encountered in the samples in order to confirm the linear response range of the system. Quantitative data cannot be calculated from non-linear responses. Whenever non-linear responses are noted, the analyst must dilute the sample for reanalysis.

8.8 Maintain a record of the retention times for each trihalomethane using data gathered from spiked samples and standards.

8.8.1 Daily calculate the average retention time for each trihalomethane and the variance encountered for the analyses.

8.8.2 If individual trihalomethane retention time varies by more than 10% over an eight hour period or does not fall within 10% of an established norm, the system is "out of control." The source of retention data variation must be corrected before acceptable data can be generated.

9. *Calculations.*

9.1 Locate each trihalomethane in the sample chromatogram by comparing the retention time of the suspect peak to the data gathered in 8.8.1. The retention time of the suspect peak must fall within the limits established in 8.8.1 for a single column identification.

9.2 Calculate the concentration of each trihalomethane by comparing the peak heights or peak areas of the samples to those of the standards. Round off the data to the nearest μg/l or two significant Figures.

Concentration, μg/l = sample peak height/standard peak height × standard concentration, μg/l.

9.3 Calculate the total trihalomethane concentration (TTHM) by summing the 4 individual trihalomethane concentrations in μg/l: TTHM (μg/l) = (conc. $CHCl_3$)+(conc. $CHBrCl_2$)+(conc. $CHBr_2Cl$)+(conc. $CHBr_3$)

9.4 Calculate the limit of detection (LOD) for each trihalomethane not detected using the following criteria:

$$\text{LOD } (\mu g/l) = \frac{(AXATT)}{(BXATT)} \times (2\ \mu g/l)$$

Where:

B = peak height (mm) of 2 μg/l quality check standard

A = 5 times the noise level in mm at the exact retension time of the trihalomethane or the base line displacement in mm from theoretical zero at the exact retention time for the trihalomethane.

ATT = attenuation factor.

9.5 Report the results obtained from the lower limit of detection esti-

mates along with the data for the samples.

10. *Precision and Accuracy*

10.1 Single lab precision and accuracy. The data in Table II were generated by spiking organic-free water with trihalomethanes as described in 5.9. The mixtures were analyzed by the analyst as true unknowns.

TABLE 1.—*Retention Times for Trihalomethanes*

Trihalomethane	Retention time minutes		
	Column A	Column B	Column C
Chloroform	1.0	1.3	4.9
Bromodichloromethane	1.5	[1]2.5	11.0
Chlorodibromomethane	2.6	5.6	23.1
(Dibromochloromethane) bromoform	5.5	10.9	39.4

[1] On this column, trichloroethylene, a common raw source water contaminate, coelutes with bromodichloromethane.

Table II.—*Single Laboratory Accuracy and Precision*

	Dose level µg/l	Number of samples	Mean µg/l	Precision relative standard deviation, percent	Accuracy percent recovery
Compound:					
$CHCl_3$	9.1	5	10	11	110
$CHCl_3$	69	3	73	5.3	106
$CHBrCl_2$	1.2	5	1.3	9.8	108
$CHBrCl_2$	12	2	16	1.4	125
$CHBr_2Cl$	2.7	5	2.0	17	74
$CHBr_2Cl$	17	3	16	9.9	94
$CHBr_3$	2.9	5	2.2	10	76
$CHBr_3$	14	3	16	12	114

REFERENCES

1. Mieure, J. P., "A Rapid and Sensitive Method for Determining Volatile Organohalides in Water," *Journal AWWA, 69, 60,* 1977.

2. Reding, R., et al. "THM's in Drinking Water: Analysis by LLE and Comparison to Purge and Trap", Organics Analysis in Water and Wastewater, STP 686 ASTM, 1979.

3. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Waste water Laboratories," Analytical Quality Control Laboratory, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, June 1972.

4. Budde, W. L., J. W. Eichelberger, "Organic Analysis Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Ann Arbor Science, Ann Arbor, Michigan, 1979.

5. "The Analysis of Trihalomethanes in Finished Water by the Purge and Trap Method," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268, May 15, 1979.

6. Richard J. J.; G. A. Junk, "Liquid Extraction for Rapid Determination of Halomethanes in Water, *Journal AWWA, 69* 62, January 1977.

7. Brass, H. J., et al., "National Organic Monitoring Survey: Sampling and Purgeable Organic Compounds, Drinking Water Quality Through Source Protection," R. B. Pojasek, Editor, Ann Arbor Science, p. 393, 1977.

8. White, L. D., et al. "Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in Industrial Atmosphere," AIHA Journal, Vol. 31, p. 225, 1970.

9. Kopfler, F. C., et al. "GC/MS Determination of Volatiles for the National Organics Reconnaissance Survey (NORS) or Drinking Water, Identification and Analysis of Organic Pollutants in Water," L. H. Keith, Editor, Ann Arbor Science, p. 87, 1976.

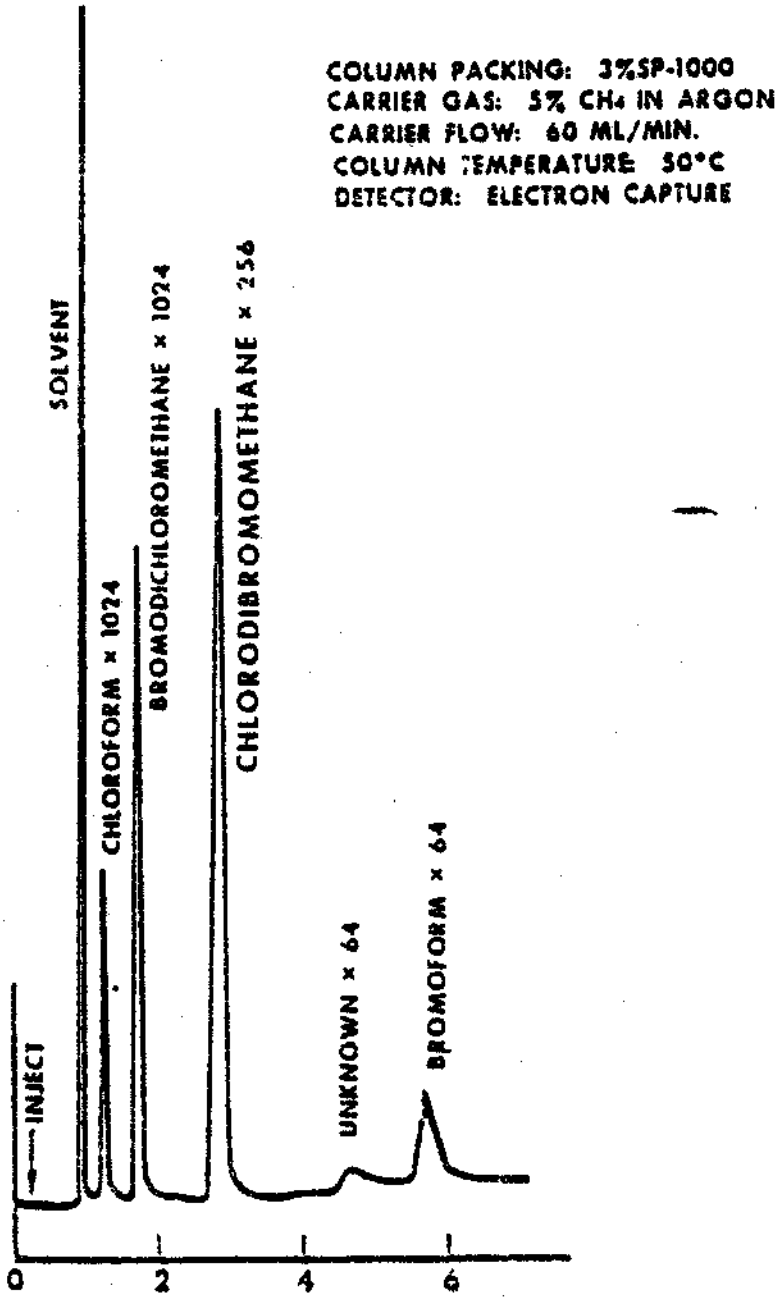


FIGURE 1. FINISHED WATER EXTRACT

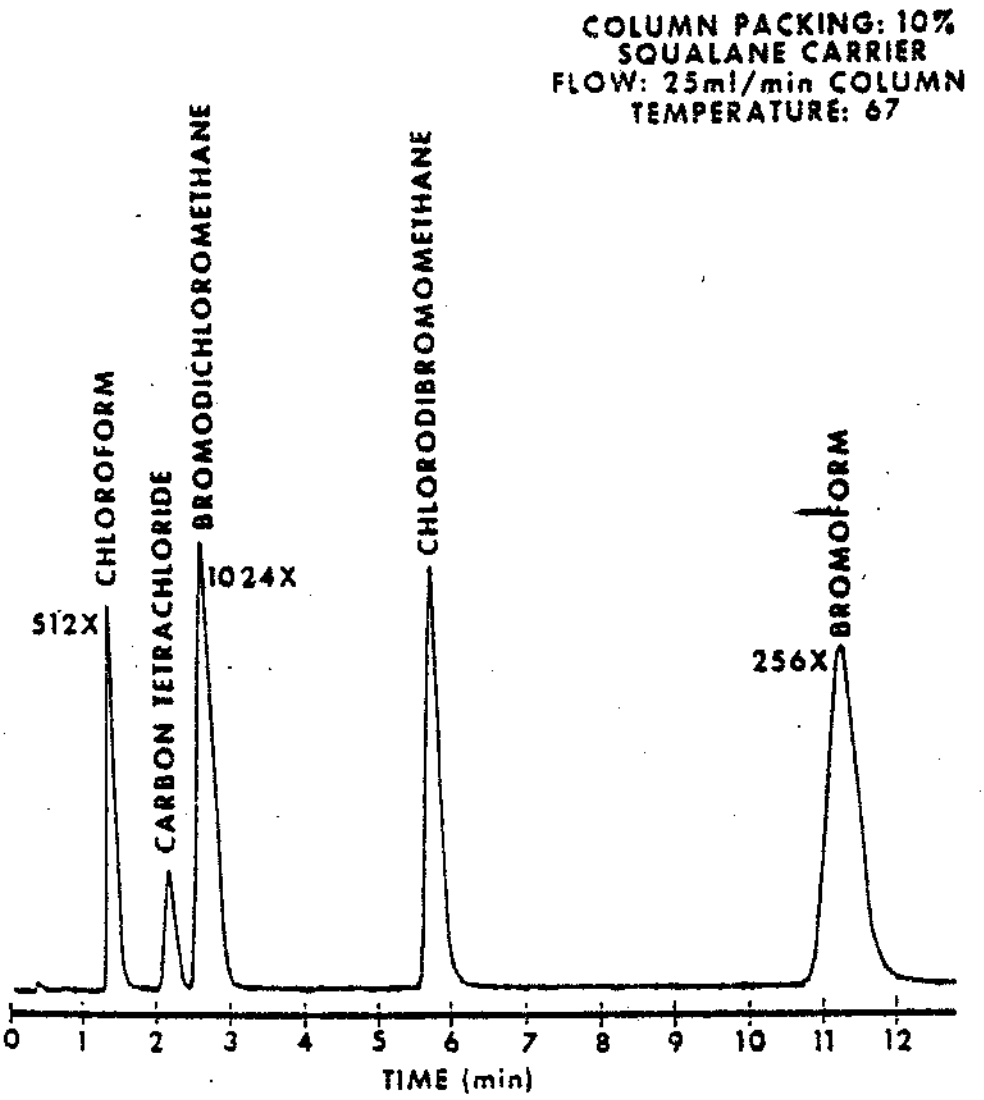


FIGURE 2. EXTRACT OF STANDARD

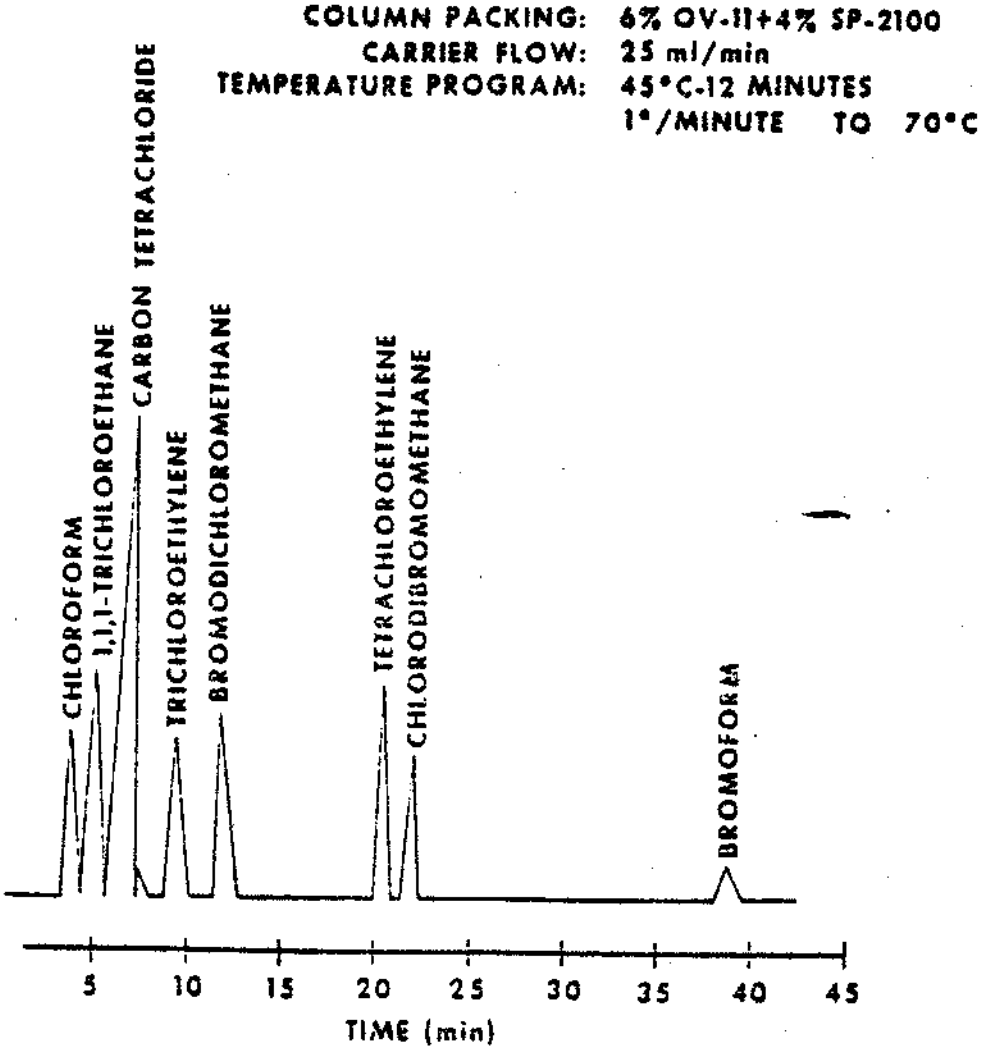


FIGURE 3. EXTRACT OF STANDARD

PART III—DETERMINATION OF MAXIMUM TOTAL TRIHALOMETHANE POTENTIAL (MTP)

The water sample used for this determination is taken from a point in the distribution system that reflects maximum residence time. Procedures for sample collection and handling are given in EMSL Methods 501.1 and 501.2. No reducing agent is added to "quench" the chemical reaction producing THMs at the time of sample collection. The intent is to permit the level of THM precursors to be depleted and the concentration of the THMs to be maximized for the supply being tested.

Four experimental parameters affecting maximum THM production are pH, temperature, reaction time and the presence of a disinfectant residual. These parameters are dealt with as follows:

Measure the disinfectant residual at the selected sampling point. Proceed only if a measurable disinfectant residual is present. Collect triplicate 40 ml water samples at the pH prevailing at the time of sampling, and prepare a method blank according to the EMSL methods. Seal and store these samples together for 7 days at 25°C or above. After this time period, open one of the sample containers and check for disinfectant residual. Absence of a disinfectant residual invalidates the sample for further analyses. Once a disinfectant residual has been demonstrated, open another of the sealed samples and determine total THM concentration using either of the EMSL analytical methods.

[45 FR 68672, Nov. 29, 1979]

Subpart D—Reporting, Public Notification and Record Keeping

§ 141.31 Reporting requirements.

(a) Except where a shorter reporting period is specified in this part, the supplier of water shall report to the State within 40 days following a test, measurement or analysis required to be made by this part, the results of that test, measurement or analysis.

(b) The supplier of water shall report to the State within 48 hours the failure to comply with any primary drinking water regulation (including failure to comply with monitoring requirements) set forth in this part.

(c) The supplier of water is not required to report analytical results to the State in cases where a State laboratory performs the analysis and reports the results to the State office which would normally receive such notification from the supplier.

§ 141.32 Public notification.

(a) If a community water system fails to comply with an applicable maximum contaminant level established in Subpart B, fails to comply with an applicable testing procedure established in Subpart C of this part, is granted a variance or an exemption from an applicable maximum contaminant level, fails to comply with the requirements of any schedule prescribed pursuant to a variance or exemption, or fails to perform any monitoring required pursuant to Section 1445 (a) of the Act, the supplier of water shall notify persons served by the system of the failure or grant by inclusion of a notice in the first set of water bills of the system issued after the failure or grant and in any event by written notice within three months. Such notice shall be repeated at least once every three months so long as the system's failure continues or the variance or exemption remains in effect. If the system issues water bills less frequently than quarterly, or does not issue water bills, the notice shall be made by or supplemented by another form of direct mail.

(b) If a community water system has failed to comply with an applicable maximum contaminant level, the supplier of water shall notify the public of such failure, in addition to the notification required by paragraph (a) of this section, as follows:

(1) By publication on not less than three consecutive days in a newspaper or newspapers of general circulation in the area served by the system. Such notice shall be completed within fourteen days after the supplier of water learns of the failure.

(2) By furnishing a copy of the notice to the radio and television stations serving the area served by the

chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

* * * * *

(d) At the discretion of the State, nitrate levels not to exceed 20 mg/l may be allowed in a non-community water system if the supplier of water demonstrates to the satisfaction of the State that:

(1) Such water will not be available to children under 6 months of age; and

(2) There will be continuous posting of the fact that nitrate levels exceed 10 mg/l and the potential health effects of exposure, and

(3) Local and State public health authorities will be notified annually of nitrate levels that exceed 10 mg/l; and

(4) No adverse health effects shall result.

3. Amending § 141.11(c) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

* * * * *

(c) Fluoride at optimum levels in drinking water has been shown to have beneficial effects in reducing the occurrence of tooth decay.

4. Amending § 141.14 (a)(1), (b)(1)(i), (b)(2)(i), and revising (d) to read as follows:

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

(a) * * *

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per compliance period pursuant to § 141.21(b) or (c), except that, at the primacy Agency's discretion systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample per month from the monthly calculation if: (i) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (A) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (B) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (C) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (ii) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (iii) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(1) * * *

(i) More than 10 percent of the portions (tubes) in any one month pursuant to § 141.21 (b) or (c) except that, at the State's discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (1) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (2) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (3) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and report the action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(2) * * *

(i) More than 60 percent of the portions (tubes) in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c), except that, State discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (1) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (2) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (iii) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates two consecutive daily check samples from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

* * * * *

(d) If an average MCL violation is caused by a single sample MCL violation, then the case shall be treated as one violation with respect to the public notification requirements of § 141.32.

6. Amending § 141.21 (a) and (c) to read as follows and adding (i):

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community and non-community water systems shall analyze or use the services of an approved laboratory for coliform bacteria to determine compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, Method 908A, Paragraphs 1, 2 and 3—pp. 916–918; Method 908D, Table 908: I—p. 923; Method 909A, pp. 928–935, or "Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Water and Wastes," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268—EPA–600/8–78–017, December 1978. Available from ORD Publications, CERI, U.S. EPA, Cincinnati, Ohio 45268. Part III, Section

B 1.0 through 2.6.2, pp. 108–112; 2.7 through 2.7.2(c), pp. 112–113; Part III, Section B 4.0 through 4.6.4(c), pp. 114–116, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters or 100 milliliters as described in § 141.14 (b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

* * * * *

(c) The supplier of water for a non-community water system shall be responsible for sampling coliform bacteria in each calendar quarter that the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after promulgation. The State can adjust the monitoring frequency on the basis of a sanitary survey, the existence of additional safeguards such as a protective and enforced well code, or accumulated analytical data. Such frequency shall be confirmed or modified on the basis of subsequent surveys or data. The frequency shall not be reduced until the non-community water system has performed at least one coliform analysis of its drinking water and shown to be in compliance with § 141.14.

* * * * *

(i) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

9. Amending § 141.22(a) to read as follows and adding (e):

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. If the State determines that a reduced sampling frequency in a non-community system will not pose a risk to public health, it can reduce the required sampling frequency. The option of reducing the turbidity frequency shall be permitted only in those public water systems that practice disinfection and which maintain an active residual disinfectant in the distribution system, and in those cases where the State has indicated in writing that no unreasonable risk to health existed under the circumstances of this option. The turbidity measurements shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, pp. 132–134; or Method 180.1, 1 Nephelometric Method.

* * * * *

(e) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

10. Amending § 141.23(a)(3), adding (a)(4) and amending (f) (1) through (10) to read as follows:

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) * * *

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground sources, analyses for nitrate shall be completed by December 24, 1980. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(4) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results and other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

* * * * *

(f) * * *

(1) Arsenic—Method [1] 206.2, Atomic Absorption Furnace Technique; or Method [1] 206.3, or Method [4] D2972–78A, or Method [2] 301.A VII, pp. 159–162, or Method [3] I–1062–78, pp. 61–63, Atomic Absorption—Gaseous Hydride; or Method [1] 206.4, or Method [4] D–2972–78A, or Method [2] 404–A and 404–B(4), Spectrophotometric, Silver Diethyldithiocarbamate.

(2) Barium—Method [1] 208.1, or Method [2] 301–A IV, pp. 152–155, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 208.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(3) Cadmium—Method [1] 213.1, or Method [4] 3557–78A or B, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 213.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(4) Chromium—Method [1] 218.1, or Method [4] D–1687–77D, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Chromium—Method [1] 218.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(5) Lead—Method [1] 239.1, or Method [4] D–3559–78A or B, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 239.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(6) Mercury—Method [1] 245.1, or Method [4] D–3223–79, or Method [2] 301–A VI, pp. 150–159, Manual Cold Vapor Technique; or Method [1] 245.2, Automated Cold Vapor Technique.

(7) Nitrate—Method [1] 352.1, or Method [4] D–992–71, or Method [2] 419–D, pp. 427–429, Colorimetric Brucine; or Method [1] 353.3, or Method [4] D–3867–79B, or Method [2] 419–C, pp. 423–427, Spectrometric, Cadmium Reduction; Method [1] 353.1, Automated Hydrazine Reduction; or Method [1] 353.2, or Method [4] D–3867–79A, or Method [2] 605, pp. 620–624, Automated Cadmium Reduction.

(8) Selenium—Method [1] 270.2, Atomic Absorption Technique; or Method [1] 270.3; or Method [3] I–1667–78, pp. 237–239, or Method [4] D–3859–79, or Method [2] 301–A VII, pp. 159–162, Hydride Generation—Atomic Absorption Spectrophotometry.

(9) Silver—Method [1] 272.1, or Method [2] 301–A II, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 272.2, Atomic Absorption Techniques Furnace Technique.

(10) Fluoride—Electrode Method, or SPADNS Method, Method [2] 414–B and C, pp. 391–394, or Method [1] 340.1, "Colorimetric SPADNS with Bellack Distillation," or Method [1] 340.2, "Potentiometric Ion Selective Electrode;" or ASTM Method [4] D1179–72; or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, Method [2] 603, Automated Complexone Method (Alizarin Fluoride Blue) pp. 614–616; or Automated Electrode Method, "Fluoride in Water and Wastewater," Industrial Method #380–75WE, Technicon Industrial Systems, Tarrytown, New York 10591, February 1976, or "Fluoride in Water

---

[1] "Methods of Chemical Analysis of Water and Wastes," EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA–600/4–79–020), March 1979. Available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268. For approved analytical procedures for metals, the technique applicable to total metals must be used.

[2] "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, 1976.

[3] Techniques of Water-Resources Investigation of the United States Geological Survey, Chapter A–1, "Methods for Determination of Inorganic Substances in Water and Fluvial Sediments," Book 5, 1979, Stock #024–001–03177–9. Available from Superintendent of Documents, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. 20402.

[4] Annual Book of ASTM Standards, part 31 Water, American Society for Testing and Materials, 1976, Race Street, Philadelphia, Pennsylvania 19103.

and-Wastewater Industrial Method #129-71W," Technicon Industrial Systems, Tarrytown, New York 10591, December 1972; or Fluoride, Total, Colorimetric, Zirconium—Eriochrome Cyanine R Method [3]—I–3325–78, pp. 365–367.

11. Amending §141.24(a)(3), (e) and (f) to read as follows:

§ 141.24 Organic chemical sampling and analytical requirements.

(a) * * *

(3) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results and other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

* * * * *

(e) Analysis made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Methods for Organochlorine Pesticides and Chlorophenoxy Acid Herbicides in Drinking Water and Raw Source Water," available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268; or "Organochlorine Pesticides in Water," 1977 Annual Book of ASTM Standards, part 31, Water, Method D3086; or Method 509–A, pp. 555–565, [3] or Gas Chromatographic Methods for Analysis of Organic Substances in Water,[3] USGS, Book 5, Chapter A–5, pp. 24–39.

(f) Analysis made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Organochlorine Pesticides and Chlorophenoxy Acid Herbicides in Drinking Water and Raw Source Water," available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268; or "Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Water," 1977 Annual Book of ASTM Standards, part 31, Method D1477, or Method 509–B, pp. 565–569, [3] or Gas Chromatographic Methods for Analysis of Organic Substances in Water,[3] USGS, Book 5, Chapter A–3, pp. 24–39.

§ 141.25 [Amended]

12. Amending § 141.25 to add (e)

(e) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

13. Amending § 141.27(a) to read as follows:

[3] Copies of Water-Resources Investigation of the United States Geological Survey, Chapter A-5, Methods for Analysis of Organic Substances in Water, Book 5, 1972, Stock #2401-1227, Available from Superintendent of Documents, U.S. Government Printing Office, Washington, DC 20402.

§ 141.27 Alternate analytical techniques.

(a) With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. EPA, an alternate analytical technique may be employed. An alternate technique shall be accepted only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any MCL. The use of the alternate analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

14. Amending § 141.28 to read as follows:

§ 141.28 Approved laboratories.

(a) For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity, free chlorine residual, temperature and pH may be performed by any person acceptable to the State.

(b) Nothing in this Part shall be construed to preclude the State or any duly designated representative of the State from taking samples or from using the results from such samples to determine compliance by a supplier of water with the applicable requirements of this Part.

15. Amending § 141.31 (a) and (c) and adding paragraphs (d) and (e) to read as follows:

§ 141.31 Reporting requirements.

(a) Except where a shorter period is specified in this part, the supplier of water shall report to the State the results of any test measurement or analysis required by this part within (A) the first ten days following the month in which the result is received or (B) the first ten days following the end of the required monitoring period as stipulated by the State, whichever of these is shortest.

* * * * *

(d) The water supply system, within ten days of completion of each public notification required pursuant to § 141.32, shall submit to the State a representative copy of each type of notice distributed, published, posted, and/or made available to the persons served by the system and/or to the media.

(e) The water supply system shall submit to the State within the time stated in the request copies of any records required to be maintained under § 141.33 hereof or copies of any documents then in existence which the State or the Administrator is entitled to inspect pursuant to the authority of § 1445 of the Safe Drinking Water Act or the equivalent provisions of State law.

16. Amending § 141.32 (b)(3) and (d) to read as follows:

§ 141.32 Public notification.

* * * * *

(b) * * *

(3) Except that the requirements of this subsection (b) may be waived by the State if it determines that the violation has been corrected promptly after discovery, the cause of the violation has been eliminated, and there is no longer a risk to public health.

* * * * *

(d) If a non-community water system fails to comply with an applicable MCL established in Subpart B of this part, fails to comply with an applicable testing procedure established in Subpart C of this part, is granted a variance or an exemption from an applicable MCL, fails to comply with the requirements of any schedule prescribed pursuant to a variance or exemption, or fails to perform any monitoring requirement pursuant to section 1445(a) of the Act, the supplier of water shall give notices by continuous posting of such failure or granting of a variance or exemption to the persons served by the system as long as the failure or granting of a variance or exemption continues. The form and manner for such notices shall be prescribed by the State and shall ensure that the public using the system is adequately informed of the failure or granting of the variance or exemption.

17. Amending Subpart E to read as follows:

Subpart E—Special Monitoring Regulations for Organic Chemicals and Otherwise Unregulated Contaminants

§ 141.41 Special monitoring for sodium.

(a) Suppliers of water for community public water systems shall collect and analyze one sample per plant at the entry point of the distribution system for the determination of sodium concentration levels; samples must be collected and analyzed annually for systems utilizing surface water sources in whole or in part, and at least every three years for systems utilizing solely ground water sources. The minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. The supplier of water may be required by the State to collect and analyze water samples for sodium more

frequently in locations where the sodium content is variable.

(b) The supplier of water shall report to EPA and/or the State the results of the analyses for sodium within the first 10 days of the month following the month in which the sample results were received or within the first 10 days following the end of the required monitoring period as stipulated by the State, whichever of these is first. If more than annual sampling is required the supplier shall report the average sodium concentration within 10 days of the month following the month in which the analytical results of the last sample used for the annual average was received. The supplier of water shall not be required to report the results to EPA where the State has adopted this regulation and results are reported to the State. The supplier shall report the results to EPA where the State has not adopted this regulation.

(c) The supplier of water shall notify appropriate local and State public health officials of the sodium levels by written notice by direct mail within three months. A copy of each notice required to be provided by this paragraph shall be sent to EPA and/or the State within 10 days of its issuance. The supplier of water is not required to notify appropriate local and State public health officials of the sodium levels where the State provides such notices in lieu of the supplier.

(d) Analyses for sodium shall be performed by the flame photometric method in accordance with the procedures described in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, pp. 250-253; or by Method 273.1, Atomic Absorption—Direct Aspiration or Method 273.2, Atomic Absorption—Graphite Furnace, in "Methods for Chemical Analysis of Water and Waste," EMSL, Cincinnati, EPA, 1979; or by Method D1428–64(a) in Annual Book of ASTM Standards, part 31, Water.

18. Adding a § 141.42 to read as follows:

§ 141.42 Special monitoring for corrosivity characteristics.

(a) Suppliers of water for community public water systems shall collect samples from a representative entry point to the water distribution system for the purpose of analysis to determine the corrosivity characteristics of the water.

(1) The supplier shall collect two samples per plant for analysis for each plant using surface water sources wholly or in part or more if required by the State; one during mid-winter and one during mid-summer. The supplier of the water shall collect one sample per plant for analysis for each plant using ground water sources or more if required by the State. The minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples.

(2) Determination of the corrosivity characteristics of the water shall include measurement of pH, calcium hardness, alkalinity, temperature, total dissolved solids (total filterable residue), and calculation of the Langelier Index in accordance with paragraph (c) below. The determination of corrosivity characteristics shall only include one round of sampling (two samples per plant for surface water and one sample per plant for ground water sources). However, States may require more frequent monitoring as appropriate. In addition, States have the discretion to require monitoring for additional parameters which may indicate corrosivity characteristics, such as sulfates and chlorides. In certain cases, the Aggressive Index, as described in paragraph (c), can be used instead of the Langelier Index; the supplier shall request in writing to the State and the State will make this determination.

(b) The supplier of water shall report to EPA and/or the State the results of the analyses for the corrosivity characteristics within the first 10 days of the month following the month in which the sample results were received. If more frequent sampling is required by the State, the supplier can accumulate the data and shall report each value within 10 days of the month following the month in which the analytical results of the last sample was received. The supplier of water shall not be required to report the results to EPA where the State has adopted this regulation and results are reported to the State.

(c) Analyses conducted to determine the corrosivity of the water shall be made in accordance to the following methods:

(1) Langelier Index—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 203, pp. 61–63.

(2) Aggressive Index—"AWWA Standard for Asbestos-Cement Pipe, 4 in. through 24 in. for Water and Other Liquids," AWWA C400–77, Revision of C400–75, AWWA, Denver, Colorado.

(3) Total Filtrable Residue—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 208B, pp. 92–93; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 160.1.

(4) Temperature—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 212, pp. 125–126.

(5) Calcium hardness—EDTA Titrimetric Method "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 309B, pp. 202–206; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1126–67 (8).

(6) Alkalinity—Methyl Orange and paint pH 4.5, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 403, pp. 278–281; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1067–70B; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 310.1.

(7) pH—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 424, pp. 460–465; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 150.1; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1293-78 A or B.

(8) Chloride—Potentiometric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, p. 306.

(9) Sulfate—Turbidimetric Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 277–278, EPA, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 334–335, 14th Edition, pp. 496–498.

(d) Community water supply systems shall identify whether the following construction materials are present in their distribution system and report to the State:

- Lead from piping, solder, caulking, interior lining of distribution mains, alloys and home plumbing.
- Copper from piping and alloys, service lines, and home plumbing.
- Galvanized piping, service lines, and home plumbing.
- Ferrous piping materials such as cast iron and steel.
- Asbestos cement pipe.

In addition, States may require identification and reporting of other materials of construction present in distribution systems that may contribute contaminants to the drinking water, such as:

- Vinyl lined asbestos cement pipe.
- Coal tar lined pipes and tanks.

Appendix A—Response to Public Comments

Comments submitted to the Agency and statements presented at the public hearing in

chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

* * * * *

(d) At the discretion of the State, nitrate levels not to exceed 20 mg/l may be allowed in a non-community water system if the supplier of water demonstrates to the satisfaction of the State that:

(1) Such water will not be available to children under 6 months of age; and

(2) There will be continuous posting of the fact that nitrate levels exceed 10 mg/l and the potential health effects of exposure; and

(3) Local and State public health authorities will be notified annually of nitrate levels that exceed 10 mg/l; and

(4) No adverse health effects shall result.

3. Amending § 141.11(c) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

* * * * *

(c) Fluoride at optimum levels in drinking water has been shown to have beneficial effects in reducing the occurrence of tooth decay.

4. Amending § 141.14 (a)(1), (b)(1)(i), (b)(2)(i), and revising (d) to read as follows:

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

(a) * * *

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per compliance period pursuant to § 141.21(b) or (c), except that, at the primacy Agency's discretion systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample per month from the monthly calculation if: (i) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (A) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (B) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (C) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (ii) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (iii) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(1) * * *

(i) More than 10 percent of the portions (tubes) in any one month pursuant to § 141.21 (b) or (c) except that, at the State's discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (*1*) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (*2*) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (*3*) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and report the action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(2) * * *

(i) More than 60 percent of the portions (tubes) in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c), except that, State discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (*1*) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (*2*) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (*3*) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates two consecutive daily check samples from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

* * * * *

(d) If an average MCL violation is caused by a single sample MCL violation, then the case shall be treated as one violation with respect to the public notification requirements of § 141.32.

8. Amending § 141.21 (a) and (c) to read as follows and adding (i):

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community and non-community water systems shall analyze or use the services of an approved laboratory for coliform bacteria to determine compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, Method 908A, Paragraphs 1, 2 and 3—pp. 916–918; Method 908D, Table 908: I—p. 923; Method 909A, pp. 928–935, or "Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Water and Wastes," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268—EPA–600/8–78–017, December 1978. Available from ORD Publications, CERI, U.S. EPA, Cincinnati, Ohio 45268. Part III, Section

B 1.0 through 2.6.2, pp. 108–112; 2.7 through 2.7.2(c), pp. 112–113; Part III, Section B 4.0 through 4.6.4(c), pp. 114–118, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters or 100 milliliters as described in § 141.14 (b) and (c). The samples shall be taken at points which are representative of the conditions within the distribution system.

* * * * *

(c) The supplier of water for a non-community water system shall be responsible for sampling coliform bacteria in each calendar quarter that the system provides water to the public. Such sampling shall begin within two years after promulgation. The State can adjust the monitoring frequency on the basis of a sanitary survey, the existence of additional safeguards such as a protective and enforced well code, or accumulated analytical data. Such frequency shall be confirmed or modified on the basis of subsequent surveys or data. The frequency shall not be reduced until the non-community water system has performed at least one coliform analysis of its drinking water and shown to be in compliance with § 141.14.

* * * * *

(i) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

9. Amending § 141.22(a) to read as follows and adding (e):

§ 141.22 Turbidity sampling and analytical requirements.

(a) Samples shall be taken by suppliers of water for both community and non-community water systems at a representative entry point(s) to the water distribution system at least once per day, for the purpose of making turbidity measurements to determine compliance with § 141.13. If the State determines that a reduced sampling frequency in a non-community system will not pose a risk to public health, it can reduce the required sampling frequency. The option of reducing the turbidity frequency shall be permitted only in those public water systems that practice disinfection and which maintain an active residual disinfectant in the distribution system, and in those cases where the State has indicated in writing that no unreasonable risk to health existed under the circumstances of this option. The turbidity measurements shall be made by the Nephelometric Method in accordance with the recommendations set forth in "Standard Methods for Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, pp. 132–134; or Method 180.1, 1-Nephrometric Method.

* * * * *

(e) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

10. Amending § 141.23(a)(3), adding (a)(4) and amending (f) (1) through (10) to read as follows:

§ 141.23 Inorganic chemical sampling and analytical requirements.

(a) * * *

(3) For non-community water systems, whether supplied by surface or ground sources, analyses for nitrate shall be completed by December 24, 1980. These analyses shall be repeated at intervals determined by the State.

(4) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results and other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

* * * * *

(f) * * *

(1) Arsenic—Method [1] 206.2, Atomic Absorption Furnace Technique; or Method [1] 206.3, or Method [4] D2972–78A, or Method [2] 301-A VII, pp. 159–162, or Method [3] I–1062–78, pp. 81–83, Atomic Absorption—Gaseous Hydride; or Method [1] 206.4, or Method [4] D–2972–78A, or Method [2] 404–A and 404–B(4), Spectrophotometric, Silver Diethyldithiocarbamate.

(2) Barium—Method [1] 208.1, or Method [2] 301–A IV, pp. 152–155, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 208.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(3) Cadmium—Method [1] 213.1, or Method [4] 3557–78A or B, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 213.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(4) Chromium—Method [1] 218.1, or Method [4] D–1687–77D, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Chromium—Method [1] 218.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(5) Lead—Method [1] 239.1, or Method [4] D–3559–78A or B, or Method [2] 301–A II or III, pp. 148–152, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 239.2, Atomic Absorption Furnace Technique.

(6) Mercury—Method [1] 245.1, or Method [4] D–3223–79, or Method [2] 301–A VI, pp. 156–159, Manual Cold Vapor Technique; or Method [1] 245.2, Automated Cold Vapor Technique.

(7) Nitrate—Method [1] 352.1, or Method [4] D–992–71, or Method [2] 419–D, pp. 427–429, Colorimetric Brucine; or Method [1] 353.3, or Method [4] D–3867–79B, or Method [2] 419–C, pp. 423–427, Spectrometric, Cadmium Reduction; Method [1] 353.1, Automated Hydrazine Reduction; or Method [1] 353.2, or Method [4] D–3867–79A, or Method [2] 605, pp. 620–624, Automated Cadmium Reduction.

(8) Selenium—Method [1] 270.2, Atomic Absorption Technique; or Method [1] 270.3; or Method [3] I–1667–78, pp. 237–239, or Method [4] D–3859–79, or Method [2] 301–A VII, pp. 159–162, Hydride Generation—Atomic Absorption Spectrophotometry.

(9) Silver—Method [1] 272.1, or Method [2] 301–A II, Atomic Absorption—Direct Aspiration; or Method [1] 272.2, Atomic Absorption Techniques Furnace Technique.

(10) Fluoride—Electrode Method, or SPADNS Method, Method [2] 414–B and C, pp. 391–394, or Method [1] 340.1, "Colorimetric SPADNS with Bellack Distillation," or Method [1] 340.2, "Potentimetric Ion Selective Electrode;" or ASTM Method [4] D1179–72; or Colorimetric Method with Preliminary Distillation, Method [2] 603, Automated Complexone Method (Alizarin Fluoride Blue) pp. 614–616; or Automated Electrode Method, "Fluoride in Water and Wastewater," Industrial Method #380–75WE, Technicon Industrial Systems, Tarrytown, New York 10591, February 1978, or "Fluoride in Water

---

[1] "Methods of Chemical Analysis of Water and Wastes," EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA-600/4-79-020), March 1979. Available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268. For approved analytical procedures for metals, the technique applicable to total metals must be used.

[2] "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, 1976.

[3] "Techniques of Water-Resources Investigation of the United States Geological Survey, Chapter A-1, "Methods for Determination of Inorganic Substances in Water and Fluvial Sediments," Book 5, 1979, Stock #024-001-03177-9. Available from Superintendent of Documents, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. 20402.

[4] Annual Book of ASTM Standards, part 31 Water, American Society for Testing and Materials, 1976, Race Street, Philadelphia, Pennsylvania 19103.

and Wastewater Industrial Method #129-71W," Technicon Industrial Systems, Tarrytown, New York 10591, December 1972; or Fluoride, Total, Colorimetric, Zirconium—Eriochrome Cyanine R Method [3]—I–3325–78, pp. 365–367.

11. Amending §141.24(a)(3), (e) and (f) to read as follows:

§ 141.24 Organic chemical sampling and analytical requirements.

(a) * * *

(3) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results and other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

* * * * *

(e) Analysis made to determine compliance with § 141.12(a) shall be made in accordance with "Methods for Organochlorine Pesticides and Chlorophenoxy Acid Herbicides in Drinking Water and Raw Source Water," available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268; or "Organochlorine Pesticides in Water," 1977 Annual Book of ASTM Standards, part 31, Water, Method D3086; or Method 509–A, pp. 553–565, [2] or Gas Chromatographic Methods for Analysis of Organic Substances in Water," [3] USGS, Book 5, Chapter A–3, pp. 24–39.

(f) Analysis made to determine compliance with § 141.12(b) shall be conducted in accordance with "Methods for Organochlorine Pesticides and Chlorophenoxy Acid Herbicides in Drinking Water and Raw Source Water," available from ORD Publications, CERI, EPA, Cincinnati, Ohio 45268; or "Chlorinated Phenoxy Acid Herbicides in Water," 1977 Annual Book of ASTM Standards, part 31, Method D1470, or Method 509–B, pp. 555–562, [2] or Gas Chromatographic Methods for Analysis of Organic Substances in Water," [3] USGS, Book 5, Chapter A–3, pp. 24–39.

§ 141.25 [Amended]

12. Amending § 141.25 to add (e)

(e) The State has the authority to determine compliance or initiate enforcement action based upon analytical results or other information compiled by their sanctioned representatives and agencies.

13. Amending § 141.27(a) to read as follows:

[3] "Methods of Water—Resources Investigation of the United States Geological Survey, Chapter A–5, Methods for Analysis of Organic Substances in Water," Book 5, 1972, Stock #2401–1247, Available from Superintendent of Documents, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C.

* * *

§ 141.27 Alternate analytical techniques.

(a) With the written permission of the State, concurred in by the Administrator of the U.S. EPA, an alternate analytical technique may be employed. An alternate technique shall be accepted only if it is substantially equivalent to the prescribed test in both precision and accuracy as it relates to the determination of compliance with any MCL. The use of the alternate analytical technique shall not decrease the frequency of monitoring required by this part.

14. Amending § 141.28 to read as follows:

§ 141.28 Approved laboratories.

(a) For the purpose of determining compliance with § 141.21 through § 141.27, samples may be considered only if they have been analyzed by a laboratory approved by the State except that measurements for turbidity, free chlorine residual, temperature and pH may be performed by any person acceptable to the State.

(b) Nothing in this Part shall be construed to preclude the State or any duly designated representative of the State from taking samples or from using the results from such samples to determine compliance by a supplier of water with the applicable requirements of this Part.

15. Amending § 141.31 (a) and (c) and adding paragraphs (d) and (e) to read as follows:

§ 141.31 Reporting requirements.

(a) Except where a shorter period is specified in this part, the supplier of water shall report to the State the results of any test measurement or analysis required by this part within (A) the first ten days following the month in which the result is received or (B) the first ten days following the end of the required monitoring period as stipulated by the State, whichever of these is shortest.

* * * * *

(d) The water supply system, within ten days of completion of each public notification required pursuant to § 141.32, shall submit to the State a representative copy of each type of notice distributed, published, posted, and/or made available to the persons served by the system and/or to the media.

(e) The water supply system shall submit to the State within the time stated in the request copies of any records required to be maintained under § 141.33 hereof or copies of any documents then in existence which the State or the Administrator is entitled to inspect pursuant to the authority of § 1445 of the Safe Drinking Water Act or the equivalent provisions of State law.

16. Amending § 141.32 (b)(3) and (d) to read as follows:

§ 141.32 Public notification.

* * * * *

(b) * * *

(3) Except that the requirements of this subsection (b) may be waived by the State if it determines that the violation has been corrected promptly after discovery, the cause of the violation has been eliminated, and there is no longer a risk to public health.

* * * * *

(d) If a non-community water system fails to comply with an applicable MCL established in Subpart B of this part, fails to comply with an applicable testing procedure established in Subpart C of this part, is granted a variance or an exemption from an applicable MCL, fails to comply with the requirements of any schedule prescribed pursuant to a variance or exemption, or fails to perform any monitoring requirement pursuant to section 1445(a) of the Act, the supplier of water shall give notices by continuous posting of such failure or granting of a variance or exemption to the persons served by the system as long as the failure or granting of a variance or exemption continues. The form and manner for such notices shall be prescribed by the State and shall ensure that the public using the system is adequately informed of the failure or granting of the variance or exemption.

17. Amending Subpart E to read as follows:

Subpart E—Special Monitoring Regulations for Organic Chemicals and Otherwise Unregulated Contaminants

§ 141.41 Special monitoring for sodium.

(a) Suppliers of water for community public water systems shall collect and analyze one sample per plant at the entry point of the distribution system for the determination of sodium concentration levels; samples must be collected and analyzed annually for systems utilizing surface water sources in whole or in part, and at least every three years for systems utilizing solely ground water sources. The minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples. The supplier of water may be required by the State to collect and analyze water samples for sodium more

frequently in locations where the sodium content is variable.

(b) The supplier of water shall report to EPA and/or the State the results of the analyses for sodium within the first 10 days of the month following the month in which the sample results were received or within the first 10 days following the end of the required monitoring period as stipulated by the State, whichever of these is first. If more than annual sampling is required the supplier shall report the average sodium concentration within 10 days of the month following the month in which the analytical results of the last sample used for the annual average was received. The supplier of water shall not be required to report the results to EPA where the State has adopted this regulation and results are reported to the State. The supplier shall report the results to EPA where the State has not adopted this regulation.

(c) The supplier of water shall notify appropriate local and State public health officials of the sodium levels by written notice by direct mail within three months. A copy of each notice required to be provided by this paragraph shall be sent to EPA and/or the State within 10 days of its issuance. The supplier of water is not required to notify appropriate local and State public health officials of the sodium levels where the State provides such notices in lieu of the supplier.

(d) Analyses for sodium shall be performed by the flame photometric method in accordance with the procedures described in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, pp. 250–253; or by Method 273.1, Atomic Absorption—Direct Aspiration or Method 273.2, Atomic Absorption—Graphite Furnace, in "Methods for Chemical Analysis of Water and Waste," EMSL, Cincinnati, EPA, 1979; or by Method D1428–64(a) in Annual Book of ASTM Standards, part 31, Water.

18. Adding a § 141.42 to read as follows:

§ 141.42 Special monitoring for corrosivity characteristics.

(a) Suppliers of water for community public water systems shall collect samples from a representative entry point to the water distribution system for the purpose of analysis to determine the corrosivity characteristics of the water.

(1) The supplier shall collect two samples per plant for analysis for each plant using surface water sources wholly or in part or more if required by the State; one during mid-winter and one during mid-summer. The supplier of the water shall collect one sample per plant for analysis for each plant using ground water sources or more if required by the State. The minimum number of samples required to be taken by the system shall be based on the number of treatment plants used by the system, except that multiple wells drawing raw water from a single aquifer may, with the State approval, be considered one treatment plant for determining the minimum number of samples.

(2) Determination of the corrosivity characteristics of the water shall include measurement of pH, calcium hardness, alkalinity, temperature, total dissolved solids (total filterable residue), and calculation of the Langelier Index in accordance with paragraph (c) below. The determination of corrosivity characteristics shall only include one round of sampling (two samples per plant for surface water and one sample per plant for ground water sources). However, States may require more frequent monitoring as appropriate. In addition, States have the discretion to require monitoring for additional parameters which may indicate corrosivity characteristics, such as sulfates and chlorides. In certain cases, the Aggressive Index, as described in paragraph (c), can be used instead of the Langelier Index; the supplier shall request in writing to the State and the State will make this determination.

(b) The supplier of water shall report to EPA and/or the State the results of the analyses for the corrosivity characteristics within the first 10 days of the month following the month in which the sample results were received. If more frequent sampling is required by the State, the supplier can accumulate the data and shall report each value within 10 days of the month following the month in which the analytical results of the last sample was received. The supplier of water shall not be required to report the results to EPA where the State has adopted this regulation and results are reported to the State.

(c) Analyses conducted to determine the corrosivity of the water shall be made in accordance to the following methods:

(1) Langelier Index—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 203, pp. 81–83.

(2) Aggressive Index—"AWWA Standard for Asbestos-Cement Pipe, 4 in. through 24 in. for Water and Other Liquids," AWWA C400–77, Revision of C400–75, AWWA, Denver, Colorado.

(3) Total Filtrable Residue—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 208B, pp. 92–93; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 160.1.

(4) Temperature—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 212, pp. 125–126.

(5) Calcium hardness—EDTA Titrimetric Method "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 308B, pp. 202–206; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1126–67 (8).

(6) Alkalinity—Methyl Orange and paint pH 4.5, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 403, pp. 278–281; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1067–70B; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 310.1.

(7) pH—"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, Method 424, pp. 460–465; or "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," Method 150.1; or "Annual Book of ASTM Standards," Method D1293-78 A or B.

(8) Chloride—Potentiometric Method, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 14th Edition, p. 306.

(9) Sulfate—Turbidimetric Method, "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes," pp. 277–278, EPA, Office of Technology Transfer, Washington, D.C. 20460, 1974, or "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," 13th Edition, pp. 334–335, 14th Edition, pp. 496–498.

(d) Community water supply systems shall identify whether the following construction materials are present in their distribution system and report to the State:

- Lead from piping, solder, caulking, interior lining of distribution mains, alloys and home plumbing.
- Copper from piping and alloys, service lines, and home plumbing.
- Galvanized piping, service lines, and home plumbing.
- Ferrous piping materials such as cast iron and steel.
- Asbestos cement pipe.

In addition, States may require identification and reporting of other materials of construction present in distribution systems that may contribute contaminants to the drinking water, such as:

- Vinyl lined asbestos cement pipe.
- Coal tar lined pipes and tanks.

Appendix A—Response to Public Comments

Comments submitted to the Agency and statements presented at the public hearing in

[44 FR 53460, Sept. 13, 1979; 44 FR 54708, Sept. 21, 1979]

§ 257.3-7 Air.

(a) The facility or practice shall not engage in open burning of residential, commercial, institutional or industrial solid waste. This requirement does not apply to infrequent burning of agricultural wastes in the field, silvicultural wastes for forest management purposes, land-clearing debris, diseased trees, debris from emergency clean-up operations, and ordnance.

(b) The facility or practice shall not violate applicable requirements developed under a State implementation plan approved or promulgated by the Administrator pursuant to Section 110 of the Clean Air Act.

(c) As used in this section "open burning" means the combustion of solid waste without (1) control of combustion air to maintain adequate temperature for efficient combustion, (2) containment of the combustion reaction in an enclosed device to provide sufficient residence time and mixing for complete combustion, and (3) control of the emission of the combustion products.

[44 FR 53460, Sept. 13, 1979; 44 FR 54708, Sept. 21, 1979]

§ 257.3-8 Safety.

(a) *Explosive gases.* The concentration of explosive gases generated by the facility or practice shall not exceed:

(1) Twenty-five percent (25%) of the lower explosive limit for the gases in facility structures (excluding gas control or recovery system components); and

(2) The lower explosive limit for the gases at the property boundary.

(b) *Fires.* A facility or practice shall not pose a hazard to the safety of persons or property from fires. This may be accomplished through compliance with § 257.3-7 and through the periodic application of cover material or other techniques as appropriate.

(c) *Bird hazards to aircraft.* A facility or practice disposing of putrescible wastes that may attract birds and which occurs within 10,000 feet (3,048 meters) of any airport runway used by turbojet aircraft or within 5,000 feet (1,524 meters) of any airport runway used by only piston-type aircraft shall not pose a bird hazard to aircraft.

(d) *Access.* A facility or practice shall not allow uncontrolled public access so as to expose the public to potential health and safety hazards at the disposal site.

(e) As used in this section:

(1) "Airport" means public-use airport open to the public without prior permission and without restrictions within the physical capacities of available facilities.

(2) "Bird hazard" means an increase in the likelihood of bird/aircraft collisions that may cause damage to the aircraft or injury to its occupants.

(3) "Explosive gas" means methane (CH_4).

(4) "Facility structures" means any buildings and sheds or utility or drainage lines on the facility.

(5) "Lower explosive limit" means the lowest percent by volume of a mixture of explosive gases which will propagate a flame in air at 25°C and atmospheric pressure.

(6) "Periodic application of cover material" means the application and compaction of soil or other suitable material over disposed solid waste at the end of each operating day or at such frequencies and in such a manner as to reduce the risk of fire and to impede disease vectors' access to the waste.

(7) "Putrescible wastes" means solid waste which contains organic matter capable of being decomposed by microorganisms and of such a character and proportion as to be capable of attracting or providing food for birds.

§ 257.4 Effective date.

These criteria become effective October 15, 1979.

APPENDIX I

The maximum contaminant levels promulgated herein are for use in determining whether solid waste disposal activities comply with the ground-water criteria (§ 257.3-4). Analytical methods for these contaminants may be found in 40 CFR Part 141 which should be consulted in its entirety.

1. *Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.* The following are the maximum levels of inorganic chemicals other than fluoride:

Contaminant	Level (milligrams per liter)
Arsenic	0.05
Barium	1.
Cadmium	0.010
Chromium	0.05
Lead	0.05
Mercury	0.002
Nitrate (as N)	10.
Selenium	0.01
Silver	0.05

The maximum contaminant levels for fluoride are:

Temperature[1] degrees Fahrenheit	Degrees Celsius	Level (milligrams per liter)
53.7 and below	12 and below	2.4
53.8 to 58.3	12.1 to 14.6	2.2
58.4 to 63.8	14.7 to 17.6	2.0
63.9 to 70.6	17.7 to 21.4	1.8
70.7 to 79.2	21.5 to 26.2	1.6
79.3 to 90.5	26.3 to 32.5	1.4

[1] Annual average of the maximum daily air temperature.

2. *Maximum contaminant levels for organic chemicals.* The following are the maximum contaminant levels for organic chemicals:

	Level (milligrams per liter)
(a) Chlorinated hydrocarbons:	
Endrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-endo, endo-5,8-dimethano naphthalene)	0.0002
Lindane (1,2,3,4,5,6-Hexachlorocyclohexane, gamma isomer	0.004
Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2,2-bis (p-methoxyphenyl) ethane)	0.1
Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$-Technical chlorinated camphene, 67 to 69 percent chlorine)	0.005
(b) Chlorophenoxys:	
2,4-D (2,4-Dichlorophenoxy-acetic acid)	0.1
2,4,5-TP Silvex (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid)	0.01

3. *Maximum microbiological contaminant levels.* The maximum contaminant level for coliform bacteria from any one well is as follows:

(a) using the membrane filter technique:

(1) Four coliform bacteria per 100 milliliters if one sample is taken, or

(2) Four coliform bacteria per 100 milliliters in more than one sample of all the samples analyzed in one month.

(b) Using the five tube most probable number procedure, (the fermentation tube method) in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for Examination of Water and Waste Water", American Public Health Association, 13th Ed. pp. 662–668, and using a Standard sample, each portion being one fifth of the sample:

(1) If the standard portion is 10 milliliters, coliform in any five consecutive samples from a well shall not be present in three or more of the 25 portions, or

(2) If the standard portion is 100 milliliters, coliform in any five consecutive samples from a well shall not be present in five portions in any of five samples or in more than fifteen of the 25 portions.

4. *Maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity.* The following are the maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity:

(a) Combined radium-226 and radium-228—5 pCi/l;

(b) Gross alpha particle activity (including radium-226 but excluding radon and uranium)—15 pCi/l.

Appendix II

A. Processes to Significantly Reduce Pathogens

Aerobic digestion: The process is conducted by agitating sludge with air or oxygen to maintain aerobic conditions at residence times ranging from 60 days at 15° C to 40 days at 20° C, with a volatile solids reduction of at least 38 percent.

Air Drying: Liquid sludge is allowed to drain and/or dry on under-drained sand beds, or paved or unpaved basins in which the sludge is at a depth of nine inches. A minimum of three months is needed, two months of which temperatures average on a daily basis above 0° C.

Anaerobic digestion: The process is conducted in the absence of air at residence times ranging from 60 days at 20° C to 15 days at 35° to 55° C, with a volatile solids reduction of at least 38 percent.

Composting: Using the within-vessel, static aerated pile or windrow composting methods, the solid waste is maintained at minimum operating conditions of 40° C for 5 days. For four hours during this period the temperature exceeds 55° C.

Lime Stabilization: Sufficient lime is added to produce a pH of 12 after 2 hours of contact.

Other methods: Other methods or operating conditions may be acceptable if pathogens and vector attraction of the waste (volatile solids) are reduced to an extent equivalent to the reduction achieved by any of the above methods.

B. Processes to Further Reduce Pathogens

Composting: Using the within-vessel composting method, the solid waste is maintained at operating conditions of 55° C or greater for three days. Using the static aerated pile composting method, the solid waste is maintained at operating conditions of 55° C or greater for three days. Using the windrow composting method, the solid waste attains a temperature of 55° C or greater for at least 15 days during the composting period. Also, during the high temperature period, there will be a minimum of five turnings of the windrow.

Heat drying: Dewatered sludge cake is dried by direct or indirect contact with hot gases, and moisture content is reduced to 10 percent or lower. Sludge particles reach temperatures well in excess of 80° C, or the wet bulb temperature of the gas stream in contact with the sludge at the point where it leaves the dryer is in excess of 80° C.

Heat treatment: Liquid sludge is heated to temperatures of 180° C for 30 minutes.

Thermophilic Aerobic Digestion: Liquid sludge is agitated with air or oxygen to maintain aerobic conditions at residence times of 10 days at 55–60° C, with a volatile solids reduction of at least 38 percent.

Other methods: Other methods or operating conditions may be acceptable if pathogens and vector attraction of the waste (volatile solids) are reduced to an extent equivalent to the reduction achieved by any of the above methods.

Any of the processes listed below, if added to the processes described in Section A above, further reduce pathogens. Because the processes listed below, on their own, do not reduce the attraction of disease vectors, they are only add-on in nature.

Beta ray irradiation: Sludge is irradiated with beta rays from an accelerator at dosages of at least 1.0 megarad at room temperature (ca. 20° C).

Gamma ray irradiation: Sludge is irradiated with gamma rays from certain isotopes, such as ^{60}Cobalt and ^{137}Cesium, at dosages of at least 1.0 megarad at room temperature (ca. 20° C).

Pasteurization: Sludge is maintained for at least 30 minutes at a minimum temperature of 70° C.

Other methods: Other methods or operating conditions may be acceptable if pathogens are reduced to an extent equivalent to the reduction achieved by any of the above add-on methods.

PARTS 258–259—[RESERVED]

PART 260—HAZARDOUS WASTE MANAGEMENT SYSTEM: GENERAL

Subpart A—General

Sec.
260.1 Purpose, scope and applicability.
260.2 Availability of information, confidentiality of information.
260.3 Use of number and gender.

Subpart B—Definitions

260.10 Definitions.

Subpart C—Rulemaking Petitions

260.20 General.
260.21 Petitions for equivalent testing or analytical methods.
260.22 Petitions to amend Part 261 to exclude a waste produced at a particular facility.

APPENDIX I—OVERVIEW OF SUBTITLE C REGULATIONS

AUTHORITY: Secs. 1006, 2002(a), 3001 through 3007, 3010, and 7004, of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (42 U.S.C. 6905, 6912(a), 6921 through 6927, 6930, and 6974).

SOURCE: 45 FR 33073, May 19, 1980, unless otherwise noted.

EFFECTIVE DATE NOTE: At 45 FR 33073, May 19, 1980, Part 260 was revised, effective Nov. 19, 1980.

Subpart A—General

§ 260.1 Purpose, scope, and applicability.

(a) This part provides definitions of terms, general standards, and overview information applicable to Parts 260 through 265 of this Chapter.

(b) In this part: (1) Section 260.2 sets forth the rules that EPA will use in making information it receives available to the public and sets forth the requirements that generators, transporters, or owners or operators of treatment, storage, or disposal facilities must follow to assert claims of business confidentiality with respect to information that is submitted to EPA under Parts 260 through 265 of this Chapter.

(2) Section 260.3 establishes rules of grammatical construction for Parts 260 through 265 of this Chapter.

ess, that is intended to kill or inactivate pathogenic microorganisms.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 41 FR 28403, July 9, 1976; 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.3 Coverage.

This part shall apply to each public water system, unless the public water system meets all of the following conditions:

(a) Consists only of distribution and storage facilities (and does not have any collection and treatment facilities);

(b) Obtains all of its water from, but is not owned or operated by, a public water system to which such regulations apply;

(c) Does not sell water to any person; and

(d) Is not a carrier which conveys passengers in interstate commerce.

§ 141.4 Variances and exemptions.

Variances or exemptions from certain provisions of these regulations may be granted pursuant to Sections 1415 and 1416 of the Act by the entity with primary enforcement responsibility. Provisions under Part 142, *National Interim Primary Drinking Water Regulations Implementation*—Subpart E (Variances) and Subpart F (Exemptions)—apply where EPA has primary enforcement responsibility.

§ 141.5 Siting requirements.

Before a person may enter into a financial commitment for or initiate construction of a new public water system or increase the capacity of an existing public water system, he shall notify the State and, to the extent practicable, avoid locating part or all of the new or expanded facility at a site which:

(a) Is subject to a significant risk from earthquakes, floods, fires or other disasters which could cause a breakdown of the public water system or a portion thereof; or

(b) Except for intake structures, is within the floodplain of a 100-year flood or is lower than any recorded high tide where appropriate records exist. The U.S. Environmental Protection Agency will not seek to override land use decisions affecting public water systems siting which are made at the State or local government levels.

§ 141.6 Effective dates.

(a) Except as provided in paragraph (b) of this section, the regulations set forth in this part shall take effect on June 24, 1977.

(b) The regulations for total trihalomethanes set forth in § 141.12(c) shall take effect 2 years after the date of promulgation of these regulations for community water systems serving 75,000 or more individuals, and 4 years after the date of promulgation for communities serving 10,000 to 74,999 individuals.

[44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

Subpart B—Maximum Contaminant levels

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

(a) The maximum contaminant level for nitrate is applicable to both community water systems and non-community water systems. The levels for the other inorganic chemicals apply only to community water systems. Compliance with maximum contaminant levels for inorganic chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

(b) The following are the maximum contaminant levels for inorganic chemicals other than fluoride:

Contaminant	Level, milligrams per liter
Arsenic	0.05
Barium	1.
Cadmium	0.010
Chromium	0.05
Lead	0.05
Mercury	0.002
Nitrate (as N)	10.
Selenium	0.01
Silver	0.05

(c) When the annual average of the maximum daily air temperatures for the location in which the community water system is situated is the following, the maximum contaminant levels for fluoride are:

Temperature Degrees Fahrenheit	Degrees Celsius	Level, milligrams per liter
53.7 and below	12.0 and below	2.4
53.8 to 58.3	12.1 to 14.6	2.2
58.4 to 63.8	14.7 to 17.6	2.0
63.9 to 70.6	17.7 to 21.4	1.8
70.7 to 79.2	21.5 to 26.2	1.6
79.3 to 90.5	26.3 to 32.5	1.4

§ 141.12 Maximum contaminant levels for organic chemicals.

The following are the maximum contaminant levels for organic chemicals. The maximum contaminant levels for organic chemicals in paragraphs (a) and (b) of this section apply to all community water systems. Compliance with the maximum contaminant levels in paragraphs (a) and (b) is calculated pursuant to § 141.24. The maximum comtaminant level for total trihalomethanes in paragraph (c) of this section applies only to community water systems which serve a population of 10,000 or more individuals and which add a disinfectant (oxidant) to the water in any part of the drinking water treatment process. Compliance with the maximum contaminant level for total trihalomethanes is calculated pursuant to § 141.30.

	Level, milligrams per liter
(a) Chlorinated hydrocarbons:	
Endrin (1,2,3,4,10, 10–hexachloro–6, 7–epoxy–1,4, 4a,5,6,7,8,8a–octahydro–1,4–endo, endo–5,8–dimethano naphthalene).	0.0002
Lindane (1,2,3,4,5,6–hexachlorocyclo- hexane, gamma isomer).	0.004
Methoxychlor (1,1,1–Trichloro–2, 2–bis [p- methoxyphenyl] ethane).	0.1
Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$–Technical chlorinated camphene, 67–69 percent chlorine).	0.005
(b) Chlorophenoxys:	
2,4–D, (2,4–Dichlorophenoxyacetic acid)	0.1
2,4,5–TP Silvex (2,4,5- Trichlorophenoxypropionic acid).	0.01
(c) Total trihalomethanes (the sum of the concentrations of bromodichloromethane, dibromochloromethane, tribromomethane (bromoform) and trichloromethane (chloroform))	0.10 mg/l.

[40 FR 59570, Dec. 24, 1975, as amended at 44 FR 68641, Nov. 29, 1979]

§ 141.13 Maximum contaminant levels for turbidity.

The maximum contaminant levels for turbidity are applicable to both community water systems and noncommunity water systems using surface water sources in whole or in part. The maximum contaminant levels for turbidity in drinking water, measured at a representative entry point(s) to the distribution system, are:

(a) One turbidity unit (TU), as determined by a monthly average pursuant to § 141.22, except that five or fewer turbidity units may be allowed if the supplier of water can demonstrate to the State that the higher turbidity does not do any of the following:

(1) Interfere with disinfection;

(2) Prevent maintenance of an effective disinfectant agent throughout the distribution system; or

(3) Interfere with microbiological determinations.

(b) Five turbidity units based on an average for two consecutive days pursuant to § 141.22.

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

The maximum contaminant levels for coliform bacteria, applicable to community water systems and noncommunity water systems, are as follows:

(a) When the membrane filter technique pursuant to § 141.21(a) is used, the number of coliform bacteria shall not exceed any of the following:

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(2) Four per 100 milliliters in more than one sample when less than 20 are examined per month; or

(3) Four per 100 milliliters in more than five percent of the samples when 20 or more are examined per month.

(b) (1) When the fermentation tube method and 10 milliliter standard portions pursuant to § 141.21(a) are used, coliform bacteria shall not be present in any of the following:

(i) More than 10 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Three or more portions in more than one sample when less than 20 samples are examined per month; or

(iii) Three or more portions in more than five percent of the samples when 20 or more samples are examined per month.

(2) When the fermentation tube method and 100 milliliter standard portions pursuant to § 141.21(a) are used, coliform bacteria shall not be present in any of the following:

(i) More than 60 percent of the portions in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c);

(ii) Five portions in more than one sample when less than five samples are examined per month; or

(iii) Five portions in more than 20 percent of the samples when five or more samples are examined per month.

(c) For community or non-community systems that are required to sample at a rate of less than 4 per month, compliance with paragraph (a), (b)(1), or (b)(2) of this section shall be based upon sampling during a 3 month period, except that, at the discretion of the State, compliance may be based upon sampling during a one-month period.

§ 141.15 Maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity in community water systems.

The following are the maximum contaminant levels for radium-226, radium-228, and gross alpha particle radioactivity:

(a) Combined radium-226 and radium-228—5 pCi/1.

(b) Gross alpha particle activity (including radium-226 but excluding radon and uranium)—15 pCi/1.

[41 FR 28404, July 9, 1976]

§ 141.16 Maximum contaminant levels for beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in community water systems.

(a) The average annual concentration of beta particle and photon radioactivity from man-made radionuclides in drinking water shall not produce an annual dose equivalent to the total body or any internal organ greater than 4 millirem/year.

(b) Except for the radionuclides listed in Table A, the concentration of man-made radionuclides causing 4 mrem total body or organ dose equivalents shall be calculated on the basis of a 2 liter per day drinking water intake using the 168 hour data listed in *"Maximum Permissible Body Burdens and Maximum Permissible Concentration of Radionuclides in Air or Water for Occupational Exposure,"* NBS Handbook 69 as amended August 1963, U.S. Department of Commerce. If two or more radionuclides are present, the sum of their annual dose equivalent to the total body or to any organ shall not exceed 4 millirem/year.

TABLE A.—*Average annual concentrations assumed to produce a total body or organ dose of 4 mrem/yr*

Radionuclide	Critical organ	pCi per liter
Tritium	Total body	20,000
Strontium-90	Bone marrow	8

[41 FR 28404, July 9, 1976]

Subpart C—Monitoring and Analytical Requirements

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community water systems and non-community water systems shall analyze for coliform bacteria for the purpose of determining compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 13th Edition, pp. 662–688, except that a standard sample size shall be employed. The standard sample used in the membrane filter procedure shall be 100 milliliters. The standard sample used in the 5 tube most probable number (MPN) procedure (fermentation tube method) shall be 5 times the standard portion. The standard portion is either 10 milliliters

of-contamination and increased monitoring for microbiological contaminants would be recommended.

While the condition on nitrite has been deleted, the condition that states "no adverse health effects will result" has been retained. This condition is the final safeguard and is left as general guidance as a contingency if the other conditions are not met.

Several commenters felt that the proposed requirement that the suppliers notify local physicians was unclear and could impose a large burden for some supplies in the suburbs of a large city. This condition has been revised so that the supplier would notify appropriate local and State public health authorities on an annual basis. It is expected that the local and State health authorities would notify appropriate physicians in the locality of the public water system.

Economic and Energy Assessment

A detailed regulatory analysis of the proposed amendments was not conducted due to the routine nature of the amendments and the expected decrease in the economic burden associated with these amended NIPDWR. Further, these amendments are generally not expected to have significant impacts upon resources or reporting requirements. The economics associated with each of the amendments are explained below. Energy impacts are negligible.

Changes in the microbiological monitoring and reporting requirements should result in unquantifiable but known savings to local water supply facilities. The savings reflect fewer public notifications. Although these savings are relatively small on a national scale, they are significant to the water utilities affected.

It is anticipated that the amendment on alternate analytical methods will have a minimal economic impact. Laboratories that are presently using equipment for new alternate methods, will have cost savings, since the need for equipment purchase for the previously approved methods will be eliminated. No changes in costs are expected in laboratories that do not adopt these procedures. The overall economic effect of the amendment on alternate techniques should be no cost increase, and in some cases a cost savings, since a greater analytical flexibility will be provided.

Changes in the regulations which affect non-community water systems will result in savings associated with reduced monitoring and public notification. Again, the extent of these reductions will be small in terms of national costs, but may be significant for individual suppliers.

Changes in public notification requirements will decrease costs. Some of these savings will be significant for small supplies.

Changes in the fluoride regulations are only for clarification, and will not affect the associated cost in any way.

As indicated previously, a requirement for monitoring and notification of sodium concentrations in drinking water will result in new costs to drinking water utilities. Based upon $10 per sample analysis, total national annual costs associated with this regulation are estimated to be $450,000 with annual per capita costs for the smallest systems (25 customers) of $0.80 for surface supplies and $0.13 for groundwater supplies, and less than $0.01 for the largest systems of both source types. These new costs do not impact all systems since some States already require monitoring for sodium.

Monitoring for corrosivity characteristics does not require sophisticated equipment or procedures. Determination of the Langelier Index involves measurement of hardness, alkalinity, pH, total dissolved solids, and temperature (the Aggressive Index only requires hardness, alkalinity and pH); in many cases, the water system will be able to conduct the analyses in their own laboratory. For many of the smaller systems, States will likely continue providing analytical services to the utilities. Based upon an estimate of $20 per LI analysis by a commercial laboratory, the total one time national cost would be $1.5 million with maximum per capita costs for the smallest systems (25 customers) of $1.60 and $0.80 for surface and groundwater systems, respectively, and less than $0.01 per capita for the largest systems of both source types. Costs for each system associated with identifying the composition of materials of construction in the distribution systems are expected to be negligible.

In regard to reporting and resource impacts, it is expected that the reporting requirements will have negligible impacts because of the infrequency of monitoring and the fact that reporting would occur through the system already established and in use for compliance with the primary regulations. Thus, additional resources are not expected to be necessary at the Federal, State and local levels.

The effective date is immediately upon promulgation except that the requirements for sodium monitoring and reporting, determination of the types of materials in the distribution system, and monitoring and reporting corrosivity characteristics will be effective 18 months after date of promulgation. The sodium and corrosion requirements must be completed within 12 months following the effective date. The Statement of Basis and Purpose Document which provides additional supporting information for the sodium and corrosivity monitoring requirements is available upon request at EPA headquarters, 401 M Street, S.W., Washington, D.C., and for reading at EPA regional offices.

Under Executive Order 12044, EPA is required to judge whether a regulation is "significant" and therefore subject to the procedural requirements of the Order or whether it may follow other specialized development procedures. EPA labels these regulations "specialized." I have reviewed this regulation and determined that it is a specialized regulation not subject to the procedural requirements of Executive Order 12044.

Dated: August 19, 1980.

Barbara Blum,

Acting Administrator.

Accordingly, 40 CFR, Part 141, is amended as follows:

1. By revising § 141.6 (c) and (d) to read as follows:

§ 141.6 Effective dates.

* * * * *

(c) The regulations set forth in 141.11 (a), (c) and (d); 141.14(a)(1); 141.14(b)(1)(c); 141.14(b)(2)(i); 141.14(d); 141.21 (a), (c) and (i); 141.22 (a) and (e); 141.23 (a)(3) and (a)(4); 141.23(f); 141.24(a)(3); 141.24 (e) and (f); 141.25(e); 141.27(a); 141.28 (a) and (b); 141.31 (a), (c), (d) and (e); 141.32(b)(3); and 141.32(d) shall take effect immediately upon promulgation.

(d) The regulations set forth in 141.41 shall take effect 18 months from the date of promulgation. Suppliers must complete the first round of sampling and reporting within 12 months following the effective date.

(e) The regulations set forth in 141.42 shall take effect 18 months from the date of promulgation. All requirements in 141.42 must be completed within 12 months following the effective date.

2. Amending § 141.11 (a) and (d) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

(a) The MCL for nitrate is applicable to both community water systems and non-community water systems except as provided by in paragraph (d). The level for the other organic chemicals apply only to community water systems. Compliance with MCLs for inorganic

chemicals is calculated pursuant to § 141.23.

* * * * *

(d) At the discretion of the State, nitrate levels not to exceed 20 mg/l may be allowed in a non-community water system if the supplier of water demonstrates to the satisfaction of the State that:

(1) Such water will not be available to children under 6 months of age; and

(2) There will be continuous posting of the fact that nitrate levels exceed 10 mg/l and the potential health effects of exposure; and

(3) Local and State public health authorities will be notified annually of nitrate levels that exceed 10 mg/l; and

(4) No adverse health effects shall result.

3. Amending § 141.11(c) to read as follows:

§ 141.11 Maximum contaminant levels for inorganic chemicals.

* * * * *

(c) Fluoride at optimum levels in drinking water has been shown to have beneficial effects in reducing the occurrence of tooth decay.

4. Amending § 141.14 (a)(1), (b)(1)(i), (b)(2)(i), and revising (d) to read as follows:

§ 141.14 Maximum microbiological contaminant levels.

(a) * * *

(1) One per 100 milliliters as the arithmetic mean of all samples examined per compliance period pursuant to § 141.21(b) or (c), except that, at the primacy Agency's discretion systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample per month from the monthly calculation if: (i) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (A) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (B) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (C) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (ii) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (iii) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(1) * * *

(i) More than 10 percent of the portions (tubes) in any one month pursuant to § 141.21 (b) or (c) except that, at the State's discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (*1*) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (*2*) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (*3*) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates a check sample on each of two consecutive days from the sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and report the action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

(b)(2) * * *

(i) More than 60 percent of the portions (tubes) in any month pursuant to § 141.21 (b) or (c), except that, State discretion, systems required to take 10 or fewer samples per month may be authorized to exclude one positive routine sample resulting in one or more positive tubes per month from the monthly calculation if: (A) as approved on a case-by-case basis the State determines and indicates in writing to the public water system that no unreasonable risk to health existed under the conditions of this modification. This determination should be based upon a number of factors not limited to the following: (*1*) the system provided and had maintained an active disinfectant residual in the distribution system, (*2*) the potential for contamination as indicated by a sanitary survey, and (iii) the history of the water quality at the public water system (e.g. MCL or monitoring violations); (B) the supplier initiates two consecutive daily check samples from the same sampling point within 24 hours after notification that the routine sample is positive, and each of these check samples is negative; and (C) the original positive routine sample is reported and recorded by the supplier pursuant to § 141.31(a) and § 141.33(a). The supplier shall report to the State its compliance with the conditions specified in this paragraph and a summary of the corrective action taken to resolve the prior positive sample result. If a positive routine sample is not used for the monthly calculation, another routine sample must be analyzed for compliance purposes. This provision may be used only once during two consecutive compliance periods.

* * * * *

(d) If an average MCL violation is caused by a single sample MCL violation, then the case shall be treated as one violation with respect to the public notification requirements of § 141.32.

6. Amending § 141.21 (a) and (c) to read as follows and adding (i):

§ 141.21 Microbiological contaminant sampling and analytical requirements.

(a) Suppliers of water for community and non-community water systems shall analyze or use the services of an approved laboratory for coliform bacteria to determine compliance with § 141.14. Analyses shall be conducted in accordance with the analytical recommendations set forth in "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater," American Public Health Association, 14th Edition, Method 908A, Paragraphs 1, 2 and 3—pp. 916–918; Method 908D, Table 908: I—p. 923; Method 909A, pp. 928–935, or "Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Water and Wastes," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268—EPA–600/8–78–017, December 1978. Available from ORD Publications, CERI, U.S. EPA, Cincinnati, Ohio 45268. Part III, Section

United States
Environmental Protection
Agency

Office of Water and
Waste Management
Washington, DC 20460

SW-846
1980

Solid Waste

EPA

Test Methods for Evaluating Solid Waste

Physical/Chemical Methods

MANUAL DISTRIBUTION RECORD

A Manual distribution record has been established and will be maintained up to date so that future revisions of existing methods and the addition of new methods may be distributed to Manual users. In order to enter the Manual user's name and address in the distribution record system, the "Distribution Record Card" must be filled out and mailed to the indicated address: Any future change in name/or address should also be forwarded.

Detach this sheet, affix postage stamp where indicated on reverse side and fold for mailing.

cut here

DISTRIBUTION RECORD CARD

Manual User

Date _____

_____ _____ _____

Last Name First Middle Initial

Address to Send Future Revisions and Additions

_____

Street

_____ _____ _____

City State Zip Code

If address is an employer or affiliate (fill in)

_____

Employer or Affiliate Name

I have received a copy of Test Methods for Evaluating Solid Waste, Volume I, Physical/Chemical Methods, 1980. Please send me any revisions and new additions to this Manual as they become available.

TEST METHODS FOR EVALUATING SOLID WASTE

PHYSICAL/CHEMICAL METHODS

WASTE CHARACTERIZATION BRANCH

OFFICE OF SOLID WASTE

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY / MAY 1980

ABSTRACT

This manual provides test procedures which may be used to evaluate those properties of a solid waste which determine whether the waste is a hazardous waste within the definition of Section 3001 of the Resource Conservation and Recovery Act (PL 94-580). These methods are approved for obtaining data to satisfy the requirement of 40 CFR Part 261, Identification and Listing of Hazardous Waste. This manual encompasses methods for collecting representative samples of solid wastes, and for determining the reactivity, corrosivity, ignitability, and composition of the waste and the mobility of toxic species present in the waste.

Table of Contents

Section

Introduction

1.0 Evaluation Plan Design

2.0 Chain of Custody Considerations

3.0 Sampling Methodology

3.1 Sampling Plan Design [Reserved]

3.2 Sampling Equipment

3.3 Sample Containers

3.4 Sample Handling & Preservation [Reserved]

4.0 Ignitability (40 CFR 261.21)

5.0 Corrosivity (40 CFR 261.22)

6.0 Reactivity (40 CFR 261.23)

7.0 Extraction Procedure Toxicity (40 CFR 261.24)

7.1 Regulations

7.2 Separation Procedure

7.3 Sample Size Reduction [Reserved]

7.4 Structural Integrity Procedure

7.5 Extractors

8.0 Analytical Methodology

Gas Chromatographic Methods

8.01 Volatile organics, general

8.02 Volatile aromatics, selected ketones & ethers

8.03 Acrolein, Acrylonitrile and Acetonitrile

8.04 Phenols

8.06 Semi-volatile organics, not otherwise specified

8.08 Organochlorine pesticides and PCBs

Other Measurement Methods

8.55 Titrimetric Method for Cyanide

Sample Preparation/Introduction Techniques

8.80 Direct Injection

8.82 Headspace

8.83 Purge and Trap

8.84 Shake Out

8.85 Sonication

8.86 Soxhlet Extraction

9.0 Interference Removal Procedures

9.01 Liquid - Liquid Extraction

10.0 Quality Control/Quality Assurance

11.0 Suppliers

Appendices

I "Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams", EPA-600/2-80-018

II Selected sections of "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", EPA-600/4-79-020.

III "Methods for Benzidine, Chlorinated Organic Compounds, Pentachlorophenol and Pesticides in Water and Wastewater"

IV Selected sections from the Federal Register, "Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants; Proposed Regulations", 44 FR 69464-69567.

INTRODUCTION

This first edition of "Test Methods for Evaluating Solid Waste" contains the procedures that may be used by the regulated community or others in order to determine whether a waste is a hazardous waste as defined by regulations promulated under Section 3001 of the Resource Conservation and Recovery Act (RCRA), PL 94-580 (40 CFR Part 261). The manual provides methodology for collecting representative samples of the waste, and for determining the ignitability, corrosivity, reactivity, Extraction Procedure (EP) Toxicity and composition of the waste.

This document has been developed to:

a. provide methods which will be acceptable to the Agency when used by the regulated community to support waste evaluations and listing and delisting petitions, and

b. describe the methods that will be used by the Agency in conducting investigations under Sections 3001, 3007, and 3008.

The practice of evaluating solid wastes for environmental and human health hazards is new. Experience has only recently accumulated in analyzing wastes for inorganic and organic species, and for intrinsic properties such as pH, flash point, reactivity and leachability. This manual will serve as a

compilation of state-of-the-art methodology for conducting such tests. It is meant to be a dynamic document. The methodology descriptions will be frequently updated and expanded in order to keep pace with the developments being achieved by EPA, the regulated community, and others.

Standardized approved methods must be available so that the regulated community can be certain that the data it provides will be acceptable to the Agency. This manual thus makes available to the regulated community and others, those methods that the Agency considers suitable.

Many of the methods presented in this manual have not been fully evaluated by the Agency using materials characteristic of the wastes regulated under RCRA. Such evaluations are underway. However, until such time as the methods in this manual are superseded, the Agency will accept data obtained by the test methods presented in this manual. Only those data that are obtained when Quality Control and Quality Assurance procedures are followed by the testing organization will be accepted by the Agency.

This manual will eventually include a second part comprised of biological methods for determining toxic properties of RCRA wastes. Such toxic properties may include carcinogenicity, mutagenicity, teratogenicity, aquatic toxicity, phytotoxicity, and mammalian toxicity. The Agency anticipates that these methods will not be available before the later part of 1981.

Methods will be provided in this present volume for the following specific areas:

a. design of sampling and evaluation plans;
b. collection of samples from various types of environments (e.g., pipes, drums, pits, ponds, piles, tanks);
c. transportation and storage of samples;
d. chain-of-custody considerations to insure defensibility of data;
e. determination of the pH, corrosivity to steel, flash point, and explosivity;
f. conduct of the Extraction Procedure;
g. analysis of wastes and extracts for organic and inorganic constituents;
h. safety in solid waste sampling and testing, and
i. quality control and quality assurance.

The analytical and sampling methods presented in this manual have been derived from a number of published sources, chiefly:

a. "Methods for the Evaluation of Water and Wastewater," EPA-600/4-79-020, U. S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH 45268,
b. "Methods for Benzidine, Chlorinated Organic Compounds, Pentachlorophenol and Pesticides in Water and Wastewater," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH 45268, September 1978,

c. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants; Proposed Regulations; 44 FR 69464-69575, and

d. "Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams," EPA-600/2-80-018, U.S. EPA, Municipal Environmental Research Laboratory, Cincinnati, OH 45268.

In addition, work conducted by and the assistance of scientists of the Environmental Monitoring Systems Laboratory at Las Vegas, NV, the Environmental Research Laboratory at Athens, GA, and the National Enforcement Investigations Center at Denver, CO, is gratefully acknowledgd and appreciated.

For the convenience of those using this manual, the above publications have been appended to this manual. Users are encouraged to review these additional sources of information prior to initiating laboratory work.

Although a sincere effort has been made to select methods that are applicable to the widest range of expected wastes, significant interferences, or other problems, may be encountered with certain samples. In these situations, the analyst is advised to contact the Manager, Waste Analysis Program (WH-565), Waste Characterization Branch, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460 (202-755-9187) for assistance. The manual is intended to serve all those with a need to evaluate solid waste. Your comments, corrections, suggestion, and questions concerning any material contained in, or omitted from, this manual will be gratefully appreciated. Please direct your comments to the above address.

1.0 Evaluation Plan Design

Purpose

40 CFR Part 262.11 requires generators to evaluate their waste in order to determine whether it meets the definition of a hazardous waste. On the basis of engineering evaluations of processes and their raw materials, many generators will elect to declare their waste hazardous without testing it. Other generators, who believe that their waste is not hazardous, will elect to test their waste in order to so demonstrate.

This section of the manual has two purposes. The first is to discuss relevant factors which generators should consider in developing a sampling and testing plan that provides maximum information at minimum cost. The second purpose is to outline for the regulated community standards of proof the Agency considers sufficient to demonstrate whether a waste does or does not possess a given property. Such demonstrations are necessary when generators petition the Agency under 40 CFR 260.20 and 260.22 to delist a waste. Such demonstrations are also crucial when the Agency determines that a waste meets the definition of a hazardous waste and the generator elects to challenge that determination. In such cases, conclusions regarding a waste's nature that are obtained using the procedures and standards of proof described in this manual will be accepted by the Agency as evidence that the determinations were made in good faith.

Why is there a need for such guidance?

The Agency has defined hazardous waste in terms of a waste's chemical and physical properties. If all wastes were perfectly homogeneous and if properties could be measured with 100% accuracy, there would be no need for this manual. In the real world, however, waste testing is far from simple or ideal. Errors can occur:

a. during the process of collecting a representative sample of the waste, unanticipated non-uniformity in the process generating the waste (i.e., due to changes in the waste's composition over time) or to the fact that the contaminants of concern in the waste are not uniformly distributed throughout the particular sample of waste (i.e., non-homogeneity), and

b. in analyzing the sample for the property of concern.

The discussion in this section of the manual pertains to how:

a. to design a sampling plan which yields a statistically representative sample of a waste,

b. to maximize the accuracy of an evaluation while minimizing the costs, and

c. to determine when a given waste has been adequately characterized.

Other sections of this manual will address the mechanics of collecting samples of a given batch or lot of waste, and of performing the laboratory procedures required to determine its physical or chemical properties.

The decision criteria presented in this section can be used by generators to determine if the evaluation of the waste is adequate to demonstrate that the true value for a specific property falls below the particular regulatory threshold value for that property.

Statistical Calculations

A statistic is a number that describes a certain aspect of a sample. The arithmetic mean (average) and standard deviation (s) are all statistics computed from a part of a populaton or universe (i.e., a sample).

The most useful statistics, and the ones to be used in determining the adequacy of the characterization, are the arithmetic mean of the sample ($\bar{x}$) and the standard deviation (s), which is a measure of the variability of the data obtained. These terms are defined as:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Based on these statistical measures, a confidence interval can be developed within which the true value for the parameter being determined can be said to lie with a high degree of confidence. Thus if the upper bound of this interval (Upper Confidence Level (UCL)) is below the applicable threshold

then it can confidently be concluded to be non-hazardous. If, on the other hand, the UCL is above the threshold, then even though the values obtained for the samples tested fall below the threshold, one cannot confidently conclude the waste is not a a hazardous waste.

As will be discussed later, in developing a sampling plan and in collecting samples of a waste, it is important to insure that all portions of the waste have an equal chance of being represented. If representative samples are collected, the data obtained from testing will follow a normal distribution. In such cases, for purposes of waste characterization, the UCL can be calculated using the formula:

$$UCL = \bar{x} + \frac{(k')(s)}{\sqrt{n}} \quad \text{where}$$

k' is given in Table 1-1 and is a function of the number of samples tested.

Example:

A waste has a true concentration of cadmium of 10 mg/kg. The total waste was divided into 5 portions and each portion was analyzed to yield the following concentration values:

$X_1 = 5 mg/kg$

$X_2 = 15 mg/kg$

$X_3 = 15 mg/kg$

$X_4 = 8 mg/kg$

$X_5 = 7 mg/kg$

If the first and second portions had been selected as the random samples to test, the arithmetic mean would be identical to the population mean:

$$\bar{x} = (x_1 + x_2)/2 = (5 + 15)/2 = 10$$

If however, portions 4 and 5 had been selected, the arithmetic mean would be significantly different from the population mean:

$$\bar{x} = (X_4 + X_5/2 = (8 + 7)/2 = 7.5$$

Had portions 4 and 5 been selected, the UCL would still be reasonably close to the true value (e.g., within 10%).

$$x = 7.5$$

$$n = 2$$

$$s = \sqrt{[(8.0 - 7.5)^2 + (7.0 - 7.5)^2]/1}$$

$$= 0.7$$

$$UCL = 7.5 + k'(0.7)/\sqrt{2}$$

$$= 7.5 + (3.078)(0.7)/1.4$$

$$= 9.04$$

Table 1-1

n-1	k'
1	3.078
2	1.886
3	1.638
4	1.533
5	1.476
6	1.440
7	1.415
8	1.397
9	1.383
10	1.372
11	1.363
12	1.356
13	1.350
14	1.345
15	1.337
16	1.341
17	1.333
18	1.330
19	1.328
20	1.325
21	1.323
22	1.321
23	1.319
24	1.318
25	1.316
26	1.315
27	1.314
28	1.313
29	1.311
∞	1.282

n = Number of samples tested

Sampling Considerations

The physical characteristics of a waste determine the method of collecting samples as well as the number of samples that should be collected and tested before calculating an initial UCL. In evaluating wastes, it is impossible to have complete population data since only a very small fraction of the waste will be subjected to laboratory study. The objective of sampling, therefore, is to select a portion of the waste which is representative of the whole. In order to use the acceptance criteria described in this section, each component of the waste must have an equal chance of being sampled and tested. Therefore, before a sampling plan can be designed, the type of contamination distribution should be determined by an engineering analysis of the process generating the waste. The purpose of this analysis is to determine the appropriate sampling plan for obtaining a representative sample of the waste in question.

Wastes can be classified into six types depending on the uniformity of the process generating the waste and the homogeneity of the contaminant distribution within the waste. These categories determine the approach that should be used in conducting the sampling and the number of samples that should be tested initially. The six types of waste are:

I. Uniformly homogeneous

II. Non-uniformly homogeneous

III. Uniformly, randomly heterogeneous

IV. Non-uniformly, randomly heterogeneous

V. Uniformly, non-randomly heterogeneous

VI. Non-uniformly, non-randomly heterogeneous

In these classifications uniformity is defined as constancy of waste composition over a period of time. Homogeneity refers to the degree to which the components of the waste are uniformly distributed throughout the mass of waste (i.e., in a homogeneous sample all possible subsamples have an identical composition).

A Type I waste (uniformly homogeneous) is the one whose overall composition does not vary with time and for which the constituent of concern is evenly and randomly distributed throughout the waste (i.e., any single subsample of the whole would be expected to contain the same proportion of a given constituent as would any other subsample). Examples of wastes are liquid waste products disposed of on a regular basis (e.g., waste pesticide formulations remaining in holding tanks at the conclusion of a production run) and wastes generated from a well controlled manufacturing process (e.g., spent semiconductor etching solutions).

In Type II wastes, while any given unit quantity of the waste would be homogeneous, the nature of the process generating the waste is such that the overall composition changes with time. Such a situation might occur at a facility that uses batch processes to make a variety of similar products and which generates a well mixed, single phase liquid waste. While any portion of the waste generated from a given production

run would be equivalent, wastes from different runs would have different properties.

Types III through VI wastes are much more complex. Types III and V, deal with the cases where the composition of the waste as a whole remains the same, but the components are not uniformly distributed throughout the waste. In a randomly heterogeneous waste (Types III and IV) the likelihood is the same that any given sampling point will contain a specific type of contaminant. An example of a Type III waste is that generated by a batch plating operation that involves a number of plating processes, where all wastes feed into a single treatment facility, and where the sludge is stored in a tank that holds several weeks' worth of sludge. While the concentration of a given metal would not be uniform thoughout the tank, no one region within the tank is more likely to contain high concentrations of any one metal more than any other.

With Type V waste, placement of the waste is not random because of the nature of the storage or disposal process. For example, when a waste is discharged into a pond or lagoon, the heavier particles settle out first; thus, stratification occurs on a continuous basis. Samples of waste selected near the entrance point in the holding tank would always the more dense material. This is the reverse of the Type IV waste, in which no one type of waste is more likely than any

other to be found at a given point.

With Types I and III wastes, a simple random sample and a randomly prepared composite sample, respectively, will suffice as representative samples. With Type V wastes which may be stratified, the waste would have to be divided into a number of strata; each stratum would then have the properties of either a Type I or Type III waste. A random sample of each stratum would then be used to form a composite sample. The number of random subsamples collected from each stratum would then be a function of the relative proportion of that particular stratum in the waste as a whole. If, for example, dense particles comprised 50% of the waste and 10 subsamples were to be used in forming a composite, then 5 of those subsamples should be randomly collected from the dense particle substratum.

At this point, it should be mentioned that when the waste is non-uniform (i.e., Types II, IV, and VI), the generator would have to sample the waste over time. The techniques described herein for uniform wastes should be used in order to determine the significance of the changes with respect to the property of concern.

A major consideration in solid waste evaluation is the number of samples that should be tested. The sample size is determined by:

a. the degree of accuracy desired,

b. the cost of collecting and testing the samples, and

c. the variability of the population from which the samples are being taken (e.g., Type I wastes are exceedingly uniform and thus fewer samples would have to be tested whereas Type IV wastes are very variable and more samples would have to be tested).

As the number of samples tested increases, the confidence interval gets smaller (UCL approaches the mean) and the accuracy of the determination increases. At least 2 samples (the recommended minimum is 3 samples) must be collected and tested prior to calculating an initial average and upper confidence limit.

Testing Considerations

An additional aspect of waste testing that must be considered relates to the precision of the test methods used to measure the parameter of concern. The standard deviation of the values obtained when testing wastes is a function of both the sampling variability and the measurement variability, i.e.,:

$$S_o = f_1 S_s + f_2 S_a$$

where

S_o = overall standard deviation

S_s = standard deviation attributable to sampling error

S_a = standard deviation attributable to analytical error

f = complex function

In evaluating solid wastes, a number of testing procedures are used to determine if the waste is a hazardous waste. The precision of these methods varies not only as a function of the method used, but also as a function of the waste

matrix and the level of the property of interest (e.g., concentration of toxic species).

Where prior information is available that indicates the portion of the total testing error attributable to the measurement phase, the generator can use this information to determine the best (i.e., most cost effective) means of reducing the UCL. When S_a is high, then replicated measurements on the sample would tend to be more efficient than collecting and testing a larger number of samples. On the other hand, when S_a is low and S_s is high, larger numbers of samples should be evaluated. When S_a is unknown or cannot be estimated in advance, generators may find it cost effective to determine S_a during the initial experiments that are conducted to calculate UCL.

Once initial testing has been concluded and the UCL calculated, the decision on whether further testing is warranted depends upon several factors. Among these are:

a. relation of $\bar{x}$ and UCL to the threshold value,

b. cost of testing, and

c. relative cost of disposal as hazardous waste.

For example, if $\bar{x}$ is greater than the threshold value and (UCL $\bar{x}$) is small, there is a statistically small probability that the waste is not a hazardous waste, and thus there is little to be gained by further testing. If the UCL is less than the threshold value, the Agency will accept the conclusion drawn from such data and again there is little to be gained from futher testing. However, this acceptance by the Agency

is conditional on the generator's having used a sample collection plan that yields a sample that is representative of the whole, (as was discussed previously in this section). When the testing costs are low and the disposal costs are high, generators may want to do additional testing in order to increase the accuracy of the evaluation. One should keep in mind that the standard error is inversely proportional to the square root of the number of samples tested (e.g., increasing the number of samples tested from 4 to 16 reduces the standard error by 50%).

The Agency believes that, after taking these factors into account, each generator must make his own decisions as to the size of the testing program required to adequately evaluate a particular waste. The Agency will continue to expand material in this manual as new information develops in order to offer the regulated community further guidance and assistance.

Section 2.0

CHAIN OF CUSTODY CONSIDERATIONS

Chain of custody establishes the documentation and control necessary to identify and trace a sample from sample collection to final analysis. Such documentation includes labeling to prevent mix up, container seals to prevent unauthorized tampering with contents of the sample containers, secure custody, and the necessary records to support potential litigation.

Sample Labels

Sample labels (Figure 2.0-1) are necessary to prevent misidentification of samples. Gummed paper labels or tags are adequate. The label must include at least the following information:

Name of collector.

Date and time of collection.

Place of collection.

Collector's sample number, which uniquely identifies the sample.

Collector _____ Collector's Sample No. _____

Place of Collection _____

_____

Date Sampled _____ Time Sampled _____

Field Information _____

_____

_____

Figure 2.0-1

EXAMPLE OF SAMPLE LABEL

Sample Seals

Sample seals are used to preserve the integrity of the sample from the time it is collected until it is opened in the laboratory. Gummed paper seals may be used for this purpose. The paper seal must include, at least, the following information:

Collector's name.

Date and time of sampling.

Collector's sample number. (This number must be identical with the number on the sample label.)

The seal must be attached in such a way that it is necessary to break it in order to open the sample container. An example of a sample seal is shown in Figure 2.0-2.

NAME AND ADDRESS OF ORGANIZATION COLLECTING SAMPLES

Person Collecting Sample _____ Collectors Sample No. _____
(Signature)

Date Collected _____ Time Collected _____

Place Collected _____

Figure 2.0-2

EXAMPLE OF OFFICIAL SAMPLE SEAL

Field Log Book

All information pertinent to a field survey and/or sampling must be recorded in a log book. This must be a bound book, preferably with consecutively numbered pages that are 21.6 by 27.9 cm (8 1/2 by 11 in.). Entries in the log book must include at least, the following:

- Purpose of sampling (e.g., surveillance, contract number)
- Location of sampling point.
- Name and address of field contact.
- Producer of waste and address if different than location.
- Type of process (if known) producing waste.
- Type of waste (e.g., sludge, wastewater)
- Suspected waste composition including concentrations.
- Number and volume of sample taken.
- Description of sampling point and sampling methodology.
- Date and time of collection.
- Collector's sample identification number(s).
- Sample distribution and how transported (e.g., name of laboratory, UPS, Fedeal Express)
- References such as maps or photographs of the sampling site.
- Field observations.
- Any field measurements made (e.g., pH, flammability, explositivity).

Sampling situations vary widely. No general rule can be given as to the extent of information that must be entered in the log book. A good rule, however, is to record sufficient information so that someone can reconstruct the sampling without reliance on the collector's memory.

The log book must be protected and kept in a safe place.

Chain of Custody Record

To establish the documentation necessary to trace sample possession from the time of collection, a chain of custody record must be filled out and accompany every sample. This record becomes especially important when the sample is to be introduced as evidence in a court litigation. An example of a chain of custody record is illustrated in Figure 2.0-3.

The record must contain the following minimum information:

Collector's sample number.

Signature of collector.

Date and time of collection.

Place and address of collection.

Waste type.

Signatures of persons involved in the chain of possession.

Inclusive dates of possession.

Collector's Sample No. _____

_____

_____

_____

CHAIN OF CUSTODY RECORD

Location of Sampling: ___ Producer ___ Hauler ___ Disposal Site

___ Other: _____
Sample

Shipper Name: _____

Address: _____
number street city state zip

Collector's Name _____ Telephone: (___)_____
signature

Date Sampled _____ Time Sampled _____hours _____

Type of Process Producing Waste _____

Field Information _____

_____

_____

Sample Receiver:

1. _____
name and address of organization receiving sample

2. _____

3. _____

Chain of Possession:

1. _____ _____ _____
signature title inclusive dates

2. _____ _____ _____
signature title inclusive dates

3. _____ _____ _____
signature title inclusive dates

Figure 2.0-3

EXAMPLE OF CHAIN OF CUSTODY RECORD

EXAMPLE OF CHAIN OF CUSTODY RECORD

Sample Analysis Request Sheet

The sample analysis request sheet (Figure 2.0-4) is intended to accompany the sample on delivery to the laboratory. The field portion of this form must be completed by the person collecting the sample and should include most of the pertinent information noted in the log book. The laboratory portion of this form is intended to be completed by laboratory personnel and to include at a minimum:

Name of person receiving the sample.

Laboratory sample number.

Date of sample receipt.

Sample allocation.

Analyses to be performed.

SAMPLE ANALYSIS REQUEST

PART I: FIELD SECTION

Collector _____ Date Sampled _____ Time _____ hours

Affiliation of Sampler _____

Address _____
number street city state zip

Telephone (____)_____ Company Contact _____

LABORATORY SAMPLE NUMBER	COLLECTOR'S SAMPLE NO.	TYPE OF SAMPLE*	FIELD INFORMATION**

Analysis Requested _____

_____

_____

Special Handling and/or Storage _____

_____

PART II: LABORATORY SECTION**

Received by _____ Title _____ Date _____

Analysis Required _____

_____

* Indicate whether sample is soil, sludge, etc.
** Use back of page for additional information relative to sample location

Figure 2.0-4

EXAMPLE OF HAZARDOUS WASTE SAMPLE ANALYSIS REQUEST SHEET

Sample delivery to the laboratory

Preferably, the sample must be delivered in person to the laboratory for analysis as soon as practicable--usually within 1 or 2 days after sampling. The sample must be accompanied by the chain of custody record (Figure 2.0-3) and by a sample analysis request sheet (Figure 2.0-4). The sample must be delivered to the person in the laboratory authorized to receive samples (often referred to as the sample custodian).

Shipping of Samples

A material identified in the DOT Hazardous Material Table (49 CFR 172.101) must be transported as prescribed in the table. All other hazardous waste samples must be transported as follows:

1. Collect sample in an appropriately sized glass or polyethylene container with non-metallic teflon lined screw cap. Allow sufficient ullage (approximately 10% by volume) so container is not liquid full at 54°C Celsius (130°). If sampling for volatile organic analysis, fill container to septum but use closed cap with space to provide an air space within the container. Large quantities, up to 3.785 liters (1 gallon), may be collected if the sample's flash point is $\geq$ 23°C (73°F). In this case, the flash point must be marked on the outside container (e.g., carton, cooler).

2. Seal sample and place in a 4 ml thick polyethylene bag, one sample per bag.

Liquids

3. Place sealed bag inside a metal can with noncombustible, absorbent, cushioning material (e.g., vermiculite or earth) to prevent breakage, one bag per can. Pressure-close the can and use clips, tape or other positive means to hold the lid securely.

4. Mark the can with:

   Name

   Address

   "Flammable Liquid N.O.S."

   (or "Flammable Solid N.O.S.")

Note: Using "Flammable" does not convey the certain knowledge that a sample is flammable but is intended to prescribe the class of packing needed to comply with DOT regulations.

5. Place one or more metal cans in a strong outside container such as a picnic cooler or fiberboard box. Ice or dry ice may be used between the metal cans and the outside container and must be contained to avoid water leakage during transport. No other preservatives are allowed.

6. Complete carrier's certification form as shown in Figure 2.0-5.

7. Samples may be transported by rented or common carrier truck, bus, railroad, and entities such as Federal Express* but not by normal common carrier air transport even on a "cargo only" aircraft.

*These procedures are designed to enable shipment by entities like Federal Express; however, they should not be construed as an endorsement by EPA of a particular commercial carrier.

Solids

3. Place sealed bag inside cushioned overpack. If sample is expected to undergo change during shipment cool using dry or wet ice. Overpack must be designed to prevent water leakage during transport. No other preservatives are allowed.
4. Complete carrier's certification form as shown in Figure 2.0-5.
5. Samples may be transported by rented or common carrier truck, bus, railroad, and entities such as Federal Express* but not by normal common carrier air transport even on a "cargo only" aircraft.

Receipt and Logging of Sample

In the laboratory, a sample custodian should be assigned to receive the samples. Upon receipt of a sample, the custodian should inspect the condition of the sample and the sample seal, reconcile the information on the sample label and seal against that on the chain of custody record, assign a laboratory number, log in the sample in the laboratory log book, and store the sample in a secured sample storage room or cabinet until assigned to an analyst for analysis.

The sample custodian should inspect the sample for any leakage from the container. A leaky container containing multiphase sample should not be accepted for analysis. This sample will no longer be a representative sample. If the sample is contained in a plastic bottle and the walls show

*These procedures are designed to enable shipment by entities like Federal Express; however, they should not be construed as an endorsement by EPA of a particular commercial carrier.

the sample is under pressure or releasing gases, respectively, it should be treated with caution. The sample can be explosive or release extremely poisonous gses. The custodian should examine whether the sample seal is intact or broken, since a broken seal may mean sample tampering and would make analysis results inadmissible in court as evidence. Discrepancies between the information on the sample label and seal and that on the chain of custody record and the sample analysis request sheet should be resolved before the sample is assigned for analysis. This effort might require communication with the sample collector. Results of the inspection should be noted on the sample analysis request sheet and on the laboratory sample log book.

Incoming samples usually carry the inspector's or collector's identification numbers. To further identify these samples, the laboratory should assign its own identification numbers, which normally are given consecutively. Each sample should be marked with the assigned laboratory number. This number is correspondingly recorded on a laboratory sample log book along with the information describing the sample. The sample information is copied from the sample analysis request sheet and cross-checked against that on the sample label.

Assignment of Sample for Analysis

In most cases, the laboratory supervisor assigns the sample for analysis. The supervisor should review the information on the sample analysis request sheet, which now includes

inspection notes recorded by the laboratory sample custodian. The supervisor should then decide what analyses are to be performed. The sample may have to be split with other laboratories to obtain the necessary information about the sample. The supervisor should decide on the sample location and delineate the types of analyses to be performed on each allocation. In his own laboratory, the supervisor should assign the sample analysis to at least one analyst, who is to be responsible for the care and custody of the sample once it is received. He should be prepared to testify that the sample was in his possession or secured in the laboratory at all times from the moment it was received from the custodian until the analyses were performed.

The receiving analyst should record in the laboratory notebook the identifying information about the sample, the date of receipt, and other pertinent information. This record should also include the subsequent testing data and calculations.

Section 3.0

SAMPLING METHODOLOGY

Introduction

This section describes the equipment and procedures which the Agency has determined are suitable for use in obtaining a representative sample of a solid waste.

Because the types of solid waste regulated under RCRA cover a very broad range of physical and chemical types, the information in this section will of necessity be general in nature. It is incumbent upon those persons conducting sampling programs to exercise caution when using the methods described herein.

Sub-Section 3.2

SAMPLING EQUIPMENT

Introduction

Sampling the diverse types of RCRA regulated wastes requires a variety of different types of samplers. A number of such sampling devices are described in this section. While some of these samplers are commercially available, others will have to be fabricated by the user. Table 3.2-1 is a general guide to the types of waste that can be sampled by each of the samplers described.

Table 3.2-1

SAMPLING EQUIPMENT FOR PARTICULAR WASTE TYPES

Sampling Point / Waste Type	Drum	Sacks and Bags	Open Bed Truck	Closed Bed Truck	Storage Tanks or Bins	Waste Piles	Ponds, Lagoons & Pits	Conveyor Belt	Pipe
Free Flowing Liquids and Slurries	Coliwasa	N/A	N/A	Coliwasa	Weighted Bottle	N/A	Dipper	N/A	Dipper
Sludges	Trier	N/A	Trier	Trier	Trier	N/A		N/A	N/A
Moist Powders or Granules	Trier	Trier	Trier	Trier	Trier	Trier	Trier	Shovel	
Dry Powders or Granules	Thief	Thief	Thief	Thief	Thief	Thief	Thief	Shovel	
Sand or Packed Powders and Granules	Auger	Auger	Auger	Auger				N/A	
Large Grained Solids	arge Trier	Large Trier	Large Trier	Large Trier	Large Trier	Large Trier	Large Trier	Large Trier	

3.2.1 Composite Liquid Waste Sampler (Coliwasa)

Scope and Purpose

The Coliwasa is a device employed to sample free flowing liquids and slurries contained in drums, shallow open top tanks, pits and similar containers. It is especially useful in sampling wastes which consist of a number of immiscible liquid phases.

The Coliwasa consists of a glass, plastic, or metal tube equipped with an end closure which can be opened and closed while the tube is submerged in the material to be sampled.

The Coliwasa was developed by the California Department of Health under a grant from the U.S. EPA and their report, "Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams" [Appendix I of this manual] should be consulted.

General Comments and Precautions

1. Do not use a plastic Coliswasa to sample wastes containing organic materials.
2. Do not use a glass Coliwasa to sample liquids that contain hydrofluoric acid.
3. If significant amounts of solid material are present within 2 inches of the bottom of the container to be sampled, special procedures will be necessary to obtain a representative sample of this solid phase.

Apparatus

Coliwasas are not available commercially and must be fabricated to conform to the specifications detailed in Figure 3.2-1. Table 3.2-2 lists the parts required to fabricate a plastic or glass Coliwasa.

Table 3.2-2

PARTS FOR CONSTRUCTING A COLIWASA

Quantity	Item	Comments	Supplier
1	Sample tube, translucent PVC plastic, 4.13 cm I.D. x 1.52 m long x 0.4 cm wall thickness	Plastic Coliwasa only	Plastic supply houses
1	Sample tube, borosilicate glass, 4.13 cm I.D. x 1.52 m long	Glass Coliwasa only	Corning Glass Works #72-1602
1	Stopper, neoprene rubber #9		Laboratory supply house
1	Stopper rod, PVC, 0.95 cm O.D. x 1.67 m long	Plastic Coliwasa only	Plastic supply houses
1	Stopper rod, teflon, 0.95 cm O.D. x 1.67 m long	Glass or Plastic Coliwasa	Plastic supply houses
1	Locking block, PVC, 3.8 cm O.D. x 10.2 cm long with 0.56 cm hole in center	Fabricate by drilling 0.56 cm hole through center	Plastic supply houses
1	Locking block sleeve, PVC 4.13 cm I.D. x 6.35 cm long	Fabricate from stock 4.13 cm PVC pipe	Plastic supply houses
1	T-handle, aluminum, 18 cm long x 2.86 cm wide with 1.27 cm wide channnel	Fabricate from aluminum bar stock	Hardware stores

Quantity	Item	Comments	Supplier
1	Swivel, aluminum bar 1.27 cm square x 5.08 cm long with 3/8" NC inside thread to attach stopper rod	Fabricate from aluminum bar stock	hardware stores
1	Nut, PVC, 3/8" NC		Plastic supplier
1	Washer, PVC, 3/8" NC		Plastic supplier
1	Nut, stainless steel, 3/8" NC		Hardware stores
1	Washer, stainless steel, 3/8"		Hardware stores
1	Bolt, 3.12 cm long x 3/16" NC		Hardware stores
1	Nut, 3/16" NC		Hardware stores
1	Washer, lock 3/16"		Hardware stores

Assembly

Assemble sampler as follows:

1. Attach swivel to the T-handle with the 3.12cm long bolt and secure with the 3/16" NC washer and lock nut.
2. Shape stopper into a cone by boring a 0.95 cm hole through the center of the stopper. Insert a short piece of 0.95 cm O.D. handle through the hole until the end of the handle is flush against the bottom (smaller diameter) surface of the stopper. Carefully and uniformly turn the stopper into a cone against a grinding wheel. This is done by turning the stopper with the handle and grinding it down conically from about 0.5 cm of the top (larger diameter) surface to the edge of the 0.95 cm hole on the bottom surface. Attach neoprene stopper to one end of the stopper rod and secure with the 3/8" NC washer and lock nut.
3. Install the stopper and stopper rod assembly in the sampling tube.
4. Secure locking block sleeve on the block with glue or screws.
5. Position the locking block on top of the sampling tube so that the sleeveless portion of the block fits inside the tube, the sleeve sits against the top end of the tube, and the upper end of the stopper rod slips through the center hole of the block.
6. Attach the upper end of the stopper to the swivel of the T-handle.

7. Place the sampler in the closed position and adjust the tension on the stopper by screwing the T-handle in or out.
8. Test the tension by filling the Coliwasa with water to insure it is leak free.

Procedure

1. Clean Coliwasa.
2. Adjust sampler's locking mechanism to insure that the stopper provides a tight closure. Open sampler by placing stopper rod handle in the T-position and pushing the rod down until the handle sits against the sampler's locking block.
3. Slowly lower the sampler into the waste at a rate which permits the level of liquid inside and outside the sampler to remain the same. If the level of waste in the sampler tube is lower inside than outside, the sampling rate is too fast and will produce a non-representative sample.
4. When the sampler hits the bottom of the waste container, push sampler tube down to close and lock the stopper by turning the T-handle until it is upright and one end rests on the locking block.
5. Withdraw Coliwasa from waste and wipe the outside with a disposable cloth or rag.
6. Place sample tube at mouth of a container and discharge sample by slowly opening the sampler.

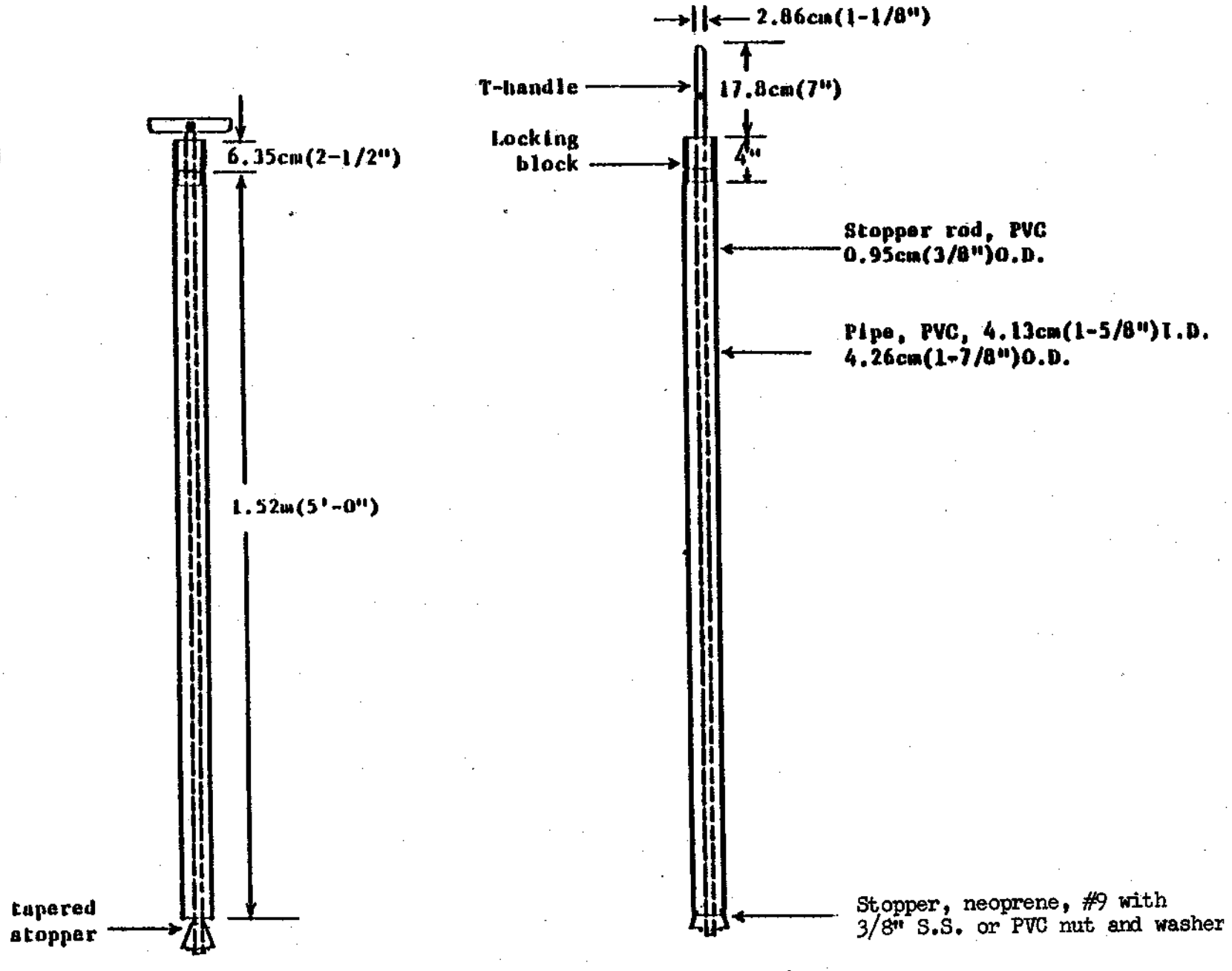


Figure 3.2-1
COMPOSITE LIQUID WASTE SAMPLER (COLIWASA)

3.2.2 Weighted Bottle

Scope and Application

The sampler consists of a glass or plastic bottle, sinker, stopper and a line which is used to lower and raise the bottle and to open the bottle. A weighted bottle samples liquids and free flowing slurries.

General Comments and Precautions

1. Do not use a plastic bottle to sample wastes containing organic materials.
2. Do not use a glass bottle to sample wastes that contain hydrofluoric acid.
3. Before sampling insure that the waste will not corrode the sinker, bottle holder or line.

Apparatus

A weighted bottle with line is built to the specifications in ASTM Methods D 270 and E 300 (Figure 3.2).

Procedure

1. Clean bottle.
2. Assemble weighted bottle sampler.
3. Lower the sampler to directed depth and pull out the bottle stopper by jerking the line.
4. Allow bottle to fill completely as evidenced by cessation of air bubbles.
5. Raise sampler, cap and wipe off with a disposable cloth. The bottle can serve as a sample container.

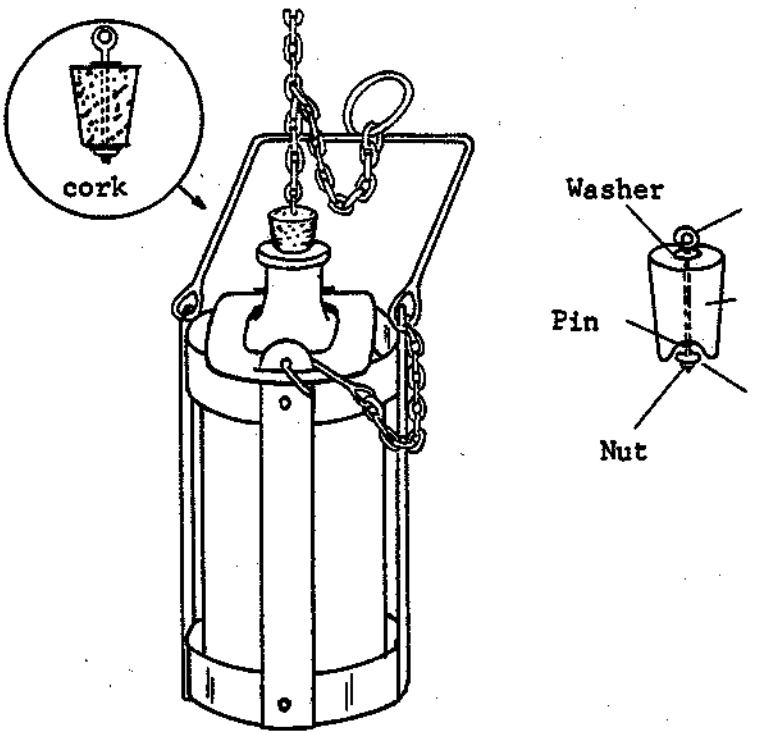


Figure 3.2
WEIGHTED BOTTLE SAMPLER

3.2.3 Dipper

Scope and Application

The dipper consists of a glass or plastic beaker clamped to the end of a 2 or 3 piece telescoping aluminum or fiberglass pole which serves as the handle. A dipper samples liquids and free flowing slurries.

General Comments and Precautions

1. Do not use a plastic beaker to sample wastes containing organic materials.
2. Do not use a glass beaker to sample wastes of high pH or which contain hydrofluoric acid.
3. Paint aluminum pole and clamp with a 2 part epoxy or other chemical resistant paint when sampling either alkaline or acidic wastes.

Apparatus

Dippers are not available commercially and must be fabricated to confrom to the specifications detailed in Figure 3.2-3. Table 3.2-3 lists the parts required to fabricate a dipper.

Table 3.2-3
PARTS FOR CONSTRUCTING A DIPPER

Quantity	Item	Supplier
1	Adjustable clamp, 6.4 to 8.9 cm (2 1/2 to 3 1/2") for 250 to 600 ml beakers. Heavy duty aluminum.	Laboratory supply houses
1	Tube 2.5 to 4.5 meters long with joint cam locking mechanism. Diameter 2.54 cm ID and 3.18 cm ID.	Swimming pool supply houses

Quantity	Item	Supplier
1	Polypropylene or glass beaker, 250 ml to 600 ml.	Laboratory supply houses
4	Bolts 2 1/4" x 1/4", NC	Hardware stores
4	Nuts, 1/4", NC	Hardware stores

Procedure

1. Clean beaker, clamp, and handle.
2. Assemble dipper by bolting adjustable clamp to the pole. Place beaker in clamp and fasten shut.
3. Turn dipper so the mouth of the beaker faces down and insert into waste material. Turn beaker right side up when dipper is at desired depth. Allow beaker to fill completely as shown by the cessation of air bubbles.
4. Raise dipper and transfer sample to container.

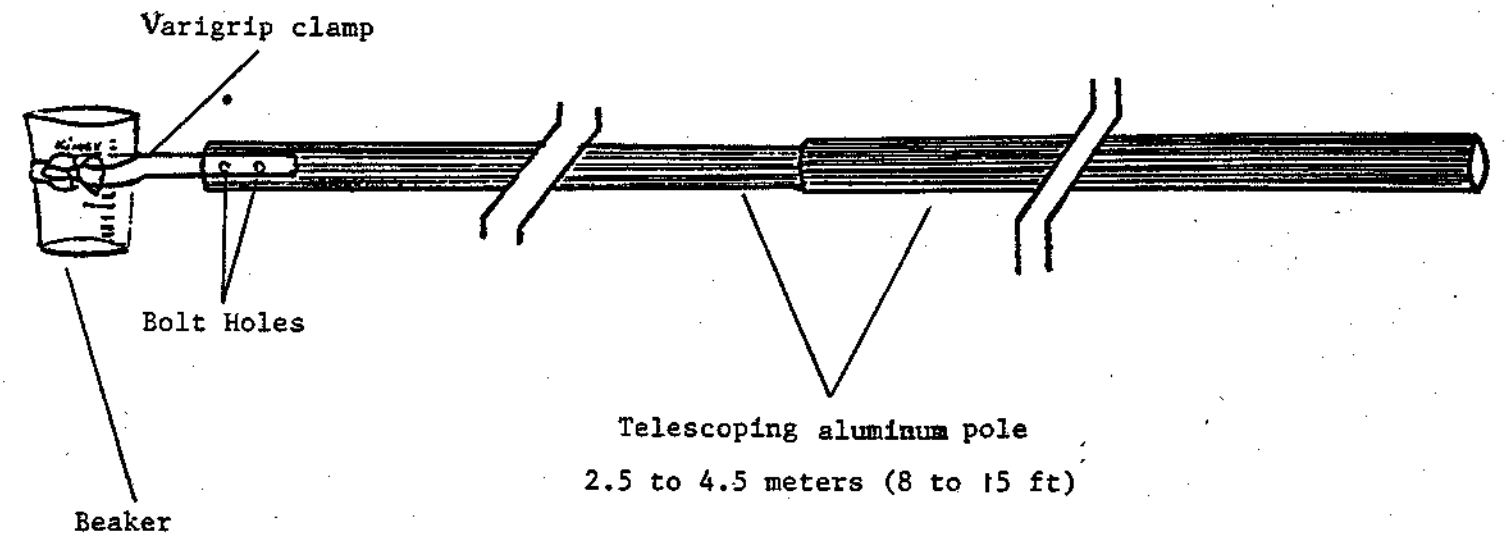


Figure 3.2-3
DIPPER

3.2.4 Thief

Scope and Appication

A thief consists of two slotted concentric tubes usually made of stainless steel or brass. The outer tube has a conical pointed tip which permits the sampler to penetrate the material being sampled. The inner tube is rotated to open and close the sampler. A thief is used to sample dry granules or powdered wastes whose particle diameter is less than 1/3 the width of the slots.

Apparatus

A thief is available at laboratory supply stores. (Figure 3.2-4)

Procedure

1. Clean sampler.
2. Insert closed thief into waste material. Rotate inner tube to open thief. Wiggle the unit to encourage material to flow into thief. Close thief and withdraw. Place sampler thief in a horizontal position with the slots facing upward. Remove inner tube from thief and transfer sample to a container.

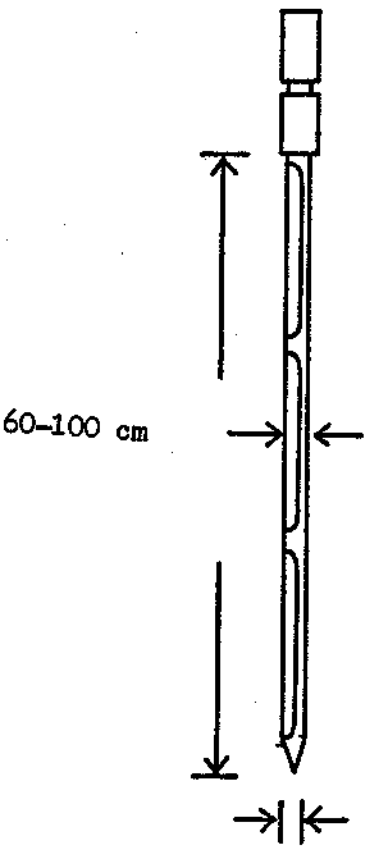


Figure 3.2-4
THIEF SAMPLER

3.2.5 Trier

Scope and Application

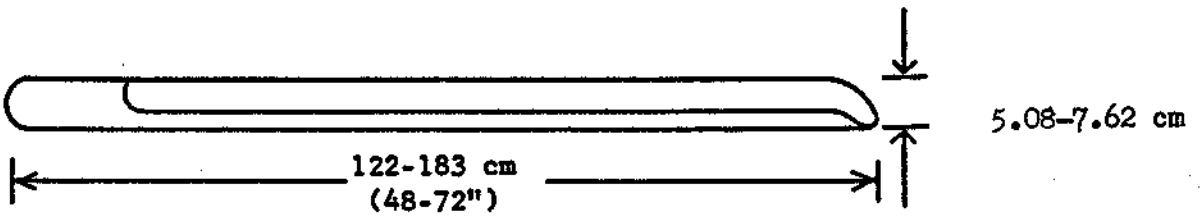
A trier consists of a tube cut in half lengthwise with a sharpened tip that allows the sampler to cut into sticky solids and loosen soil. A trier samples moist or sticky solids with a particle diameter less than 1/2 the diameter of the trier.

Apparatus

1. Triers 61 to 100 cm long and 1.27 to 2.54 cm in diameter are available at laboratory supply stores.
2. A large trier can be fabricated to confrom to the specifications in Figure 3-5. A metal or polyvinyl chloride pipe 1.52 m (5') long x 3.2 cm (1.4") I.D. with a 0.32 cm (1 1/8") wall thickness is needed. The pipe should be sawed lengthwise, about 60-40 split, to form a trough stretching from one end to 10 cm away from the other end. The edges of the slot and the tip of the pipe are sharpened to permit the sampler to cut into the waste material being sampled. The unsplit length of the pipe serves as the handle.

Procedure

1. Clean trier.
2. Insert trier into waste material 0 to 45° from horizontal. Rotate trier to cut a core of the waste. Remove trier with concave side up and transfer sample to container.



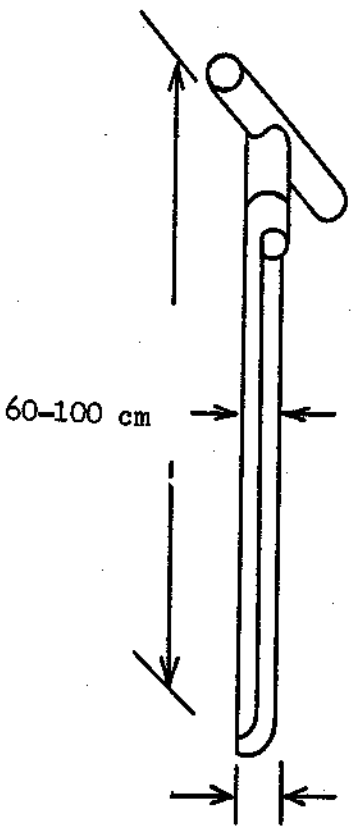


Figure 3.2-5
SAMPLING TRIERS

3.2.6 Auger

Scope and Application

An auger consists of sharpened spiral blades attached to a hard metal central shaft. An auger samples hard or packed solid wastes or soil.

Apparatus

Augers are available at hardware and laboratory supply stores.

Procedures

1. Clean sampler.
2. Bore a hole through the middle of an aluminum pie pan large enough to allow the blade of the auger to pass through. The pan will be used to catch the sample brought to the surface by the auger.
3. Place pan against the sampling point. Auger through the hole in the pan until the desired sampling depth is reached. Back off the auger and transfer the sample in the pan and adhering to the auger to a container. Spoon out the rest of the loosened sample with a sample trier.

3.2.7 Scoop and Shovel

Scope and Application

Scoops and shovels are used to sample granular or powdered material in bins, shallow containers and conveyor belts.

Apparatus

Scoops are available at laboratory supply houses. Flat nosed shovels are available at hardware stores.

Procedure

1. Clean sampler.
2. Obtain a full cross section of the waste material with the scoop or shovel large enough to contain the waste collected in one cross section sweep.

Sub-Section 3.3

SAMPLE CONTAINERS

Containers

The most important factors to consider when choosing containers for hazardous waste samples are compatibility with the waste, cost, resistance to breakage, and volume. Containers must not distort, rupture, or leak as a result of chemical reactions with constituents of waste samples. Thus, it is important to have some idea of the properties and composition of the waste. The containers must have adequate wall thickness to withstand handling during sample collection and transport to the laboratory. Containers with wide mouths are desirable to facilitate transfer of samples from samplers to containers. Also, the containers must be large enough to contain the required volume of sample or the entire volume of a sample contained in samplers.

Plastic and glass containers are generally used for collecting and storing of hazardous waste samples. Commonly available plastic containers are made of high-density or linear polyethylene (LPE), conventional polyethylene, polypropylene, polycarbonate, teflon FEP (flourinated ethylene propylene), polyvinyl chloride (PVC), or polymethylpentene. Teflon FEP is almost universally usuable due to its chemical inertness and resistance to breakage. However, its high cost severely limits its use. LPE, on the other hand, offers the best combination of chemical resistance and low cost when inorganic wastes are involved.

Glass containers are relatively inert to most chemicals and can be used to collect and store almost all hazardous waste samples except those that contain strong alkali and hydroflouric acid. Soda glass bottles are suggested due to their low cost and ready availability. Borosilicate glass containers, such as Pyrex and Corex, have advantages relative to inertness and resistance to breakage respectively but are expensive and not always readily available. Glass containers are generally more fragile and much heavier than plastic containers. Glass or FEP containers must be used for waste samples that will be analyzed for organic compounds.

The containers must have tight, screw-type lids. Plastic bottles are usually provided with screw caps made of the same material as the bottles. Buttress threads are recommended. Cap liners are not usually required for plastic containers. Teflon cap liners should be used with glass containers supplied with rigid plastic screw caps. These caps are usually provided with waxed paper liners. Other liners that may be suitable are polyethylene, polypropylene, neoprene, and teflon FEP plastics. Teflon liners may be purchased from plastic specialty supply houses (e.g., Scientific Specialties Service, Inc., P.O. Box 352, Randallstown, Maryland 21133).

Section 4

IGNITABILITY

Introduction

The objective of the ignitability characteristic is to identify wastes which present fire hazards due to being ignitable under routine storage, disposal, and transportation and wastes capable of severely exacerbating a fire once started.

Sub-Section 4.1

CHARACTERISTIC OF IGNITABILITY REGULATION

A solid waste exhibits the characteristic of ignitability if a representative sample of the waste has any of the following properties:

1. It is a liquid, other than an aqueous solution containing less than 24 percent alcohol by volume, and has a flash point less than 60°C (140°F), as determined by a Pensky-Martens Closed Cup Tester, using the test method specified in ASTM Standard D-93-79, or a Setaflash Closed Cup Tester, using the test method specified in ASTM standard D-3278-78, or as determined by an equivalent test method approved by the Administrator under the procedures set forth in §§260.20 and 260.21.*
2. It is not a liquid and is capable, under standard temperature and pressure, of causing fire through friction, absorption of moisture or spontaneous chemical changes and, when ignited, burns so vigorously and persistently that it creates a hazard.
3. It is an ignitable compressed gas as defined in 49 CFR 173.300 and as determined by the test methods described in that regulation or equivalent test methods approved by the Administrator under §§260.20 and 260.21.
4. It is an oxidizer as defined in 49 CFR 173.151.

---

* ASTM Standards are available from ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, PA 19103.

A solid waste that exhibits the characteristic of ignitability, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D001.

Sub-Section 4.4

IGNITABLE COMPRESSED GAS

For the purpose of this regulation the following terminology is defined:

1. Compressed gas. The term "compressed gas" shall designate any material or mixture having in the container an absolute pressure exceeding 40 p.s.i. at 70°F or, regardless of the pressure at 70°F, having an absolute pressure exceeding 104 p.s.i. at 130°F, or any liquid flammable material having a vapor pressure exceeding 40 p.s.i. absolute at 100°F as determined by ASTM Test D-323.

2. Ignitable compressed gas. Any compressed gas as defined in paragraph (a) of this section shall be classed as an "ignitable compressed gas" if any one of the following occurs:

   a. Either a mixture of 13 percent or less (by volume) with air forms a flammable mixture or the flammable range with air is wider than 12 percent regardless of the lower limit. These limits shall be determined at atmospheric temperature and pressure. The method of sampling and test procedure shall be acceptable to the Bureau of Explosives.

   b. Using the Bureau of Explosives' Flame Projection Apparatus (see Note 1), the flame projects more than 18 inches beyond the ignition

source with valve opened fully, or, the flame flashes back and burns at the valve with any degree of valve opening.

c. Using the Bureau of Explosives' Open Drum Apparatus (see Note 1), there is any significant propagation of flame away from the ignition source.

d. Using the Bureau of Explosives' Closed Drum Apparatus (see Note 1), there is any explosion of the vapor-air mixture in the drum.

NOTE 1: A description of the Bureau of Explosives' Flame Projection Apparatus, Open Drum Apparatus, Closed Drum Apparatus, and method of tests may be procured from the Bureau of Explosives.

Sub-Section 4.5

OXIDIZER

An oxidizer for the purpose of this regulation is any material that yields oxygen readily to stimulate the combustion of organic matter (e.g., chlorate, permanganate, peroxide, nitro carbo nitrate, inorganic nitrate).

Section 5

CORROSIVITY

Introduction

The corrosivity characteristic, as defined in 40 CFR 261.22, is designed to identify wastes which might pose a hazard to human health or the environment due to their ability to:

a. Mobilize toxic metals if discharged into a landfill environment.

b. Require handling, storage, tranportation and management equipment to be fabricated of specially selected materials of construction, and

c. Destroy human or animal tissue in the event of inadvertant contact.

In order to identify such potentially hazardous materials, the Agency has selected several properties upon which to base the definition of a corrosive waste. These properties are pH and corrosivity toward Type SAE 1020 steel. The following section presents methodology for measuring the pH of aqueous wastes and for determining whether the waste is corrosive to steel.

Sub-Section 5.1

CHARACTERISTIC OF CORROSIVITY REGULATION

1. A solid waste exhibits the characteristic of corrosivity if a representative sample of the waste has either of the following properties:
   a. It is aqueous and has a pH less than or equal to 2 or greater than or equal to 12.5, as determined by a pH meter using either the test method specified in the "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods"* (also described in "Methods for Analysis of Water and Wastes" EPA 600/4-79-020, March 1979), or an equivalent test method approved by the Administrator under the procedures set forth in §§260.20 and 260.21.
   b. It is a liquid and corrodes steel (SAE 1020) at a rate greater than 6.35 mm (0.250 inch) per year at a test temperature of 55°C (130°F) as determined by the test method specified in NACE (National Association of Corrosion Engineers) Standard TM-01-69** as standardized in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," or an equivalent test method approved by the Administrator under the procedures set forth in §§260.20 and 260.21.
2. A solid waste that exhibits the characteristic of corrosivity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D002.

*This document is available from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268

**The NACE Standard is available from the National Association of Corrosion Engineers, P.O. Box 986, Katy, Texas 77450

Method 5.2

pH MEASUREMENT

Scope and Application

This method* is applicable to aqueous wastes and those multiphasic wastes where the aqueous phase comprises at least 20% of the total volume of the waste.

Summary

The pH of the sample is determined electrometrically using either a glass electrode in combination with a reference potential or a combination electrode. The measuring device is calibrated using a series of solutions of known pH.

Interferences

1. The glass electrode, in general, is not subject to solution interferences from color, turbidity, colloidal matter, oxidants, reductants or high salinity.
2. Sodium error at pH levels greater than 10 can be reduced or eliminated by using a "low sodium error" electrode.
3. Coatings of oily material or particulate matter can impair electrode response. These coating can usually be removed by gentle wiping or detergent washing, followed by distilled water rinsing. An additional treatment with hydrochloric acid (1 + 9) may be necessary to remove any remaining film.

---

*This method has been adapted from Method 150.1 of "Methods for the Analysis of Water and Wastewater", EPA-6000/4-79-020, U.S. EPA, EMSL, Cincinnati, OH 45268

4. Temperature effects on the electrometric determination of pH arise from two sources. The first is caused by the change in electrode output at various temperatures. This interference can be controlled with instruments having temperature compensation or by calibrating the electrode-instrument system at the temperature of the samples. The second source is the change of pH inherent in the sample at various temperatures. This error is sample dependent and cannot be controlled; it should, therefore, be noted by reporting both the pH and temperature at the time of analysis.

Apparatus

1. pH Meter-laboratory or field model. A wide variety of instruments are commercially available with various specifications and optional equipment.
2. Glass electrode.
3. Reference electrode - a silver-silver chloride or other reference electrode of constant potential may be used.
   NOTE: Combination electrodes incorporating both measuring and referenced functions are convenient to use and are available with solid, gel type filling materials that require minimal maintenance.
4. Magnetic stirrer and Teflon-coated stirring bar.
5. Thermometer or temperature sensor for automatic compensation.

Reagents

1. Primary standard buffer salts are available from the National Bureau of Standards and should be used in situations

where extreme accuracy is necessary. Preparation of reference solutions from these salts requires some special precautions and handling[1] such as low conductivity dilution water, drying ovens, and carbon dioxide free purge gas. These solutions should be replaced at least once each month.

2. Secondary standard buffers may be prepared from NBS salts or purchased as a solution from commercial vendors. Use of these commercially available solutions, that have been validated by comparison to NBS standards, are recommended for routine use.

Calibration

1. Because of the wide variety of pH meters and accessories, detailed operation procedures cannot be incorporated into this method. Each analyst must be acquainted with the operation of each system and familiar with all instrument functions. Special attention to care of the electrodes is recommended.

2. Each instrument/electrode system must be calibrated at a minimum of two points that bracket the expected pH of the samples and are approximately three pH units or more apart. Various instrument designs may involve use of a "balance" or "standardize" dial and/or slope adjustment as outlined in the manufacturer's instructions. Repeat adjustments on successive portions of the two buffer solutions as outlined in procedure 8.2 until

1 National Bureau of Standards Special Publication 260.

readings are within 0.05 pH units of the buffer solution value.

Procedure

1. Standardize the meter and electrode system as outlined in Section 7.
2. Place the sample or buffer solution in a clean glass beaker using a sufficient volume to cover the sensing elements of the electrodes and to give adequate clearance for the magnetic stirring bar. If field measurements are being made the electrodes may be immersed directly in the sample stream to an adequate depth and moved in a manner to insure sufficient sample movement across the electrode sensing element as indicated by drift free (<0.1 pH) readings.
3. If the sample temperature differs by more than 2° C from the buffer solution, the measured pH values must be corrected. Instruments are equipped with automatic or manual compensators that electronically adjust for temperature differences. Refer to manufacturer's instructions.
4. After rinsing and gently wiping the electrodes, if necessary, immerse them into the sample beaker or sample stream and stir at a constant rate to provide homogeneity and suspension of solids. Rate of stirring should minimize the air transfer rate at the air water interface of the sample. Note and record sample pH and temperature. Repeat measurement on successive volumes of sample until values differ by less than 0.1 pH units. Two or three volume changes are usually sufficent.

Bibliography

1. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, p. 460, (1975).

2. Annual Book of ASTM Standards, Part 31, "Water", Standard D1293-65, p. 178, (1976).

Method 5.3

CORROSIVITY TOWARD STEEL

Introduction

This method† is applicable to either aqueous or non aqueous liquid wastes.

Summary of the Method

This test exposes coupons of SAE Type 1020 steel to the liquid waste to be evaluated and, by measuring the degree to which the coupon has been dissolved, determines the corrosivity of the waste.

Precautions and Comments

1. In laboratory tests, such as this one, corrosion of duplicate coupons is usually reproducible to within ± 10%. Occasional exceptions, in which large differences are observed, can occur under conditions where the metal surfaces become passivated. Therefore, at least duplicate determinations of corrosion rate should be made.
2. A circular specimen of about 3.75 cm (1.5 inch) diameter is a convenient shape for laboratory use. With a thickness of approximately 0.32 cm (0.125 inch) and a 0.80 cm (0.4 inch) diameter hold for mounting, these specimens will readily pass through a 45/50 ground glass joint of a distillation kettle. The total surface area of a circular specimen is given by the following equation:

---

†This method is based on NACE Standard TM-01-69(1972 Revision), "Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries", National Association of Corrosion Engineers, 3400 West Loop South, Houston, TX 77027

$A = 3.14/2(D^2-d^2)+(t)(3.14)(D)+(t)(3.14)(d)$

where t = thickness, D = diameter of the specimen, and d = diameter of the mounting hole. If the hole is completely covered by the mounting support, the last term [(t)(3.14)(d)] in the equation is omitted.

3. All coupons should be measured carefully to permit accurate calculation of the exposed areas. An area calculation accurate to $\pm$ 1% is usually adequate.
4. More uniform results may be expected if a substantial layer of metal is removed from the coupons prior to testing the corrosivity of the wste. This can be accomplished either by chemical treatment (pickling), electrolytic removal, or by grinding with a coarse abrasive. At least 0.000254 cm (0.0001 inch) or 2 to 3 mg/cm^2 should be removed. Final surface treatment should include finishing with #120 abrasive paper or cloth. Final cleaning consists of scrubbing with bleachfree scouring powder, followed by rinsing in distilled water, then acetone or methanol, and finally air drying. After final cleaning the coupon should be stored in a desiccator until used.
5. The minimum ratio of volume of waste to area of the metal coupon to be used in this test is 40 ml/cm^2.

Equipment

1. A versatile and convenient apparatus should be used, consisting of a kettle or flask of suitable size (usually 500 to 5000 millilieters), a reflex condenser with atmospheric

seal, a thermowell and temperature regulating device, a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. A typical resin flask set up for this type test is shown in figure 1.

2. The supporting device and container should not be affected by or cause contamination of the waste under test.
3. The method of supporting the coupons will vary with the apparatus used for conducting the test but should be designed to insulate the coupons from each other physically and electrically and to insulate the coupons from any metallic container or other device used in the test. Some common support materials include: glass, fluorocarbon or coated metal.
4. The shape and form of the coupon support should assure free contact with the waste.

Test Procedure

1. Assemble the test apparatus as described the "Equipment" section above.
2. Fill the container with the appropriate amount of waste. (See #5 under the "Precautions and Comments" section.)
3. Begin agitation at a rate sufficient to insure that the liquid is kept well mixed and homogeneous.
4. Using the heating device bring the temperature of the waste to 55° C (130° F).
5. If the anticipated corrosion rate is moderate (i.e., <635 mmpy), the test should be run for at leat 200 hours to insure adequate weight loss to permit accurate results to be obtained. If the corrosion rate is low (i.e., >100 mmpy),

then the test duration should be on the order of 2000 hours. in cases where the anticipated corrosion rate is completely unknown, initial testing should be performed using a 200 hour duration.

6. In order to accurately determine the amount of material lost to corrosion, the coupons have to be cleaned after immersion and prior to weighing. The cleaning procedure should remove all products of corrosion while removing a minimum of sound metal. Cleaning methods can be divided into three general categories: mechanical, chemical and electrolytic.

Mechanical cleaning includes scrubbing, scraping, brushing and ultrasonic procedures. Scrubbing with a bristle brush and mild abrasive is the most popular of these methods; the others are used in cases of heavy corrosion as a first step in removing heavily encrusted corrosion products prior to scrubbing. Care should be taken to avoid removing sound metal.

Chemical cleaning implies the removal of material from the surface of the coupon by dissolution in an appropriate solvent. Solvents such as acetone, dichloromethane, and alcohol are used to remove oil, grease or resinous materials, and are used prior to immersion to remove the products of corrosion. Solutions suitable for removing corrosion from the steel coupon are:

Solution	Soaking Time	Temperature
20% NaOH + 200g/l zinc dust	5 min	Boiling
or		
Conc. HCl + 50g/l $SnCl_2$ + 20g/l $SB^{-1}3$	Until clean	Cold

Electrolytic cleaning should be preceeded by scrubbing to remove loosely adhering corrosion products. One method of electrolytic cleaning that can be employed is:

Solution	50 g/l H_2SO_4
Anode	Carbon or lead
Cathode	Steel coupon
Cathode current density	20 amp/cm^2 (129 amp/in^2)
Inhibitor	2 cc organic inhibitor/liter
Temperature	74°C (165°F)
Exposure Period	3 minutes

Note: Precautions must be taken to insure good electrical contact with the coupon, to avoid contamination of the cleaning solution with easily reducible metal ions, and to insure that inhibitor decomposition has not occurred. Instead of using a proprietary inhibitor, 0.5 g/l or either diorthotolyl thiourea or quinolin ethiodide can be used.

Whatever treatment is employed to clean the coupons, its effect in removing sound metal should be determined using a blank (i.e., a coupon that has not been exposed to the waste). The blank should be cleaned along with the test coupon and its waste loss subtracted from that calculated for the test coupons.

7. After corroded specimens have been cleaned and dried, they are reweighed. The weight loss is employed as the principal measure of corrosion. Use of weight loss as a

measure of corrosion required making the assumption that all weight loss has been due to generalized corrosion and not localized pitting. In order to determine the corrosion rate for purpose of this requlation, the following formula is used:

$$\text{Corrosion Rate (mmpy)} = \frac{\text{(weight loss) (0.268)}}{\text{(area) (time)}}$$

where weight loss is in milligrams, area in square centimeters, time in hours, and corrosion rate in millimters per year (mmpy).

5-3-7

technical practices committees

NACE Standard TM-01-69
(1972 Revision)

Test Method

Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries

Approved March, 1969
Revised August, 1972
National Association of Corrosion Engineers
2400 West Loop South
Houston, Texas 77027
713/622-8980

The National Association of Corrosion Engineers issues this Standard in conformity to the best current technology regarding the specific subject. This Standard represents minimum requirements and should in no way be interpreted as a restriction on the use of better procedures or materials. Neither is this Standard intended to apply in any and all cases relating to the subject. Numerous external factors may negate the usefulness of this Standard in specific instances.

This Standard may be used in whole or in part by any party without prejudice if recognition of the source is included. The National Association of Corrosion Engineers assumes no responsibility for the interpretation or use of this Standard.

Nothing contained in this Standard of the National Association of Corrosion Engineers is to be construed as granting any right, by implication or otherwise, for manufacture, sale, or use in connection with any method, apparatus, or product covered by Letters Patent, nor as indemnifying or protecting anyone against liability for infringement of Letters Patent.

Foreword

Unit Committee T-5A ("Corrosion in Chemical Processes") of the National Association of Corrosion Engineers issues this Standard with a dual purpose.

The first purpose is to standardize, as much as possible, simple immersion corrosion studies. In this sense, this Standard is reasonable and effective without imposing inflexible requirements as to apparatus, conditions, or techniques. The actual conditions of test will be determined by the problem at hand and limited only by the ingenuity of the individual investigator.

The second purpose of this Standard is to present to the user a consensus on the best current technology in this field of laboratory corrosion testing. As such, this Standard enumerates and discusses the many factors which must be considered, controlled, and reported in order to aid in correlation or reproducibility of such studies.

The techniques described permit the investigator to reproduce to a considerable extent in the laboratory, through judicious experimental design, the process conditions which govern corrosion mechanisms. The tests are not to be construed as "accelerated" tests, which are generally unreliable. The methods described are also applicable to materials qualification tests for quality control. However, the latter require more rigid definition of apparatus, conditions, and technique.

The ultimate purpose is better correlation of results in the future and the reduction of conflicting reports through a more detailed recording of meaningful factors and conditions.

TEST METHOD

Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries

CONTENTS

1. General 2

2. Specimen Preparation 2

3. Equipment and Apparatus 3

4. Test Conditions 4

5. Methods of Cleaning Specimens After the Test 7

6. Evaluation of Results 8

7. Calculating Corrosion Rates 9

8. Reporting the Data 10

References 10

Additional copies of this NACE Standard are available at $2 per copy from NACE Headquarters, 2400 West Loop South, Houston, Texas 77027.

---

1. General

1.1 This Standard describes the factors which influence laboratory tests. These factors include specimen preparation, apparatus, test conditions (solution composition, temperature, velocity, aeration, volume, method of supporting specimens, duration of test), methods of cleaning specimens, evaluation of results, and calculation of corrosion rates. This Standard also emphasizes the importance of recording all pertinent data and provides a check list for reporting test data.

1.2 Experience has shown that all metals and alloys do not respond alike to the many factors that control corrosion and that "accelerated" corrosion tests give indicative results only. Consequently, it is impractical to propose an inflexible standard laboratory corrosion testing procedure for general use except for material qualification tests, where standardization is obviously required.

5-3-10

1.3 In designing any corrosion test, consideration must be given to the various factors discussed in this test method because these factors have been found to affect greatly the results obtained.

---

2. Specimen Preparation

2.1 In laboratory tests, corrosion rates of duplicate specimens are usually within ± 10% under the same test conditions. Occasional exceptions, in which a large difference is observed, can occur under conditions of borderline passivity of metals or alloys that depend on a passive film for their resistance to corrosion. Therefore, at least duplicate specimens should be exposed in each test.

2.2 If the effects of corrosion are to be determined by changes in mechanical properties, untested duplicate specimens should be preserved in a non-corrosive environment for comparison with the corroded specimens. The mechanical property commonly used for comparison is the tensile strength. The procedure for determining this value is shown in detail in ASTM Standard E-8- latest edition.

2.3 The size and the shape of specimens will vary with the purpose of the test, nature of the materials, and apparatus used. A large surface-to-mass ratio and a small ratio of edge area to total area are desirable. These ratios can be achieved through the use of rectangular or circular specimens of minimum thickness. Circular specimens should be cut preferably from sheet and not bar stock to minimize the exposed end grain.

2.3.1 A circular specimen of about 1 1/2-inch diameter is a convenient shape for laboratory corrosion tests. With a thickness of approximately 1/8 inch and a 5/16 or 7/16-inch diameter hole for mounting, these specimens will readily pass through a 45/50 ground glass joint of a distillation kettle. The total surface area of a circular specimen is given by the following equation:

$$A = \frac{\pi}{2} (D^2 - d^2) + t\pi D + t\pi d$$

where t = thickness, D = diameter of the specimen, and d = diameter of the mounting hole. If the hole is completely covered by the mounting support, the last term ($t\pi d$) in the equation is omitted.

2.3.2 Strip coupons (of about 4 square inches) may be preferred as corrosion specimens, particularly if interface or liquid line effects are to be studied by the laboratory test, but such effects are beyond the scope of this Standard.

2.3.3 All specimens should be measured carefully to permit accurate calculation of the exposed areas. An area calculation accurate to plus or minus 1% is usually adequate.

2.4 More uniform results may be expected if a substantial layer of metal is removed from the specimens to eliminate variations in condition of the original metallic surface. This can be done either by chemical treatment (pickling), electrolytic removal, or by grinding with a coarse abrasive paper or cloth, such as No. 50, using care not to work harden the surface (see Section 2.7). At least 0.0001 inch or 10 to 15 milligrams per square inch should be removed. If clad alloy specimens are to be used, special attention must be given to insure that excessive metal is not removed. After final preparation of the specimen surface, the specimens should be stored in a desiccator until exposure if they are not used immediately.

2.5 Exposure of sheared edges should be avoided unless the purpose of the test is to study effects of the shearing operation. It may be desirable to test a surface representative of the material and metallurgical condition used in practice.

2.6 The specimen can be stamped with an appropriate identifying mark.

2.6.1 The stamp, besides identifying the specimen, introduces stresses and cold work in the specimen, that could be responsible for localized corrosion and/or stress corrosion cracking.

2.6.2 Stress corrosion cracking at the identifying mark is a positive indication of susceptibility to such

corrosion; however, the absence of cracking should not be interpreted as indicating resistance. Additional tests should be run to study specifically the effects of stress.

2.7 Final surface treatment of the specimens should include finishing with No. 120 abrasive paper or cloth, or the equivalent, unless the surface is to be used in the mill-finished condition. This resurfacing may cause some surface work-hardening to an extent which will be determined by the vigor of the surfacing operation but is not ordinarily significant.

2.7.1 Coupons of different alloy compositions should never be ground on the same cloth.

2.7.2 Wet grinding should be used on alloys which work harden quickly, such as the austenitic stainless steels.

2.8 The specimens should be finally degreased by scrubbing with bleach-free scouring powder, followed by thorough rinsing in water and in a suitable solvent (such as acetone, methanol, or a mixture of 50% methanol and 50% ether) and air dried. For relatively soft metals such as aluminum, magnesium, and copper, scrubbing with abrasive powder is not always needed and can mar the surface of the specimen. The use of towels for drying may introduce an error through contamination of the specimens with grease or lint.

2.9 The dried specimens should be weighed on an analytical balance to an accuracy of plus or minus 0.5 milligram.

2.10 The method of specimen preparation should be described when reporting tests results to facilitate interpretation of data by other persons.

2.10.1 Reports should include trade name or composition of specimens in the following order of preference: (a) chemical composition determined by analysis, (b) approximate or nominal chemical composition, and (c) trade name or grade and specification (if bought to MIL, ASTM, etc.)

2.10.2 Metallurgical condition of the specimens, including the degree of hot or cold working and heat treatment, should be described as completely as possible.

2.11 The use of welded specimens is often desirable because some welds may be cathodic or anodic to the base metal and may affect the corrosion.

2.11.1 The heat-affected zone is also of importance but should be studied separately because welds on coupons do not faithfully reproduce heat input or size effects of full-size vessels.

2.11.2 Corrosion of a welded coupon is best reported by description and thickness measurements rather than a mils-per-year rate because the attack is normally localized and not representative of the entire surface.

2.11.3 A complete discussion of corrosion testing of welded coupons or the effect of heat treatment on the corrosion resistance of a metal is not within the scope of this Standard.

3. Equipment and Apparatus

3.1 A versatile and convenient apparatus should be used, consisting of a kettle or flask of suitable size (usually 500 to 5000 milliliters), a reflux condenser with atmospheric seal, a sparger for controlling atmosphere or aeration, a thermowell and temperature regulating device, a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. If agitation is required, the apparatus can be modified to accept a suitable stirring mechanism such as a magnetic stirrer. A typical resin flask set up for this type test is shown in Figure 1.

3.2 These suggested components can be modified, simplified, or made more sophisticated to fit the needs of a particular investigation. The suggested apparatus is basic, and the apparatus is limited only by the judgment and ingenuity of the investigator.

3.2.1 A glass reaction kettle can be used where configuration and size of specimens will permit entry through the narrow kettle neck.

3.2.2 In some cases, a wide mouth jar with a suitable closure is sufficient when simple immersion tests at ambient temperatures are to be investigated.

3.2.3 Open beaker tests should not be used because of evaporation and contamination.

3.2.4 In more complex tests, provisions might be needed for continuous flow or replenishment of the corrosive liquid while simultaneously maintaining a controlled atmosphere.

4. Test Conditions

4.1 Selection of the conditions for a laboratory corrosion test will be determined by the purpose of the test.

4.1.1 If the test is to be a guide for the selection of a material for a particular purpose, the limits of controlling factors in service must be determined. These factors include oxygen concentration, temperature, rate of flow, pH value, and other important characteristics of the solution.

4.2 An effort should be made to duplicate all service conditions in the corrosion test.

4.3 It is important that test conditions be controlled throughout the test in order to ensure reproducible results.

4.4 The spread in corrosion rate values for duplicate specimens in a given test probably should not exceed ± 10% of the average when the attack is uniform.

4.5 Composition of solution.

4.5.1 Test solutions should be prepared accurately from chemicals conforming to the Standards of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society,[1] and distilled water, except in those cases where naturally occurring solutions or those taken directly from some plant process are used.

4.5.2 The composition of the test solution should be controlled to the fullest extent possible and should be described as completely and as accurately as possible when the results are reported.

4.5.2.1 Minor constituents should not be overlooked because they often affect corrosion rates.

4.5.2.2 Chemical content should be reported as percentage by weight of the solution. Molarity and normality are also helpful in defining the concentration of chemicals in the test solution.

4.5.3 The composition of the test solution should be checked by analysis at the end of the test to determine the extent of change in composition, such as might result from evaporation.

4.5.4 Evaporation losses should be controlled by a constant level device or by frequent additions of appropriate solution to maintain the original volume within ± 1%.

4.5.5 In some cases, composition of the test solution may change as a result of catalytic decomposition or by reaction with the test coupon. These changes should be determined if possible. Where required, the exhausted constituents should be added or a fresh solution provided, during the course of the test.

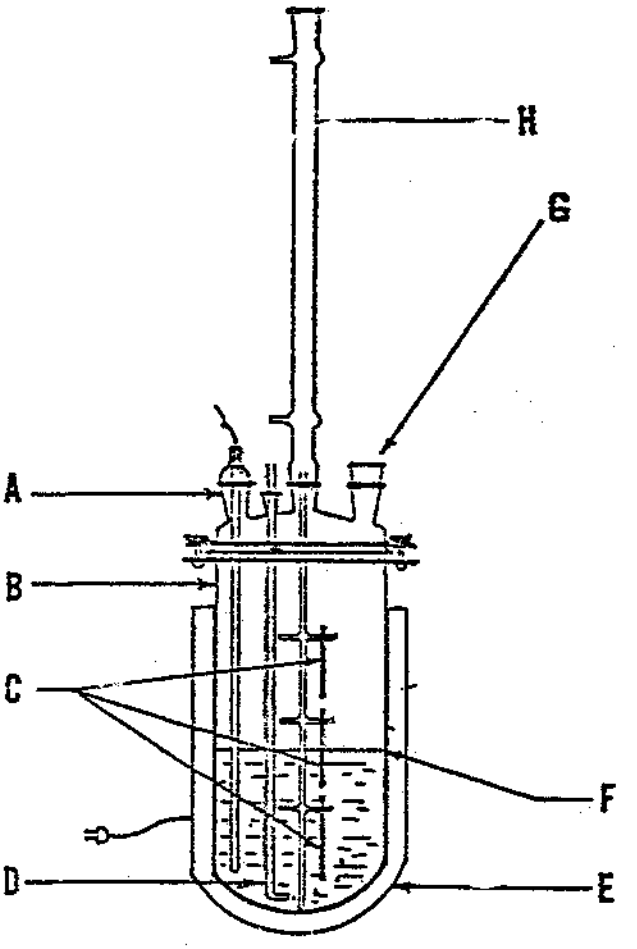


Figure 1 — Typical resin flask that can be used as a versatile and convenient apparatus to conduct simple immersion tests. Configuration of the flask top is such that more sophisticated apparatus can be added as required by the specific test being conducted. A = thermowell, B = resin flask, C = specimens hung on supporting device, D = gas inlet, E = heating mantle, F = liquid interface, G = opening in flask for additional apparatus that may be required, and H = reflux condenser.

4.5.6 When possible, only one type of metal should be exposed in a given test. If several different metals are exposed in the same solution, the corrosion products from one metal may affect the rate of attack on another metal. For example, copper corrosion products can reduce corrosion of stainless steel and titanium but can accelerate corrosion of aluminum.

4.6 Temperature of solution.

4.6.1 Temperature of the corroding solution should be controlled within ± 1 C (± 1.8 F) and must be stated in the report of test results.

4.6.2 If no specific temperature, such as boiling, is required or if a temperature range is to be investigated, the selected temperatures used in the test must be reported.

4.6.3 For tests at ambient temperatures, the tests should be conducted at the highest temperature anticipated for stagnant storage in summer months. This temperature may be as high as 40 to 45 C (104 to 113 F) in some areas. The variation in temperature should be reported also (e.g., 40 C ± 2 C).

4.7 Aeration of solution.

4.7.1 Unless specified, the solution should not be aerated. Most tests related to process equipment should be run with the natural atmosphere inherent in the process, such as the vapors of the boiling liquid.

4.7.2 If aeration is used, the specimens should not be located in the direct air stream from the sparger. Extraneous effects can be encountered if the air stream impinges on the specimens.

4.7.3 If complete exclusion of dissolved oxygen is necessary, specific techniques are required such as prior heating of the solution and sparging with an inert gas (usually nitrogen). A liquid atmospheric seal is required on the test vessel to prevent further contamination.

4.7.4 If oxygen saturation of the test solution is desired, this can best be achieved by sparging. For other degrees of aeration, the solution should be sparged with synthetic mixtures of air or oxygen with an inert gas.

4.8 Solution velocity

4.8.1 The effect of velocity is not usually determined in normal laboratory tests although specific tests have been designed for this purpose. However, for the sake of reproducibility, some velocity control is desirable.

4.8.2 Tests at the boiling point should be conducted with minimum possible heat input, and boiling chips should be used to avoid excessive turbulence and bubble impingement.

4.8.3 In tests conducted below the boiling point, thermal convection generally is the only source of liquid velocity.

4.8.4 In test solutions with high viscosities, supplemental controlled stirring is recommended.

4.9 Volume of test solution.

4.9.1 The volume of the test solution should be large enough to avoid any appreciable change in its corrosiveness either through exhaustion of corrosive constituents or accumulation of corrosion products that might affect further corrosion.

4.9.2 The preferred minimum volume-to-area ratio is 250 milliliters of solution per square inch of specimen surface as stipulated in ASTM Standard A-279-63 on "Total Immersion Corrosion Test of Stainless Steels."

4.9.3 When the test objective is to determine the effect of a metal or alloy on the characteristics of the test solution (for example, to determine the effects of metals on dyes), it is desirable to reproduce the ratio of solution volume to exposed metal surface that exists in practice. The actual time of contact of the metal with the solution also must be taken into account. Any necessary distortion of the test conditions must be considered when interpreting the results.

4.10 Method of supporting specimens.

4.10.1 The supporting device and container should not be affected by or cause contamination of the test solution.

4.10.2 The method of supporting specimens will vary with the apparatus used for conducting the test but should be designed to insulate the specimens from each other physically and electrically and to insulate the specimens from any metallic container or supporting device used with the apparatus.

4.10.3 Shape and form of the specimen support should assure free contact of the specimen with the corroding solution, the liquid line, or the vapor phase as shown in Figure 1. If clad alloys are exposed, special procedures will be required to insure that only the cladding is exposed unless the purpose is to test the ability of the cladding to protect cut edges in the test solution.

4.10.4 Some common supports are glass or ceramic rods, glass saddles, glass hooks, fluorocarbon plastic strings, and various insulated or coated metallic supports.

4.11 Duration of test.

4.11.1 Although duration of any test will be determined by the nature and purpose of the test, an

excellent procedure for evaluating the effect of time on corrosion of the metal and also on the corrosiveness of the environment in laboratory tests has been presented by Wachter and Treseder.[2] This technique is called the "Planned Interval Test," and the procedure and evaluation of results are given in Table 1. Other procedures that require the removal of solid corrosion products between exposure periods will not measure accurately the normal changes of corrosion with time.

4.11.2 Materials which experience severe corrosion generally do not need lengthy tests to obtain accurate corrosion rates. Although this assumption is valid in many cases, there are cases where it is not valid. For example, lead exposed to sulfuric acid corrodes at an extremely high rate at first while building a protective film, then the rates decrease considerably so that further corrosion is negligible. The phenomenon of forming a protective film is observed with many corrosion resistant materials, and therefore short tests on such materials would indicate a high corrosion rate and would be completely misleading.

4.11.3 Short time tests also can give misleading results on alloys that form passive films, such as stainless steels. With borderline conditions, a prolonged test may be needed to permit breakdown of the passive film and subsequently more rapid attack. Consequently, tests run for long periods are considerably more realistic than those conducted for short durations. This statement must be qualified by stating that corrosion should not proceed to the point where the original specimen size or the exposed area is drastically reduced or where the metal is perforated.

4.11.4 If anticipated corrosion rates are moderate or low the following equation[2] gives a suggested test duration:

$$\text{Duration of test (hr)} = \frac{2000}{\text{corrosion rate (mpy)}}$$

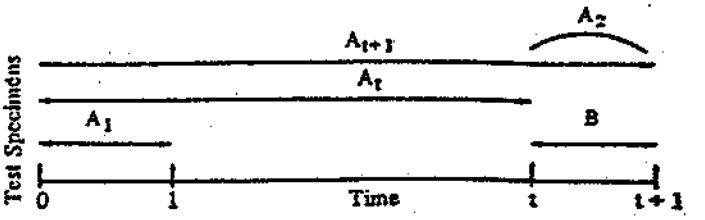
Examples: Where the corrosion rate is 10 mpy, the test should run for at least 200 hours. If the rate is 1 mpy, the duration should be at least 2000 hours.

> 4.11.4.1 This method of estimating test duration is useful only as an aid in deciding, after a test has been made, whether or not it is desirable to repeat the test for a longer period. The most common testing periods are 48 to 168 hours (2 to 7 days).

4.11.5 In some cases, it may be necessary to know the degree of contamination caused by the products of corrosion; this can be accomplished by analysis of

TABLE 1 — Planned Interval Test[2]

(Reprinted by permission from "Chemical Engineering Progress," June, 1947.)



Identical specimens-all placed in the same corrosive fluid. Imposed conditions of the test kept constant for entire time t + 1. Letters, A_1, A_t, A_{t+1}, B, represent corrosion damage experienced by each test specimen. A_2 is calculated by subtracting A_t from A_{t+1}.

Occurrences During Corrosion Test		Criteria
Liquid corrosiveness	unchanged	$A_1 = B$
	decreased	$B < A_1$
	increased	$A_1 < B$
Metal corrodibility	unchanged	$A_2 = B$
	decreased	$A_2 < B$
	increased	$B < A_2$

Combinations of Situations

Liquid Corrosiveness	Metal Corrodibility	Criteria
1. unchanged	unchanged	$A_1 = A_2 = B$
2. unchanged	decreased	$A_2 < A_1 = B$
3. unchanged	increased	$A_1 = B < A_2$
4. decreased	unchanged	$A_2 = B < A_1$
5. decreased	decreased	$A_2 < B < A_1$
6. decreased	increased	$A_1 > B < A_2$
7. increased	unchanged	$A_1 < A_2 = B$
8. increased	decreased	$A_1 < B > A_2$
9. increased	increased	$A_1 < B < A_2$

Example of Planned Interval Corrosion Test

Conditions: Duplicate strips of low-carbon steel, each 3/4 by 3 in., immersed in 200 ml of 10% $AlCl_3$ - 90% $SbCl_3$ mixture through which dried HCl gas was slowly bubbled at atm. pressure. Temperature 90 C.

	Interval, days	Wt. Loss, mg	Penetration, mils	Apparent Corrosion Rate, mils/yr
A_1	0-1	1080	1.69	620
A_t	0-3	1430	2.24	270
A_{t+1}	0-4	1460	2.29	210
B	3-4	70	0.11	40
A_2	calc. 3-4	30	0.05	18

$A_2 < B < A_1$
$0.05 < 0.11 < 1.69$

Therefore, liquid markedly decreased in corrosiveness during test, and formation of partially protective scale on the steel was indicated.

the solution after corrosion has occurred. The corrosion rate can be calculated from the concentration of the matrix metal found in the solution, and it can be compared to that determined from the weight loss of the specimens. However, some of the corrosion products usually adhere to the specimen as a scale, and the corrosion rate calculated from the metal content in the solution is not always correct.

5. Methods of Cleaning Specimens After the Test

5.1 Before specimens are cleaned, their appearance should be observed and recorded. Location of deposits, variations in types of deposits, or variations in corrosion products are extremely important in evaluating localized corrosion, such as pitting and concentration cell attack.

5.2 Cleaning specimens after the test is a vital step in the corrosion test procedure and, if not done properly, can cause misleading results.

5.2.1 Generally, the cleaning procedure should

TABLE 2—Methods for Chemical Cleaning of Corrosion Test Specimens After Exposure

Material	Chemical	Time	Temperature	Remarks
Aluminum and Aluminum Alloys	70% HNO_3	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
	or			
	2% CrO_3, 5% H_3PO_4, Soln.	10 min	175-185 F (79-85 C)	Used when oxide film resists HNO_3 treatment. Follow by 70% HNO_3 treatment previously described.
Copper and Copper Alloys	15-20% HCl	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
	or			
	5-10% H_2SO_4	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
Lead and Lead Alloys	1% acetic acid	10 min	Boiling	Follow by light scrub. Removes PbO.
	or			
	5% ammonium acetate	5 min	Hot	Follow by light scrub. Removes PbO and/or $PbSO_4$.
	or			
	80 g/l NaOH, 50 g/l mannitol, 0.62 g/l hydrazine sulfate	30 min, or until clean	Boiling	Follow by light scrub.
Iron and Steel	20% NaOH, 200 g/l zinc dust	5 min	Boiling	---
	or			
	conc. HCl, 50 g/l $SnCl_2$ + 20 g/l $SbCl_3$	Until clean	Cold	---
Magnesium and Magnesium Alloys	15% CrO_3, 1% $AgCrO_4$ Soln.	15 min	Boiling	---
Nickel and Nickel Alloys	15-20% HCl	Until clean	Room	---
	or			
	10% H_2SO_4	Until clean	Room	---
Stainless Steel	10% HNO_3	Until clean	140 F (60 C)	Avoid contamination with chlorides
Tin and Tin Alloys	15% Na_3PO_4	10 min	Boiling	Follow by scrubbing.
Zinc	10% NH_4Cl followed by 5% CrO_3, 1% $AgNO_3$ Soln.	5 min 20 sec	Room Boiling	Follow by light scrubbing.
	or			
	Saturated ammonium acetate	Until clean	Room	Follow by light scrub.
	or			
	100 g/l NaCN	15 min	Room	---

remove all corrosion products from specimens with a minimum removal of sound metal.

5.2.2 Set rules cannot be applied to specimen cleaning because procedures will vary depending on the type of metal being cleaned and on the degree of adherence of corrosion products.

5.3 Cleaning methods can be divided into three general categories: mechanical, chemical, and electrolytic.

5.3.1 Mechanical cleaning includes scrubbing, scraping, brushing, mechanical shocking, and ultrasonic procedures. Scrubbing with a bristle brush and mild abrasive is the most popular of these methods; the others are used principally as a supplement to remove heavily encrusted corrosion products before scrubbing. Care should be used to avoid the removal of sound metal.

5.3.2 Chemical cleaning implies the removal of material from the surface of the specimen by dissolution in an appropriate chemical solution. Solvents such as acetone, carbon tetrachloride, and alcohol, are used to remove oil, grease, or resin and are usually applied prior to other methods of cleaning. Chemicals are chosen for application to a specific material. Some of these treatments in general use are outlined in Table 2.

5.3.3 Electrolytic cleaning should be preceded by scrubbing to remove loosely adhering corrosion products. One method of electrolytic cleaning that has been found to be useful for many metals and alloys is as follows:

Solution	5% (by weight) H_2SO_4
Anode	Carbon or lead
Cathode	Test specimen.
Cathode C.D.	20 amp/dm^2 (129 amp/sq in)
Inhibitor	2 cc organic inhibitor per liter
Temperature	74 C (165 F)
Exposure period	3 minutes

5.3.3.1 Precautions must be taken to insure good electrical contact with the specimen, to avoid contamination of the solution with easily reducible metal ions, and to insure that inhibitor decomposition has not occurred. Instead of using 2 milliliters of any proprietary inhibitor, 0.5 gram per liter of inhibitors such as diorthotolyl thiourea or quinoline ethiodide can be used.

5.4 Whatever treatment is used to clean specimens after a corrosion test, its effect in removing metal should be determined, and the weight loss should be corrected accordingly. A "blank" specimen should be weighed before and after exposure to the cleaning procedure to establish this weight loss.

5.4.1 Following removal of all scale, the specimen should be treated as discussed in Section 2.8.

5.4.2 A description of the cleaning method should be included with the data reported.

6. Evaluation of Results

6.1 After corroded specimens have been cleaned, they should be reweighed with an accuracy corresponding to that of the original weighing. The weight loss during the test period can be used as the principal measure of corrosion.

6.2 After the specimens have been reweighed, they should be examined carefully for the presence of pits. If there are pits, the average and maximum depths of pits are determined after measurement with a pit gauge or a calibrated microscope which can be focused first on the edge and then on the bottom of the pit. An excellent discussion of pitting corrosion has been published.[3]

6.2.1 Pit depths should be reported in millimeters or thousandths of an inch for the test period and not interpolated or extrapolated to millimeters per year or thousandths of an inch per year or any other arbitrary period because rarely, if ever, is the rate of initiation or propagation of pits uniform.

6.2.2 The size, shape, and distribution of pits should be noted. A distinction should be made between those occurring underneath the supporting devices (concentration cells) and those on surfaces that were freely exposed to the test solution.

6.3 If the material being tested is suspected of being subject to dealloying forms of corrosion such as dezincification, or to intergranular attack, a cross section of the specimen should be microscopically examined to determine the type and depth of such attack.

6.4 The specimen may be subjected to simple bending tests to determine whether any embrittlement has occurred.

6.5 It may be desirable to make quantitative mechanical tests to compare the exposed specimens with uncorroded specimens reserved for the purpose, as described in Section 2.2.

7. Calculating Corrosion Rates

5.3-17

7.1 The calculation of corrosion rates requires several pieces of information and several assumptions.

7.1.1 The use of corrosion rates implies that all weight loss has been due to general corrosion and not to localized corrosion, such as pitting or sensitized areas on welded coupons. Localized corrosion is reported separately.

7.1.2 The use of corrosion rates also implies that the material has not been internally attacked as by dezincification or intergranular corrosion.

7.1.3 Internal attack can be expressed as a corrosion rate if desired. However, the calculations must not be based on weight loss, which is usually small, but on microsections which show depth of attack.

7.2 Assuming that localized or internal corrosion is not present or are recorded separately in the report, the corrosion rate expressed as mils penetration per year (mpy) or millimeters per year (mmpy) can be calculated by the equations:

$$\text{mpy} = \frac{\text{wt loss} \times 534}{(\text{area})(\text{time})(\text{metal density})}$$

$$\text{mmpy} = \frac{\text{wt loss} \times 13.56}{(\text{area})(\text{time})(\text{metal density})}$$

where weight loss is in milligrams, area is square inches of metal surface exposed, and time is hours exposed.

Metal density of many common alloys (expressed in grams per cubic centimeter) is listed in Table 3. The density for new or unlisted alloys can be obtained from the producer or from various metal handbooks.

TABLE 3 — Density of Common Metals for Use in Corrosion Rate Calculations[9]

Alloy	Density, g/cc
Aluminum	
99.0 + Al	2.71
Al, 1.2 Mn	2.73
Al, 1.0 Mg, 0.6 Si, 0.25 Cr	2.70
Brass	
85 Cu, 15 Zn	8.75
71 Cu, 28 Zn, 1 Sn	8.53
65 Cu, 35 Zn	8.47
60 Cu, 39.25 Zn, 0.75 Sn	8.41
Bronze	
95 Cu, 5 Sn	8.86
90 Cu, 10 Sn	8.78
85 Cu, 5 Sn, 5 Zn, 5 Pb	8.80
94.8 Cu, 3 Si	8.53
95 Cu, 5 Al	8.17
85-90 Cu, 10 Al	7.58
Copper	
99.90 Cu, 0.01 P	8.91
Cupro-Nickel	
90 Cu, 10 Ni	8.93
70 Cu, 30 Ni	8.94
Iron	
94 Fe, 3.5 C, 2.5 Si	7.00
96 Fe, 3.0 C	7.60
99.94 Fe, 0.025 S, 0.017 Mn, 0.012 C, 0.005 P	7.86
84.3 Fe, 14.5 Si, 0.35 Mn, 0.85 C	7.00
Lead	
99.90 + Pb	11.34
Nickel	
99.4 Ni + Co	8.89
67 Ni, 30 Cu	8.84
62 Ni, 30 Mo, 5 Fe	9.24
58 Ni, 17 Mo, 15 Cr, 5 W, 5 Fe	8.94
80 Ni, 14 Cr, 6 Fe	8.51
Steel	
0.20 C, Mn, P, S	7.85
Stainless Steel	
11.50-13.50 Cr, 0.15 C	7.75
14.00-18.00 Cr, 0.12 C	7.70
18.00-20.00 Cr, 8.00-12.00 Ni, 0.08 C	7.93
16.00-18.00 Cr, 10.00-14.00 Ni, 2.00-3.00 Mo, 0.08 C	7.98
17.00-19.00 Cr, 9.00-12.00 Ni, 0.08 C, Ti	8.02
17.00-19.00 Cr, 9.00-12.00 Ni, 0.08 C, Cb	8.02
19.00-21.00 Cr, 24.00-30.00 Ni, 2.00-3.00 Mo, 3.00-4.00 Cu	8.02
Tantalum	16.60
Tin	7.30
Titanium	4.54
Zirconium	6.53

8. Reporting the Data

8.1 The importance of reporting all data as completely as possible cannot be overemphasized.

8.2 Expansion of the testing program in the future or correlating the results with tests of other investigators will be possible only if all pertinent information is properly recorded.

8.3 The following checklist is a recommended guide for reporting all important information and data:

8.3.1 Corrosive media and concentration (changes during test).

8.3.2 Volume of test solution.

8.3.3 Temperature (maximum, minimum, average).

8.3.4 Aeration (describe conditions or technique).

8.3.5 Agitation (describe conditions or technique).

8.3.6 Type of apparatus used for test.

8.3.7 Duration of each test.

8.3.8 Chemical composition or trade name of metals tested.

8.3.9 Form and metallurgical conditions of specimens.

8.3.10 Exact size, shape, and area of specimens.

8.3.11 Treatment used to prepare specimens for test.

8.3.12 Number of specimens of each material tested, and whether specimens were tested separately or which specimens were tested in the same container.

8.3.13 Method used to clean specimens after exposure and the extent of any error expected by this treatment.

8.3.14 Actual weight losses for each specimen.

8.3.15 Evaluation of attack if other than general, such as crevice corrosion under support rod, pit depth and distribution, and results of microscopic examination or bend tests.

8.3.16 Corrosion rates for each specimen expressed as mils per year.

8.4 Minor occurrences or deviations from the proposed test program often can have significant effects and should be reported if known.

8.5 Statistics can be a valuable tool for analyzing the results from test programs designed to generate adequate data and should be used wherever possible. Excellent references for the use of statistics in corrosion studies include References 4 through 8.

References

1. Joseph Rosin. Reagent Chemicals and Standards, Fifth Edition. D. Van Nostrand Co., Inc., 120 Alexander St., Princeton, N. J., 1966.
2. A. Wachter and R. S. Treseder. Corrosion Testing Evaluation of Metals for Process Equipment. *Chemical Engineering Progress*, 43, 315-326 (1947) June.
3. N. D. Greene and M. G. Fontana. A Crucial Analysis of Pitting Corrosion. *Corrosion*, 15, 25t (1959) January.
4. Harold S. Mickley, Thomas K. Sherwood, and Charles E. Reed (editors). Applied Mathematics in Chemical Engineering. (second edition). McGraw-Hill, New York, N. Y., 1957.
5. D. M. Douglas. Are You Using or Abusing Data? Paper presented at the Northeast-North Central Region Conference, National Association of Corrosion Engineers, October 4-6, 1965, Pittsburgh, Pa.
6. W. J. Youden. Experimentation and Measurement. National Science Teachers Association, Washington, D. C., 1962.
7. F. F. Booth and G. E. G. Tucker. Statistical Distribution of Endurance in Electrochemical Stress-Corrosion Tests. *Corrosion*, 21, 173 (1965) May.
8. Compilation of Examples of Applying Statistics to Corrosion Problems. ASTM Standard G-16, ASTM, 1916 Race St., Philadelphia, Pa.
9. Metals Handbook, American Society for Metals, Metals Park, Novelty, Ohio, 8th Edition, Volume 1, 1961.

Membership of Unit Committee T-5A

J. B. Arots
W. G. Ashbaugh
R. J. Becker
G. L. Bedford
J. M. Bialosky
J. F. Bosich
F. C. Brautigan
B. Brodwin
W. B. Brooks
A. A. Brouwer
T. V. Bruno
H. G. Burbidge
W. H. Burton
J. W. Cangi
R. F. Catlett
A. S. Couper
T. F. Degnan
H. L. Dickey
C. P. Dillon
L. E. Drake, Jr.
G. B. Elder
J. L. English
O. H. Fenner
A. O. Fisher
M. G. Fontana
J. M. Ford
R. E. Gackenbach
P. J. Gegner
L. W. Gleekman
D. L. Graver
J. J. Halbig
F. B. Hamel
A. C. Hamstead
P. R. Handt
F. A. Hendershot
D. R. Hise
T. L. Hoffman
P. R. Hoffmann
R. L. Horst, Jr.
E. C. Hoxie
J. R. Jeter
R. L. Kane
J. M. Keyes
R. W. Kirchner
G. Kobrin
A. S. Krisher
K. F. Krysiak
J. C. Kuli
E. V. Kunkel
J. Q. Lackey
P. T. Lahr
R. P. Lee
R. B. Leonard
W. A. Luce
R. McFarland
S. W. McIlrath
J. M. Mallory
D. S. Neill
G. T. Paul
J. H. Peacock
A. J. Pietrzak
H. D. Rice
L. M. Rogers
J. W. Rollins
G. A. Saltzman
R. C. Scarberry
L. R. Scharfstein
J. H. Schemel
J. R. Schley
N. B. Schmidt
S. W. Shepard
O. W. Siebert
G. L. Snair
S. S. Spater
J. M. Stammen
L. S. Surtees
H. C. Templeton
A. Tesmen
R. L. Thompson
A. P. C. Thomson
E. A. Tice
J. W. Tracht
R. S. Treseder
J. M. A. Van der Horst
A. Wachter
W. W. Wheeler
H. Wijsman
C. P. Williams
C. A. Zimmerman

Section 6.0

REACTIVITY

Introduction

The regulation (40 CFR 261.23) defines reactive wastes to include wastes which (1) readily undergo violent chemical change; (2) react violently or form potentially explosive mixtures with water; (3) generate toxic fumes when mixed with water or, in the case of cyanide or sulfide bearing wastes, when exposed to mild acidic or basic conditions; (4) explode when subjected to a strong initiating force; (5) explode at normal temperatures and pressures; or (6) fit within the Department of Transportation's forbidden explosives, Class A explosives, or Class B explosives classifications.

This definition is intended to identify wastes which, because of their extreme instability and tendency to react violently or explode, pose a problem at all stages of the waste management process. The definition is to a large extent a paraphrase of the narrative definition employed by the National Fire Protection Association. The Agency chose to rely on a descriptive, prose definition of reactivity because the available tests for measuring the variegated class of effects embraced by the reactivity definition suffer from a number of deficiencies.

Sub-Section 6.1

CHARACTERISTIC OF REACTIVITY REGULATION

A solid waste exhibits the characteristic of reactivity if a representative sample of the waste has any of the following properties:

1. It is normally unstable and readily undergoes violent change without detonating.
2. It reacts violently with water.
3. It forms potentially explosive mixtures with water.
4. When mixed with water, it generates toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.
5. It is a cyanide or sulfide bearing waste which, when exposed to pH conditions between 2 and 12.5, can generate toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.
6. It is capable of detonation or explosive reaction if it is subjected to a strong initiating source or if heated under confinement.
7. It is readily capable of detonation or explosive decomposition or reaction at standard temperature and pressure.
8. It is a forbidden explosive as defined in 49 CFR 173.51, or a Class A explosive as defined in 49 CFR 173.53 or a Class B explosive as defined in 49 CFR 173.88.

A solid waste that exhibits the characteristic of reactivity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D003.

Sub-Section 6.2

DEFINITION OF EXPLOSIVE MATERIALS

For purposes of this regulation a waste which is a reactive waste by reason of explosivity is one which meets one or more of the following descriptions:

1. Is explosive and ignites spontaneously or undergoes marked decomposition when subjected for 48 consecutive hours to a temperature of 75°C (167°F).

2. Firecrackers, flash crackers, salutes, or similar commercial devices which produce or are intended to produce an audible effect, the explosive content of which exceeds 12 grains each in weight, and pest control bombs, the explosive content of which exceeds 18 grains each in weight; and any such devices, without respect to explosive content, which on functioning are liable to project or disperse metal, glass or brittle plastic fragments.

3. Fireworks that combine an explosive and a detonator or blasting cap.

4. Fireworks containing an ammonium salt and a chlorate.

5. Fireworks containing yellow or white phosphorus.

6. Fireworks or fireworks compositions that ignite spontaneously or undergo marked decomposition when subjected for 48 consecutive hours to a temperature of 75°C (167°F).

7. Toy torpedoes, the maximum outside dimension of which exceeds 7/8 inch, or toy torpedoes containing a mixture of potassium chlorate, black antimony and sulfur with an average weight of explosive composition in each torpedo exceeding four grains.

8. Toy torpedoes containing a cap composed of a mixture of red phosphorus and potassium chlorate exceeding an average of one-half (0.5) grain per cap.

9. Fireworks containing copper sulfate and a chlorate.

10. Solid materials which can be caused to deflagrate by contact with sparks or flame such as produced by safety fuse or an electric squib, but cannot be detonated (see Note 1) by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2). Example: Black powder and low explosives.

11. Solid materials which contain a liquid ingredient, and which, when unconfined (see Note 3), can be detonated by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2); or which can be exploded in at least 50 percent of the trials in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of 4 inches or more, but cannot be exploded in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches Example: High explosives, commercial dynamite containing a liquid explosive ingredient.

12. Solid materials which contain no liquid ingredient and which can be detonated, when unconfined (see Note 3), by means of No. 8 test blasting cap (see Note 2); or which can be exploded in at least 50 percent of the trials in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of 4 inches or more, but cannot be exploded in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: High explosives, commercial dynamite containing no liquid explosive ingredient, trinitrotoluene, amatol, tetryl, picric acid, ureanitrate, pentolite, commercial boosters.

13. Solid materials which can be caused to detonate when unconfined (see Note 3), by contact with sparks or flame such as produced by safety fuse or an electric squib; or which can be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4), in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: Initiating and priming explosives, lead azide, fulminate of mercury, high explosives.

14. Liquids which may be detonated separately or when absorbed in sterile absorbent cotton, by a No. 8 test blasting cap (see Note 2); but which cannot be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4), by a drop of less than 10 inches. The liquid must not be significantly more volatile than nitroglycerine and must not freeze at temperatures above minus 10°F. Example: High explosives, desensitized nitroglycerine.

15. Liquids that can be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of less than 10 inches. Example: Nitroglycerine.

16. Blasting caps. These are small tubes, usually made of an alloy of either copper or aluminum, or of molded plastic closed at one end and loaded with a charge of initiating or priming explosives. Blasting caps (see Note 5) which have been provided with a means for firing by an electric current, and sealed, are known as electric blasting caps.

17. Detonating primers which contain a detonator and an additional charge of explosives, all assembled in a suitable envelope.

18. Detonating fuses, which are used in the military service to detonate the high explosive bursting charges of projectiles, mines, bombs, torpedoes, and grenades. In addition to a powerful detonator, they may contain several ounces of a high explosive, such as tetryl or dry nitrocellulose, all assembled in a heavy steel envelope. They may also contain a small amount of radioactive component. Those that will not cause functioning of other fuses, explosives, or explosive devices in the same or adjacent containers are classed as class C explosives and are not reactive waste.

19. A shaped charge, consisting of a plastic, paper, or other suitable container comprising a charge of not to exceed 8 ounces of a high explosive containing no liquid explosive ingredient and with a hollowed-out portion (cavity) lined with a rigid material.

20. Ammunition or explosive projectiles, either fixed, semi-fixed or separate components which are made for use in cannon, mortar, howitzer, recoilless rifle, rocket, or other launching device with a caliber of 20 mm or larger.

21. Grenades. Grenades, hand or rifle, are small metal or other containers designed to be thrown by hand or projected from a rifle. They are filled with an explosive or a liquid, gas, or solid material such as a tear gas or an incendiary or smoke producing material and a bursting charge.

22. Explosive bombs. Explosive bombs are metal or other containers filled with explosives. They are used in warfare and include airplane bombs and depth bombs.

23. Explosive mines. Explosive mines are metal or composition containers filled with a high explosive.

24. Explosive torpedoes. Explosive torpedoes, such as those used in warfare, are metal devices containing a means of propulsion and a quantity of high explosives.

25. Rocket ammunition. Rocket ammunition (including guided missiles) is ammunition designed for launching from a tube, launcher, rails, trough, or other launching device, in which the propellant material is a solid propellant explosive. It consists of an igniter, rocket motor, and projectile (warhead) either fused or unfused, containing high explosives or chemicals.

26. Chemical ammunition. Chemical ammunition used in warfare is all kinds of explosive chemical projectiles, shells, bombs, grenades, etc., loaded with tear, or other gas, smoke or incendiary agent, also such miscellaneous apparatus as cloud-gas cylinders, smoke generators, etc., that may by utilized to project chemicals.

27. Boosters, bursters, and supplementary charges. Boosters and supplementary charges consist of a casing containing a high explosive and are used to increase the intensity of explosion of the detonator of a detonating fuse. Bursters consist of a casing containing a high explosive and are used to rupture a projectile or bomb to permit release of its contents.

28. Jet thrust units or other rocket motors containing a mixture of chemicals capable of burning rapidly and producing considerable pressure.

29. Propellant mixtures (i.e, and chemical mixtures which are designed to function by rapid combustion with little or no smoke).

Note 1: The detonation test is performed by placing the sample in an open-end fiber tube which is set on the end of a lead block approximately 1 1/2 inches in diameter and 4 inches high which, in turn, is placed on a solid base. A steel plate may be placed between the fiber tube and the lead block.

Note 2: A No. 8 test blasting cap is one containing two grams of a mixture of 80 percent mercury fulminate and 20 percent potassium chlorate, or a cap of equivalent strength.

Note 3: "Unconfined" as used in this section does not exclude the use of a paper or soft fiber tube wrapping to facilitate tests.

Note 4: The Bureau of Explosives' Impact Apparatus is a testing device designed so that a guided 8-pound weight may be dropped from predetermined heights so as to impact specific quantities of liquid or solid materials under fixed conditions. Detailed prints may be obtained from the Bureau of Explosives, 2 Pennsylvania Plaza, New York, New York, 10001.

Note 5: Blasting caps, blasting caps with safety fuse, or electric blasting caps in quantities of 1,000 or less are classified as class 0 explosives and not subject to regulation as a reactive waste.

Section 7.0

EXTRACTION PROCEDURE TOXICITY

Introduction

The Extraction Procedure (EP) is designed to simulate the leaching a waste will undergo if disposed of in an improperly designed sanitary landfill. It is a laboratory test in which a representative sample of a waste is extracted with distilled water maintained at pH = 5 using acetic acid. The extract obtained from the EP (the "EP Extract") is then analyzed to determine if any of the thresholds established for the 8 elements (i.e., arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium, silver), four pesticides (i.e., Endrin, Lindane, Methoxychlor, Toxaphene), and two herbicides (i.e., 2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid, 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid) have been exceeded. If the EP Extract contains any one of the above substances in an amount equal to or exceeding the levels specified in 40 CFR 261.24, the waste possesses the characteristic of Extraction Procedure Toxicity and is a hazardous waste.

The Extraction Procedure consists of 5 steps:

1. Separation Procedure

A waste containing unbound liquid is filtered and if the solid phase is less than 0.5% of the waste, the solid phase is discarded and the filtrate analyzed for trace elements, pesticides, and herbicides (step 5). If the waste contains more than 0.5% solids, the solid phase is extracted and the liquid phase stored for later use.

2. Structural Integrity Procedure/Particle Size Reduction

Prior to extraction, the solid material must either pass through a 9.5 mm (0.375 in) standard sieve, have a surface area per gram of waste of 3.1 cm^2, or if it consists of a single piece, be subjected to the Structural Integrity Procedure. The Structural Integrity Procedure is used to demonstrate the ability of the waste to remain intact after disposal. If the waste does not meet one of these conditions it must be ground to pass the 9.5 mm sieve.

3. Extraction of Solid Material

The solid material from step 2 is extracted for 24 hours in an aqueous medium whose pH is maintained at or below 5, using 0.5 N acetic acid. The pH is maintained either automaticlly or manually. Acidification to ph 5 is subject to a specification as to total amount of acid to be added to the system.

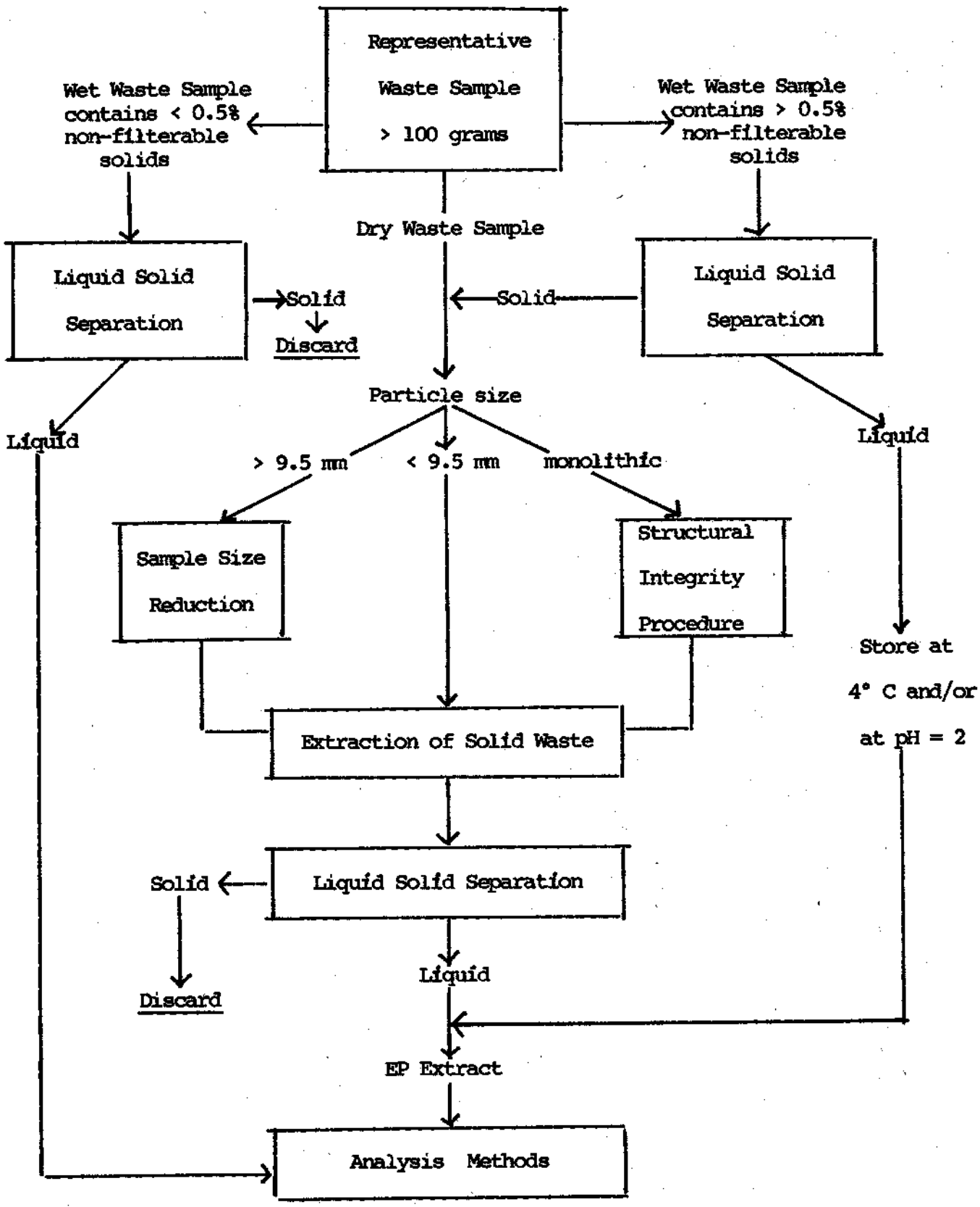
4. Final Separation of the Extraction from the Remaining Solid

After extraction, the liquid: solid ratio is adjusted to 20:1 and the mixture of solid and extraction liquid are separated by filtration, the solid discarded and the liquid combined with the filtrate obtained in step 1. This is the EP Extract that is subjected to the evaluation requirements in 40 CFR 261.24.

5. Testing (Analysis) of EP Extract

Inorganic and organic species are identified and quantified using the appropriate methods in Section 8 of this manual.

Figure 7.0
EXTRACTION PROCEDURE FLOWCHART



Sub-Section 7.1

CHARACTERISTIC OF EP TOXICITY REGULATION

A solid waste exhibits the characteristic of EP toxicity if, using the test methods described in Appendix II of 40 CFR Part 261 or equivalent methods approved by the Administrator under the procedures set forth in 40 CFR 260.20 and 260.21, the extract from a representative sample of the waste contains any of the contaminants listed in Table 7.1-1 at a concentration equal to or greater than the respective value given in that Table. Where the waste contains less than 0.5 percent filterable solids, the waste itself, after filtering, is considered to be the extract for the purposes of this section.

A solid waste that exhibits the characteristic of EP toxicity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number specified in Table 7.1-1 which corresponds to the toxic contaminant causing it to be hazardous.

Table 7.1-1

MAXIMUM CONCENTRATION OF CONTAMINANTS
FOR CHARACTERISTIC OF EP TOXICITY

EPA Hazardous Waste Number	Contaminant	Maximum Concentration (milligrams per liter)
D004	Arsenic	5.0
D005	Barium	100.0
D006	Cadmium	1.0
D007	Chromium	5.0
D008	Lead	5.0
D009	Mercury	0.2
D010	Selenium	1.0
D011	Silver	5.0
D012	Endrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1 7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1 4-endo, endo-5,8-dimethanonaphthalene	0.02
D013	Lindane (1,2,3,4,5,6-Hexachlorocyclohexane, gamma isomer	0.4
D014	Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2,2-bis [p-methoxyphenyl]ethane).	10.0
D015	Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$, Technical chlorinated camphene, 67-69 percent chlorine)	0.5
D016	2,4-D (2,4-Dichlorophenoxyacetic acid)	10.0
D017	2,4,5-TP [Silvex] (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid)	1.0

APPENDIX II

EP TOXICITY TEST

Procedure

1. A representative sample of the waste to be tested (minimum size 100 grams) should be obtained using the methods specified in Appendix I of 40 CFR 261 or any other method capable of yielding a representative sample within the meaning of 40 CFR 260.
2. The sample should be separated into its component liquid and solid phases using the method described in "Separation Procedure" below. If the dry weight of the solid residue* obtained using this method totals less than 0.5% of the original wet weight of the waste, the residue can be discarded and the operator should treat the liquid phase as the extract and proceed immediately to Step 8.
3. The solid material obtained from the Separation Procedure should be evaluated for its particle size. If the solid material has a surface area per gram of material equal to, or greater than, 3.1 cm^2 or passes through a 9.5 mm (0.375 inch) standard sieve, the operator should proceed to Step 4. If the surface area is smaller or the

*The percent solids is determined by drying the filter pad at 80°C until it reaches constant weight and then calculating the percent solids using the following equation:

$$\frac{\text{(weight of pad + solid) - (tare weight of pad)}}{\text{initial wet weight of sample}} \times 100 = \%\ \text{solids}$$

particle size larger than specified above, the solid material would be prepared for extraction by crushing, cutting or grinding the material so that it passes through a 9.5 mm (0.375 inch) sieve or, if the material is in a single piece, by subjecting the material to the "Structural Integrity Procedure" described below.

4. The solid material obtained in Step 3 should be weighed immediately and placed in an extractor with 16 times its weight of deionized water. Do not allow the material to dry prior to weighing. For purposes of this test, an acceptable extractor is one which will impart sufficient agitation to the mixture to not only prevent stratification of the sample and extraction fluid but also insure that all sample surfaces are continuously brought into contact with well mixed extraction fluid.

5. After the solid material and deionized water are placed in the extractor, the operator should begin agitation and measure the pH of the solution in the extractor. If the pH is greater than 5.0, the pH of the solution should be decreased to 5.0 $\pm$ 0.2 by adding 0.5 N acetic acid. If the pH is equal to or less than 5.0, no acetic acid should be added. The pH of the solution should be monitored, as described below, during the course of the extraction and if the pH rises above 5.2, 0.5N acetic acid should be added to bring the pH down to 5.0 $\pm$ 0.2. However, in no event shall the aggregate amount of acid

added to the solution exceed 4 ml of acid per gram of solid. The mixture should be agitated for 24 hours and maintained at 20°-40°C (68° 104°F) during this time. It is recommended that the operator monitor and adjust the pH during the course of the extraction with a device such as the Type 45-A pH Controller manufactured by Chemtrix, Inc., Hillsboro, Oregon 97123 or its equivalent, in conjunction with a metering pump and reservoir of 0.5N acetic acid. If such a system is not available, the following manual procedure shall be employed:

a. A pH meter should be calibrated in accordance with the manufacturer's specifications.

b. The pH of the solution should be checked and, if necessary, 0.5N acetic acid should be manually added to the extractor until the pH reaches 5.0 $\pm$ 0.2. The pH of the solution should be adjusted at 15, 30, and 60 minute intervals, moving to the next longer interval if the pH does not have to be adjusted more than 0.5 pH units.

c. The adjustment procedure should be continued for at least 6 hours.

d. If at the end of the 24-hour extraction period, the pH of the solution is not below 5.2 and the maximum amount of acid (4 ml per gram of solids) has not been added, the pH should be adjusted to 5.0 $\pm$ 0.2 and the extraction continued for an additional four hours, during which the pH should be adjusted at one hour intervals.

6. At the end of the 24 hour extraction period, deionized water should be added to the extractor in an amount determined by the following equation:

V= (20)(W) - 16(W) - A

V= ml deionized water to be added

W= weight in grams of solid charged to extractor

A= ml of 0.5N acetic acid added during extraction

7. The material in the extractor should be separated into its component liquid and solid phases as described under "Separation Procedure."

8. The liquids resulting from Steps 2 and 7 should be combined. This combined liquid (or the waste itself if it has less than 0.5% solids, as noted in step 2) is the extract and should be analyzed for the presence of any of the contaminants specified in Table I of 40 CFR 261.24 using the Analytical Procedures designated below.

Separation Procedure

Apparatus

A filter holder, designed for filtration media having a nominal pore size of 0.45 micrometer and capable of applying a 5.3 kg/cm^2 (75 psig) hydrostatic pressure to the solution being filtered shall be used. For mixtures containing non-absorptive solids, where separation can be effected without imposing a 5.3 kg/cm^2 pressure differential, vacuum filters employing a 0.45 micrometer filter media can be used.

Procedure*

1. Following manufacturer's directions, the filter unit should be assembled with a filter bed consisting of a 0.45 micrometer filter membrane. For difficult or slow to filter mixtures a prefilter bed consisting of the following prefilters in increasing pore size (0.65 micrometer membrane, fine glass fiber prefilter, and coarse glass fiber prefilter) can be used.
2. The waste should be poured into the filtration unit.
3. The reservoir should be slowly pressurized until liquid begins to flow from the filtrate outlet at which point the pressure in the filter should be immediately lowered to 10-15 psig. Filtration should be continued until liquid flow ceases.
4. The pressure should be increased stepwise in 10 psig increments to 75 psig and filtration continued until flow ceases or the pressurizing gas begins to exit from the filtrate outlet.

---

*This procedure is intended to result in separation of the "free" liquid portion of the waste from any solid matter having a particle size >0.45um. If the sample will not filter, various other separation techniques can be used to aid in the filtration. As described above, pressure filtration is employed to speed up the filtration process. This does not alter the nature of the separation. If liquid does not separate during filtration, the waste can be centrifuged. If separation occurs during centrifugation, the liquid portion (centrifugate) is filtered through the 0.45um filter prior to becoming mixed with the liquid portion of the waste obtained from the initial filtration. Any material that will not pass through the filter after centrifugation is considered a solid and is extracted.

5. The filter unit should be depressurized, the solid material removed and weighed and then transferred to the extraction apparatus, or, in the case of final filtration prior to analysis, discarded. If the solid is to be extracted do not allow the material retained on the filter pad to dry prior to weighing.
6. The liquid phase should be stored at 4°C for subsequent use in Step 8.

Structural Integrity Procedure

Apparatus

A Structural Integrity Tester having a 3.18 cm (1.25 in.) diameter hammer weighing 0.33 kg (0.73 lbs.) and having a free fall of 15.24 cm (6 in.) shall be used. This device is available from Associated Design and Manufacturing Company, Alexandria, VA., 22314, as Part No. 125, or it may be fabricated to meet the specifications shown in Figure 7-2.

Procedure

1. The sample holder should be filled with the material to be tested. If the sample of waste is a large monolithic block, a portion should be cut from the block having the dimensions of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) long cylinder. For a fixated waste, samples may be cast in the form of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder for purposes of conducting this test. In such cases, the waste may be allowed to cure for 30 days prior to further testing.

2. The sample should be placed into the Structural Integrity Tester, then the hammer should be raised to its maximum height and dropped. This should be repeated fifteen times.
3. The material should be removed from the sample holder, weighed, and transferred to the extraction apparatus for extraction.

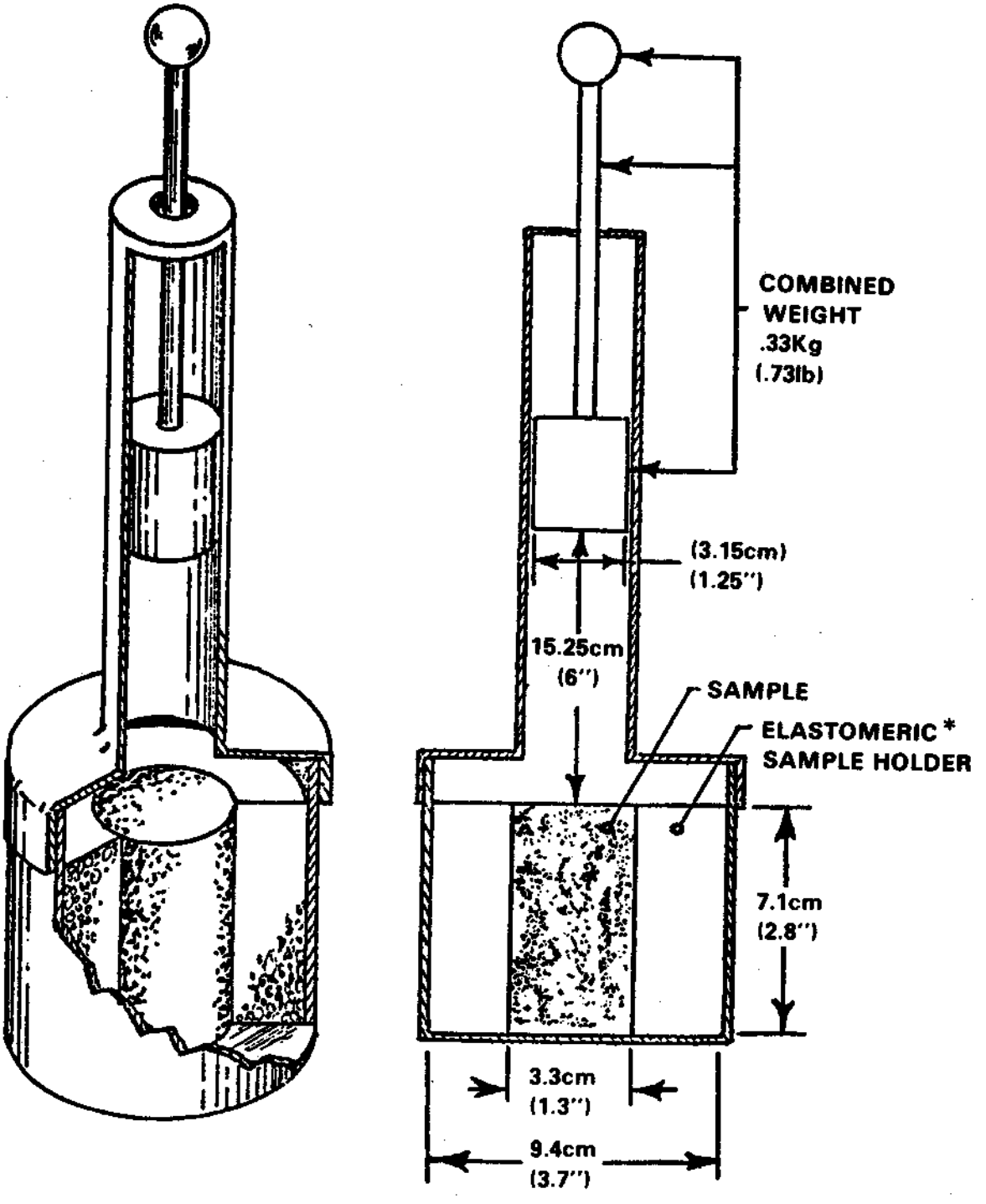
Procedures for Analyzing Extract

The test methods for analyzing the extract are as follows:

1. For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium or silver: "Methods for Analysis of Water and Wastes," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA-600/4-79-020, March 1979).
2. For Endrin; Lindane; Methoxychlor; Toxaphene; 2,4-D; 2,4,5-TP (Silvex): in "Methods for Benzidine, Chlorinated Organic Compounds, Pentachlorophenol and Pesticides in Water and Wastewater," September 1978, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268.
   as standardized in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods."

For all analyses, the method of standard addition shall be used for the quantification of species concentration.

This method is described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste." (It is also described in "Methods for Analysis of Water and Wastes.")



*ELASTOMERIC SAMPLE HOLDER FABRICATED OF MATERIAL FIRM ENOUGH TO SUPPORT THE SAMPLE

Figure 7.2

COMPACTION TESTER

Method 7.2

SEPARATION PROCEDURE

Scope and Application

This procedure is used to separate a waste into its liquid and solid phases both prior to and after extraction.

Summary of Method

The Separation Procedure involves vacuum or pressure filtration of a waste or extraction mixture. To minimize filtration time, pressure, settling, centrifugation and prefilters may be employed as an adjunct to filtration. Pressure filtration is required when vacuum filtration is inadequate for complete separation.

Apparatus

1. Filter holder: A filter holder capable of supporting a 0.45 um filter membrane and able to withstand the pressure needed to accomplish separation. Suitable filter holders range from simple vacuum units to relatively complex systems that can exert up to 5.3 kg/cm^2 (75 psi) of pressure. The type of filter holder used depends upon the properties of the mixture to be filtered. Filter holders known to the Agency and deemed suitable for use are listed in Table 7.2-1
2. Filter membrane: Filter membrane suitable for conducting the required filtration shall be fabricated from a material which:
   a. is not physically changed by the waste material to be filtered.
   b. does not absorb or leach the chemical species for which a waste's EP Extract will be analyzed.

Table 7.2-2 lists filter media known to the Agency and generally found to be suitable for solid waste testing.

3. In cases of doubt contact the filter manufacturer to determine if either membrane or prefilter are adversely affected by the particular waste. If no information is available, submerge the filter in the waste's liquid phase. After 48 hours a filter that undergoes visible physical change (i.e. curls, dissolves, shrinks, or swells) is unsuitable for use.

Use the following procedure to establish if a filter membrane will leach or adsorb chemical species.

a. Prepare a standard solution of the chemical species of interest.

b. Analyze the standard for its concentration of the chemical species.

c. Filter the standard and re-analyze. If the concentration of the filtrate differs from the original standard, the filter membrane leaches or absorbs one or more of the chemical species.

General Procedure

1. Weigh filter membrane and prefilter to $\pm$ 0.01 gram. Handle membrane and prefilters with blunt curved tip forceps or vacuum tweezers, or by applying suction with a pipette.

2. Assemble filter holder, membranes, and prefilters following the manufacturer's instructions. Place the 0.45 um membrane on the support screen and add prefilters in ascending order of pore size. Do not pre-wet filter membrane.

3. Allow slurries to stand to permit the solid phase to settle. Slow to settle wastes may be centrifuged prior to filtration.

4. Wet the filter with a small portion of the waste's or extraction mixture's liquid phase. Transfer the remaining material to the filter holder and apply vacuum or gentle pressure (10-15 psi) until all liquid passes through the filter. Stop filtration when air or pressurizing gas moves through the membrane. If this point is not reached under vacuum or gentle pressure slowly increase the pressure in 10 psi increments to 75 psi. Halt filtration when liquid flow stops.

5. Remove solid phase and filter media and weigh to $\pm$ 0.01 gram. Discard solid if it comprises less than 0.5% of the mixture (see below). If the sample contains >0.5% solids use the wet weight of the solid phase obtained in this separation for purposes of calculating amount of liquid and acid to employ for extraction using the following equation:

$$W = W_f - W_t$$

W = wet weight in grams of solid to be charged to extractor

W_f = wet weight in grams of filtered solids and filter media

W_t = weight in grams of tared filters.

Procedure for Determining Percent Solids of a Waste

1. Determine percent solids of a waste sample by:
   a. separately weighing the waste sample and filters.
   b. filtering the waste material.
   c. drying the solid and filters at 80°C until two successive weighings yield the same value. Cal-

culate the percent solids using the following equation:

$$\frac{\text{weight of filtered solid and filters} - \text{tared weight of filters}}{\text{initial weight of waste material}} \times 100 = \% \text{ solids}$$

NOTE: This procedure is only used to determine if the solid must be extracted or if it can be discarded unextracted. It is not used in calculating the amount of water or acid to use in the extraction step. Do not extract solid material that has been dried at 80°C. A new sample will have to be used for extraction if a % solids determination is performed.

Table 7.2-1

APPROVED FILTER HOLDERS

Vacuum Filters

Manufacturer	Size	Model No.	Comments
Nalgene	500 ml	45-0045	Disposable plastic unit, includes prefilter and filter pads, and reservoir Should only be used when solution is to be analyzed for inorganic constituents
Nuclepore	47 mm	410400	
Millipore	47 mm	XX10 047 00	
Pressure Filters			
Nuclepore	142 mm	420800	
Micro Filtration Systems	142 mm	302300	
Millipore	142 mm	YT30 142 HW	

Table 7.2-2

APPROVED FILTRATION MEDIA

Filter Type	Supplier	Filter To Be Used For Aqueous Systems*	Filter To Be Used For Organic Systems*
Coarse Prefilter	Gelman	61653 61669	61652 61669
	Nuclepore	210907 211707	210907 211707
	Millipore	AP25 042 00 AP25 127 50	AP25 042 00 AP25 127 00
Medium Prefilters	Nuclepore	21095 211705	21095 211705
	Millipore	AP20 042 00 AP20 124 50	AP20 042 00 AP20 124 50
Fine Prefilters	Nuclepore	210903 211703	210903 211703
	Millipore	AP25 042 00 AP25 127 50	AP25 042 00 AP25 127 50
Fine Filters (0.45um)	Gelman	60173 60177	60540 60544
	Pall	Q47NX50 142NX25	
	Nuclepore	111107 112007	181107 182007
	Millipore	HAWP 047 00 HAWP 142 50	FHLP 047 00 FHLP 142 00
	Selas	83485-02 83486-02	83485-02 83486-02

Method 7.4

STRUCTURAL INTEGRITY PROCEDURE

Application

The Structural Integrity Procedure (SIP) is employed to approximate the physical degradation a monolithic waste undergoes in a landfill or when compacted by earthmoving equipment.

Equipment

1. Structural Integrity Tester meeting the specifications detailed in Figure 7.4-1.
2. Sample holders of elastomeric material firm enough to support a cylindrical waste sample 3.3 cm (1.32 in.) in diameter and 7.1 cm (2.84 in.) long.

Procedure

1. Cut a 3.3 cm in diameter by 7.1 cm long cylinder from the waste material. For wastes which have been treated using a fixation process the waste may be cast in the form of a cylinder and allowed to cure for 30 days prior to testing.
2. Place waste into sample holder and assemble the tester. Raise the hammer to its maximum height and drop. Repeat 14 times.
3. Remove solid material from tester and scrape off any particles adhering to sample holder. Weigh the waste to the nearest 0.01 gram and transfer its to the Extractor.

Sub-Section 7.5

EXTRACTORS

Introduction

An acceptable extractor is one which will prevent stratification of a waste sample and extraction fluid and will insure that all sample surfaces continuously contact well mixed extraction fluid. There are two types of acceptable extractors: 1) stirrers and 2) tumblers. Stirrers consist of a container in which the waste/extraction fluid mixture is agitated by spinning blades. Rotators agitate by turning a sample container end over end through a 360° revolution.

Stirrer

Scope and Application

One such stirrer approved for use in evaluating solid waste is illustrated in Figure 7.5-1. It is a container in which a waste/extraction fluid mixture is agitated by 2 blades spinning at $\geq$ 40 rpm. This extractor can be used with either automatic or manual pH adjustment.

Precautions

1. Large particles ($\geq$ 0.25 in. in diameter) may be ground by the spinning blades or abrade the container. If metal containers are employed this may result in contamination of the EP Extract.
2. Monolithic wastes should not be extracted in the stirrer as they may bend or break the stirring blades.

Summary of Operation

Place waste in extractor, add extraction fluid and stir for the required period of time. Adjust pH while stirrer is in operation by addition of acid through port in cover. pH may be continuously monitored using port in cover designed to accept a pH electorde.

Manufactures

Extractors of this design may be fabricated by the user or are known to be available commercially from Associated Design and Manufacturing Co. and Millipore Corporation.

Rotary Extractor

Scope and Application

The rotary extractor consists of a rack or box type device holding a number of plastic or glass bottles which rotate at approximately 29 rpm. Rotary extractors are used with manual pH adjustment.

Precautions

1. Use glass or fluorocarbon bottles for wastes whose EP Extract will be analyzed for organic compounds. For extracts to be analyzed only for metals, polyethylene bottles may be substituted.
2. Be careful not to tighten the screws too far and shatter the bottle when using the design in Figure 7.5-2.
3. Do not use glass bottles for extracting large blocks of waste as these may cause the bottles to shatter.

4. It is recommended that the bottles be alternated in an opposing manner in the apparatus to minimize torque (e.g., when one bottle faces up, the next bottle faces down.) When extracting an odd number of samples, balance the extractor by adding a bottle containing an amount of water approximately equal to the volume in the other bottles.

Equipment

1. Rotary extractors approved for use in evaulating the EP toxicity of solid wastes are illustrated in Figure 7.5-2 and 7.5-3.
2. Plastic or glass bottles sized to fit the particular extractor.
3. The equipment illustrated in Figure 7.5-2 may be fabricated by the user or is available commercially from Associated Design and Manufacturing Co.
4. The equipment illustrated in Figure 7.5-3 is available from the Acurex Corporation.

Summary of Operation

Fill plastic or glass bottles with the solid material. Add distilled deionized water to each bottle and start extractor. Stop extractor after 1 minute and adjust pH. Restart extractor and continue pH adjustment for the first six hours of agitation as described in the "Manual pH Adjustment Procedure" (Section 7.1). After 24 hours of agitation stop extractor, check pH as described and, if within range specified, adjust volume of fluid and remove for liquid solid separation.

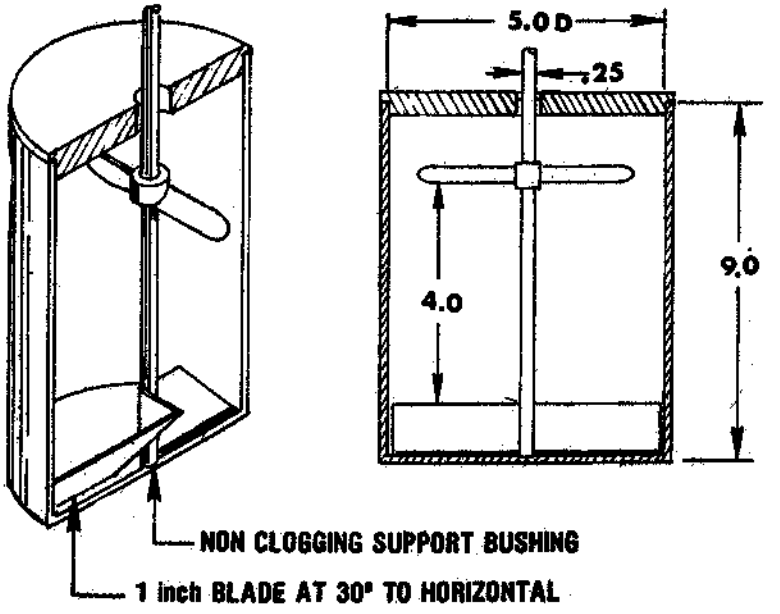


Figure 7.5-1
EXTRACTOR

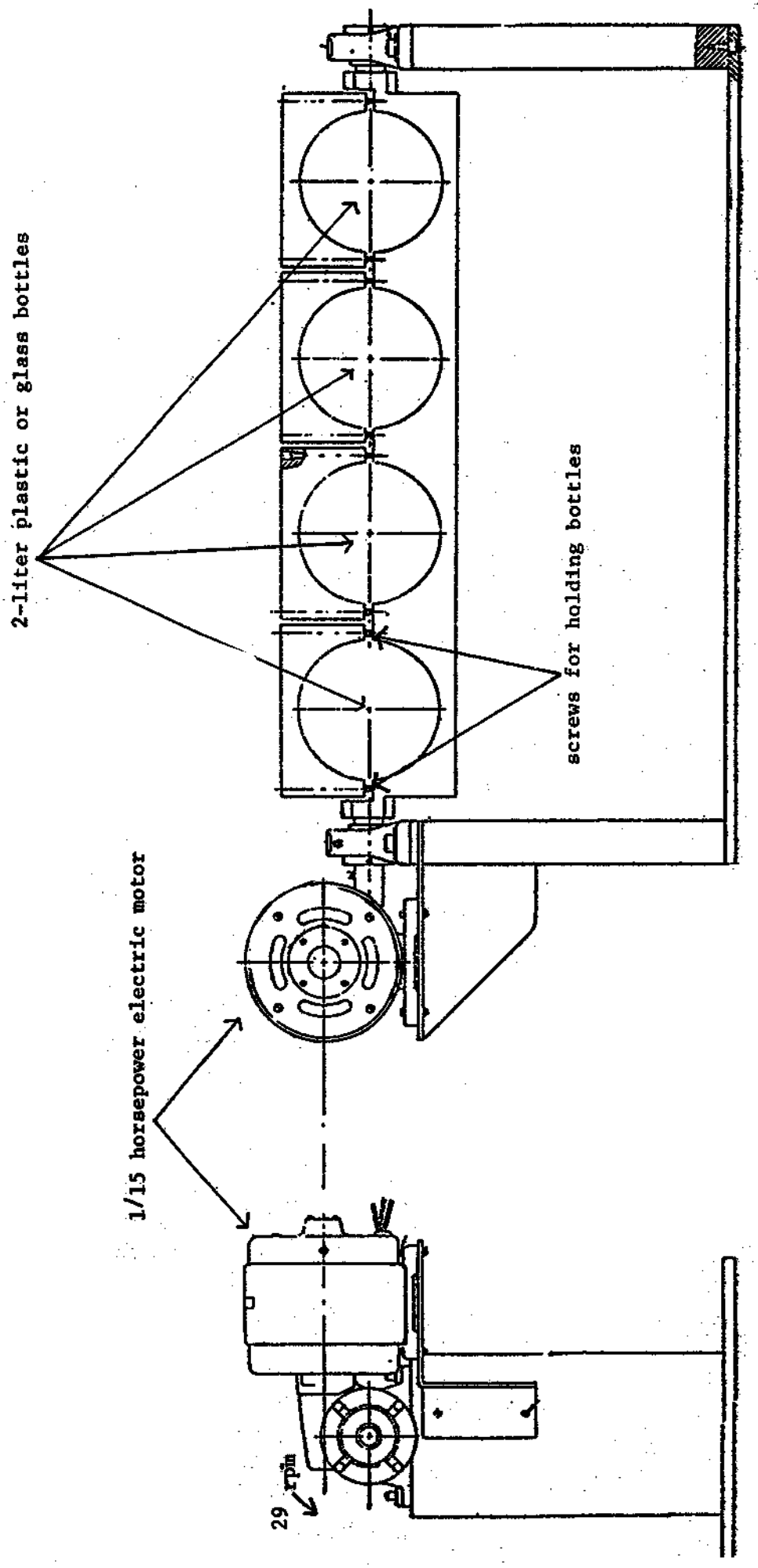


Figure 7.5-2
ROTARY EXTRACTOR

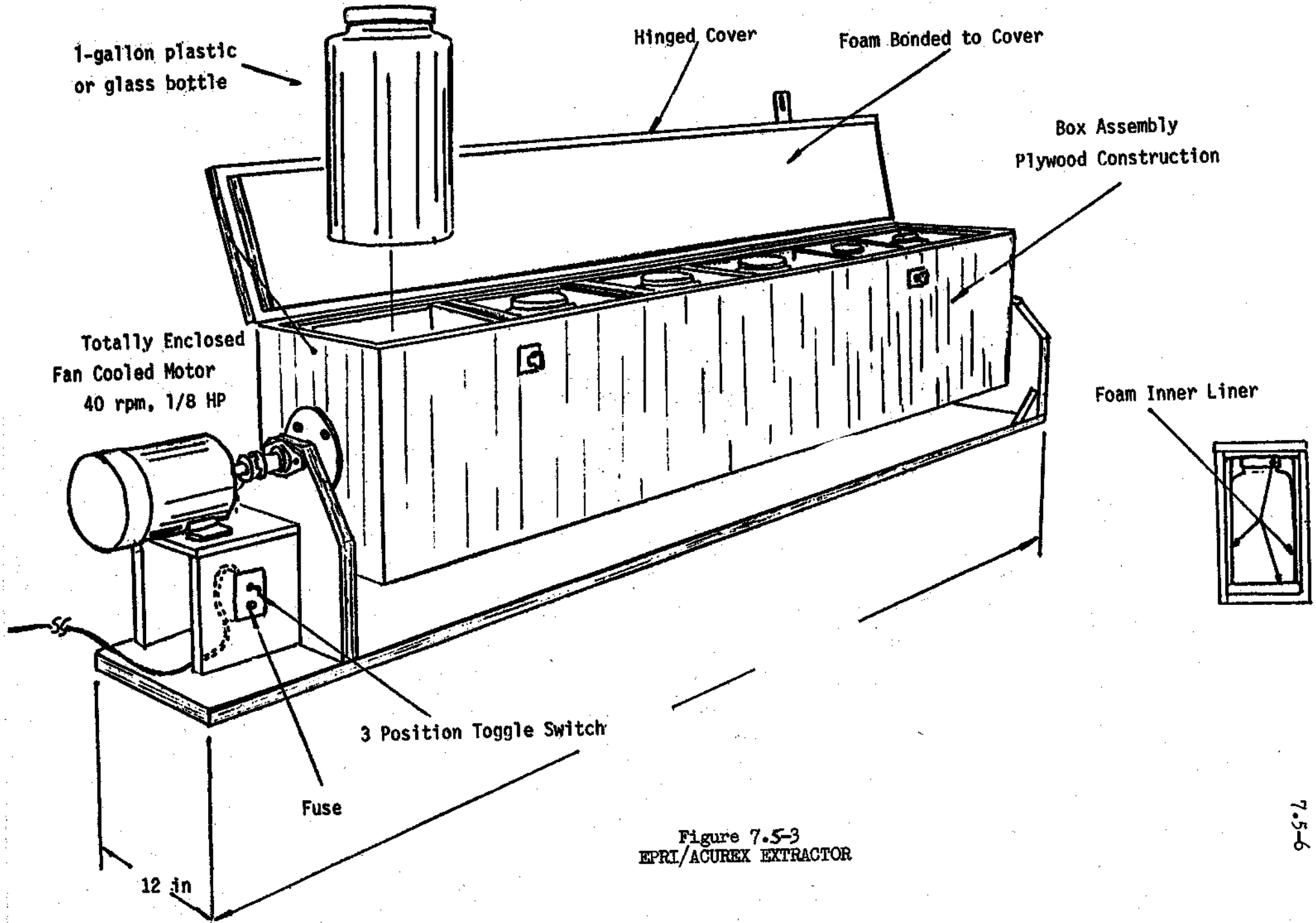


Figure 7.5-3
EPRI/ACUREX EXTRACTOR

Method 8.01

METHOD FOR VOLATILE ORGANICS

Scope and Application

The following volatile organic compounds may be determined by this method:

Volatile Compound	Detector
Acrylamide	FID
Benzyl Chloride	HSD
Bis(2-chloroethoxymethane)	HSD
Bis(2-Chloroisopropyl) ether	HSD
Carbon Disulfide	FID
Carbon Tetrachloride	HSD
Chloroacetaldehyde	HSD
Chlorobenzene	HSD, FID
Chloroform	HSD
Chloromethane	HSD
Dichlorobenzene	HSD
Dibromomethane	HSD
Ethyl ether	FID
Formaldehyde	FID
Methanol	FID
Methyl Ethyl Ketone	FID
Methyl Isobutyl Ketone	FID
Paraldehyde	FID
Tetrachloroethane	HSD
Tetrachloroethene	HSD
Trichloroethene	HSD
Trichlorofluoromethane	HSD
Trichloropropane	HSD
Vinyl Chloride	HSD
Vinylidene Chloride	HSD

Summary of Method

1. The volatile compounds are introduced to the gas chromatograph by direct injection (Method 8.80), the Headspace Method (Method 8.82), or the Purge and Trap method (Method 8.83). A temperature program is used in the gas chromatograph to separate the organic compounds. Detection is achieved by either a halide specific detector (HSD) or a flame ionization dectector (FID). The detector used depends on the compound(s) of interest.
2. If interferences are encountered, the method provides an optional gas chromatographic column that may be helpful in resolving the compounds of interest from the interferences.

Interferences

Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics (particularly chlorofluorocarbons and methylene chloride) through the sample container septum during shipment and storage. A sample blank carried through sampling and subsequent storage and handling can serve as a check on such contamination.

Apparatus

1. Vial with cap - 40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105°C before use.
2. Septum - teflon - forced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash, rinse with tap and distilled deionized water, and dry at 105°C for one hour before use.

3. Sample introduction apparatus (Methods 8.80, 8.82 and 8.83)
4. Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories, including HSD or, FID, column supplies, recorder and gasses. A data system for measuring peak area is recommended.
5. Carbopack B 60/80 mesh coated with 1% SP-1000 packed in an 8 ft. x 0.1 in. ID stainless steel or glass column (Column 1) or Porisil-C 100/200 mesh coated with n-octane packed in a 6 ft. x 0.1 in. ID stainless steel or glass column (Column 2).
6. Syringes - 5 ml glass hypodermic with Luerlok tip (2 each).
7. Micro syringe - 10, 25, 100 ul.
8. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
9. Syringe - 5 ml - gas tight with shut-off valve.
10. Bottle - 15 ml screw-cap, with teflon cap liner.

Reagents

1. Activated carbon - Filtrosorb 200 (Calspan Corp.) or equivalent.
2. Organic-free water generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon. A water purification system (Millipore Super - Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water. Organic free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour.

3. Stock standards - prepare stock standard solutions in methyl alcohol using assayed liquids or gas cylinders as appropriate. Because of the toxicity of many of the compounds being analyzed, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood . A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

   a. Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

   b. Add the assayed reference material:

      i. Liquids

         Using a 100 ul syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

      ii. Gases

         To prepare standards from any of the organic compounds that boil below 30°C, fill a 5 ml valved gas-tight syringe with the reference standard to the 5 ml mark. Lower the needle to 5 mm above the methyl alcohol meniscus. Slowly inject the reference standard above the surface of the liquid (the heavy gas will rapidly dissolve into the methyl alcohol).

c. Reweigh, dilute to volume, stopper, then mix by by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw cap bottle with a teflon cap liner.

d. Calculate the concentration in mg/l from the net gain in weight.

e. Store stock standards at 40° C. Prepare fresh standards weekly for the 4 compounds whose BP $\leq$ 30° C. All other standards must be replaced with fresh standards each month.

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in methyl alcohol that contains the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in the Procedure section. By injecting secondary standards, adjust the sensitivity of the analytical system for each compound being analyzed so as detect $\leq$ 1 ug.

Quality Controls

1. Before processing any samples, the analyst should daily demonstrate through the analysis of an organic-free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique.

Laboratory replicates should be analyzed to validate the the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analyses. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogam, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

3. The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of the method in dealing with each sample matrix by spiking each sample with known amounts of the compounds the waste is being analyzed for. Using these spiked samples, readjust the sensitivity of the instrument such that 1 ug/gm of sample can be readily detected (see Quality Control).

Procedure

1. Assemble gas chromatograph with either Column 1 or 2. (See Apparatus section.)

   Column 1:

   a) Set helium gas flow at 40 ml/min flow rate.

   b) Set column temperature at 45° C for 3 minutes then program a 8° C/minute temperature rise to 220° C and hold for 15 minutes.

   Column 2:

   a) Set helium carrier gas flow at 40 ml/minute flow rate.

   b) Set column temperature at 50° C for 3 minutes, then

program a 6° C/min temperature rise to 170° C and hold for 4 minutes.

2. Introduce volatile compounds to the gas chromatograph using direct injection, headspace, or purge and trap.
3. Table 8.01-1 summarizes the estimated retention times for a number of organic compounds analyzable using this method. An example of the separation achieved by Column 1 is shown in Figure 8.01-1.
4. Calibrate the system immediately prior to conducting any analysis and recheck as in Quality Control for each type of waste. Calibration should be done no less frequently than at the beginning and end of each analyses session.

Calculations

1. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm of sample.

Table 8.01-1

ORGANOHALIDES TESTED USING PURGE AND TRAP METHOD

Compound	Retention Time (Min) Col. 1	Col. 2
Acrylamide		
Bis(2-chloroethoxymethane)		
Bis(2-chloroisopropyl) ether		
Carbon disulfide		
Carbon tetrachloride	13.0	14.4
Chloroacetaldehyde		
Chlorobenzene	24.2	18.8
Chloroform	10.7	12.1
Chloromethane	1.50	5.28
1,3-Dichlorobenzene	34.00	22.4
1,2-Dichlorobenzene	34.9	12.6
1,4-Dichlorobenzene	35.4	15.4
1,1-Dichloroethane	9.30	12.6
1,2-Dichloroethane	11.4	15.4
Dichloromethane		
Ethyl ether		
Formaldehyde		
Methanol		
Methyl ether ketone		
Methyl isobutyl ketone		
Paraldehyde (trimer of acetaldehyde)		

Compound	Retention Time (Min) Col. 1	Col. 2
1,1,2,2-Tetrachloroethane	21.6	--
1,2,2,2-Tetrachloroethane		
1,1,1,2-Tetrachloroethane		
Tetrachloroethene	21.7	15.0
1,1,1-Tetrachloroethane	12.6	13.1
1.1,2-Trichloroethane	16.5	18.7
Trichloroethene	15.8	13.1
Trichlorofluoromethane	7.18	
Trichloropropane		
Vinyl Chloride	2.67	5.28
Vinylidene Chloride		

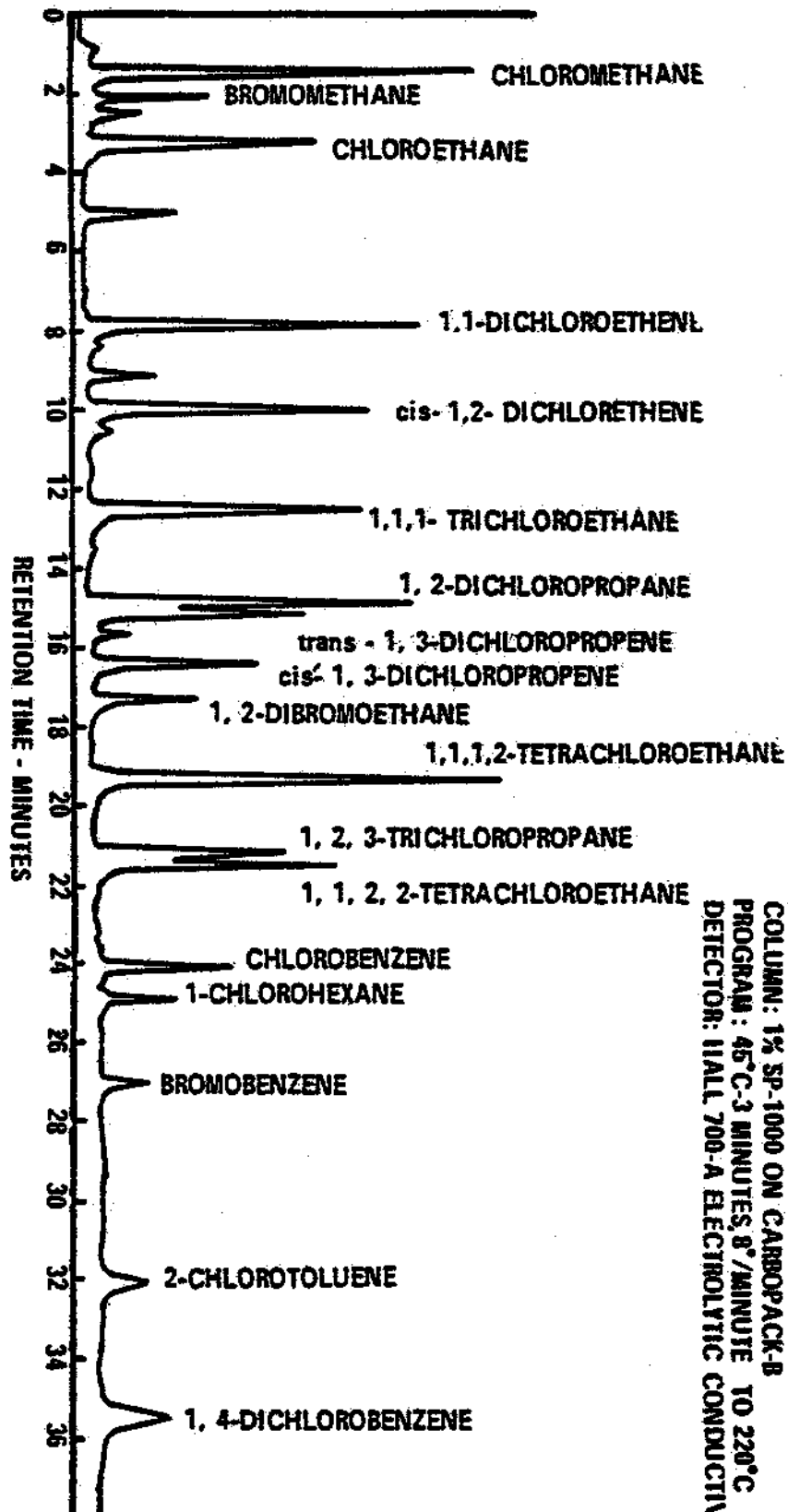


Figure 8.01-1
GAS CHROMATOGRAM OF VOLATILE ORGANICS

Method 8.02

METHOD FOR VOLATILE AROMATICS, KETONES AND ETHERS

Scope and Application

This method covers the determination of certain volatile aromatics, some methyl ketones, and ethyl ether. The following compounds may be determined by this method:

Benzene

Chlorobenzene

Dichlorobenzene

Ethyl ether

Methyl ethyl ketone

Methyl isobutyl ketone

Toluene

Xylene

Summary of Method

The volatile compounds are introduced to the gas chromatograph by direct injection (Method 8.80), the headspace method (Method 8.82), or the purge and trap technique (Method 8.83). A temperature program is used in the GC system to separate the compounds prior to detection with a photoionization detector (PID) or flame ionization detector (FID).

Interferences

Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics (particularly chlorofluorcarbons and methylene chloride) through the sample container septum during shipment and storage. A sample blank carried through sampling and subsequent storage and handling can serve as a check for such contamination.

Apparatus

1. Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including Model PI-51-02 photo-ionization detector (PID), column supplies, recorder and gases. A data system for measuring peak areas is recommended.
2. Supelcoport 100/200 mesh coated with 5% SP-2100 and 1.75% Bentone 34 packed in a 6 ft. x 0.085 inch ID stainless steel column.
3. Syringes - 5 ml glass hypodermic with Luerlok tip (2 each).
4. Micro syringes - 10, 25, 100 ul.
5. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
6. Syringe - 5 ml gas-tight with shut-off valve.
7. Bottle - 15 ml screw-cap, with teflon cap liner.

Reagents

1. Activated carbon - Filtrosorb 200 (Calgon Corp.) or equivalent.
2. Organic-free water generated by passing distilled or deionized water through a filter bed containing of activated carbon. A water purification system (Millipore Super-Q or equivalent) may be used to generated organic-free deionized water. Organic free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently while maintaining the temperature at 90°C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour.

3. Stock standards - Prepare stock standard solution in methyl alcohol using assayed liquids. Because of the toxicity of many of the compounds being analyzed primary diluting of these materials should be prepared in a hood. A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

   a. Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow the flask to stand, unstoppered, for about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

   b. Using a 100 ul syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

   c. Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw-cap bottle with a teflon cap liner.

   d. Calculate the concentration in ug/ml from the net gain in weight.

   e. Store stock standards at 4°C. All standards must be replaced with fresh standard each month.

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in methyl alcohol that contains the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in the Procedure section. By injecting secondary standards adjust the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound being analyzed for to a sensitivity of $\leq$ 1 ug/l (2 x background).

Quality Control

1. Before processing any samples the analyst should daily demonstrate through the analysis of an organic-free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy and sensitivity of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.
3. The analysis should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of the method in dealing with each sample

matrix by spiking each sample with known amounts of the compounds the waste is being analyzed for. Using these spiked samples readjust the sensitivity of the instrument such that 1 ug/gm of sample can be readily detected.

Procedure

1. Assemble gas chromatograph with column specified in Apparatus section and detector indicated in Table 8.02-1.
2. Set helium carrier gas at 36 ml/min flow rate.
3. Hold column temperature at 50°C for 2 minutes then program a 6°C/minute rise to 90°/C for a final hold of 40 minutes.
4. Table 8.02-1 summarizes the estimated retention times for a number of organic compounds analyzable using this method. An example of the separation achieved by this column is shown in Figure 8.02-1.
5. Calibrate the system immediately prior to conducting any analyses and recheck as in Quality Control for each type of waste. Calibration should be done no less frequently than at the beginning and end of each analysis session.

Calculations

1. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2 x background, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample

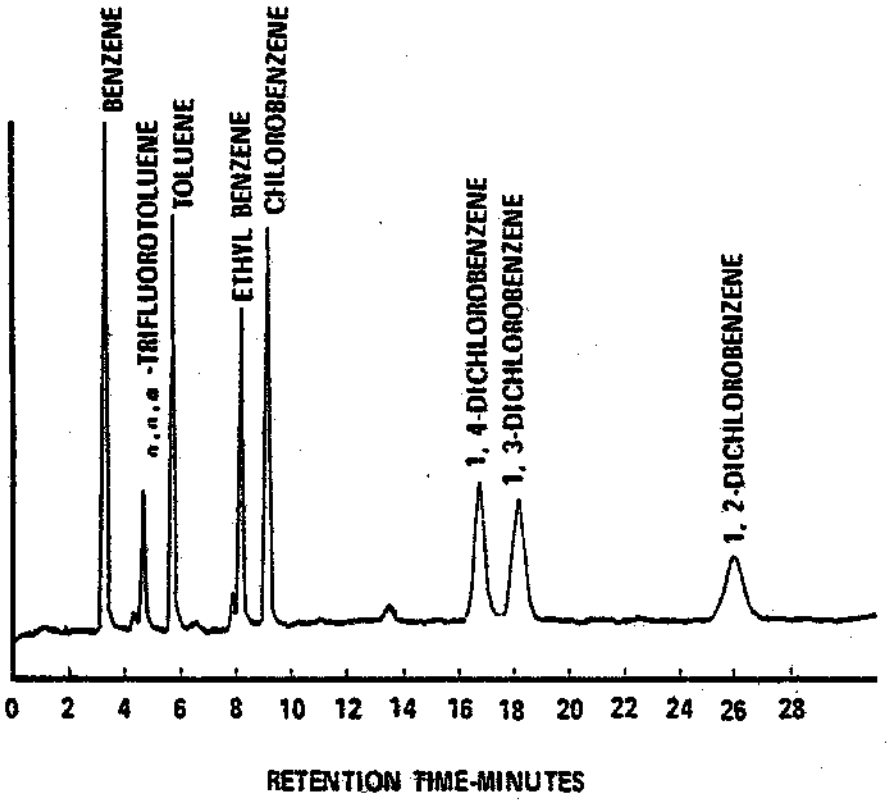


Figure 8.02-1
GAS CHROMATOGRAM OF VOLATILE AROMATICS

does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using spiked samples, that the method sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm of sample.

2. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

3. If one desires to determine the actual concentration of the compound in the waste, the method of standard addition should be used.

Table 8.02-1

CHROMATOGRAPHY

Compound	Retention Time (min)*	Detector Methods
Benzene	3.33	PID
Chlorobenzene	9.17	PID
1,4 Dichlorobenzene	16.8	PID
1,3 Dichlorobenzene	18.2	PID
1,2 Dichlorobenzene	25.9	PID
Ethyl ether		FID
Methyl ethyl ketone		FID
Methyl isobutyl ketone		FID
Toluene	5.75	PID
Xylene		PID

* 6' x 0.085 in. column packed with 1.75% Bentone 34 and 5% SP-2100 on Supelcoport 100/200.

Method 8.03

METHOD FOR ACRYLONITRILE, ACETONITRILE AND ACROLEIN

Scope and Application

This method is applicable to the determination of acrylonitrile, acetonitrile and acrolein in waste samples.

Summary of Method

The compounds are introduced into the gas chromatograph by either direct injection (Method 8.80), the headspace technique (Method 8.82) or the purge and trap technique (Method 8.83).

A temperature program is used in the gas chromatograph to separate the organic compounds for detection by a flame ionization detector (FID).

Interference

Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics (particularly chlorofluorocarbons and methylene chloride) through the sample container septum into the sample during shipment and storage. A sample blank carried through sampling and subsequent storage and handling protocols can serve as a check on such contamination.

Apparatus

1. Vial, 40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105°C before use.
2. Septum, teflon faced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash, rinse with tap and

distilled deionized water, and dry at 105°C for one hour before use.

3. Sample introduction apparatus (see Methods 8.80, 8.82 or 8.83).
4. Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories, column supplies, recorder and gasses.

   A data system for measuring peak areas is recommended.
5. Chromosorb 101 80/100 mesh packed in a 6' x 1/8" O.D. stainless steel or glass column.
6. Syringes, 5 ml glass hypodermic with Luerlock tip (2 each).
7. Micro syringe, 10, 25, 100 ul.
8. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
9. Syringe - 5 ml gas tight - with shut-off valve.
10. Vial, 15 ml screwcap, with teflon cap liner.

Reagents

1. Activated carbon, Filtrosorb - 200 (Calspan Corp.) or eqivalent.
2. Organic-free water generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb of activated carbon. A water purification system (Millipore Super - Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water. Organic free water may also be prepared by boiling distilled deionized water for about 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90°C,

bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour.

3. Stock standards - prepare stock standard solutions in propanol using assayed liquids or gas cylinder as appropriate. Because of the toxicity of many of the compounds being analyzed, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood. A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of such materials.
   a. Place about 9.8 ml of propanol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.
   b. Using a 100 ul syringe, immediately add all 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the propanol without contacting the neck of the flask.
   c. Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw-cap bottle with a teflon cap liner.
   d. Calculate the concentration in micrograms/liter from the net gain in weight.
   e. Store stock standards at 4°C. All standards must be replaced with fresh standard each month.

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in propanol that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in the Procedure section. By injecting secondary standards, adjust the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound being analyzed for a sensitivity of $\leq$ 1 ug (2 x background).

Quality Control

1. Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of an organic-free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram, confirmatory techniques should be used.
3. The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of this method in dealing with each sample matrix by

spiking each sample with known amounts of the compounds the waste is being analyzed for. Using these spiked samples, readjust the sensitivity of the instrument such that 1 ug/gm of sample can be readily detected.

Procedure

1. Assemble gas chromatograph with column specified in Apparatus section.
2. Set helium carrier gas at 45 ml/minute flow rate.
3. Hold column temperature at 80°C for 5 minutes, then program an 8°C/minute rise to 150°C and hold until all species have eluted.
4. Calibrate the system immediately prior to conducting any analyses and recheck as in Quality Control for each type of waste. Calibration should be done no less frequently than at the beginning and end of each analysis session. See Figure 8.03-1 for an example of the chromatogram to be expected using these conditions.

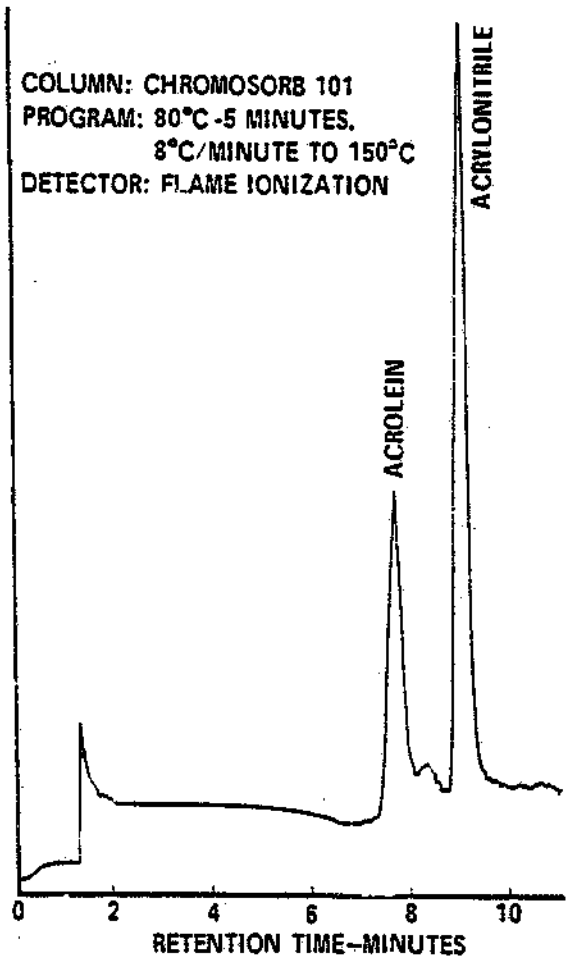


Figure 8.03-1
GAS CHROMATOGRAM OF ACROLEIN AND ACRYLONITRILE

Method 8.04

PHENOLS

Scope and Application

The following compounds may be determined by this method:

2-Chlorophenol

Cresol(s)

Cresylic acid(s)

2,4,-Dimethylphenol

4,6-Dinitro-o-cresol

4-Nitrophenol

Pentachlorophenol

Tetrachlorophenol

Trichlorophenol(s)

Summary of Method

The sample or sample extract is injected onto the gas chromatograph column following appropriate sample preparation procedures: (Shake out (Method 8.84), Soxhlet extraction (Method 8.86), or Sonication (Method 8.85)). A general clean-up procedure employing liquid-liquid extraction is described in Method 9.1. An optional clean-up procedure specific for this group of compounds is described at the end of this method, for samples or extracts which may require further clean-up. A temperature program is used in the GC system to separate the compounds before detection with a Flame Ionization Detector (FID) or Halogen Specific Detector (HSD).

The method also provides for the preparation of pentafluorobenzylbromide (PFB) derivatives for electron capture gas chromatography with additional clean-up procedures to aid the analyst in the elimination of interferences.

Interferences

1. Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.
2. Interferences coextracted from samples will vary considerably from source to source depending upon the waste being sampled. While general cleanup techniques are provided in Section 9 and as part of this method, unique samples may require additional cleanup.

Apparatus

1. Vial with cap - 40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105°C before use.
2. Septum, teflon faced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash, rinse with tap and distilled deionized water, and dry at 105°C for one hour before.
3. Sample introduction apparatus (Methods 8.80 or 8.82 or 8.83).

4. Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories, including FID or HSD, column supplies, recorder and gases. A data system for measuring peak area is recommended.
5. Supelcoport 80/100 mesh coated with 1% SP-1240 DA in 1.8 meter long 2 mm ID glass column (Column 1) or Chromosorb W-AWDMCS 80/100 mesh coated with 5% OV-17 packed in a 1.8 meter long X mm ID glass column (Column 2).
6. Syringes - 5 ml glass hypodermic with Luerlok tip (2each).
7. Micro syringe - 10, 25, 100 ul.
8. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
9. Syringe - 5 ml gas tight with shut-off valve.
10. Bottle - 15 ml screw-cap, with teflon cap liner.
11. Kuderna-Danish apparatus (K-D) [Kontes K-570000 or equivalent] with 3 ball Snyder column.
12. Water bath - heated with concentric ring cover capable of temperature control ($\pm$ 2°C). The bath should be used in a hood.
13. Chromatographic column - 10mm ID by 100mm length with teflon stopcock.
14. Reaction vial - 20 ml with teflon - lined cap.

Reagents

1. 2 - propanol - pesticide quality or equivalent
2. Stock standards - prepare stock standard solutions at a concentration of 1.0 ug/ul by dissolving 0.100 grams

of assayed reference material in pesticide quality 2-propanol and diluting to volume in a 100 ml ground glass stopped volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

3. PFB derivative reagents:
   a. Hexane and toluene - pesticide quality or equivalent
   b. Sodium sulfate - (ACS) granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hours in a shallow tray).
   c. Potassium carbonate - (ACS) powdered.
   d. Silica gel - (ACS) 100/200 mesh, grade 923; activated at 130°C and stored in a dessicator.
   e. Pentafluorobenzyl bromide - 97% minimum purity.
   f. 1,4,7,10,13,16-Hexaoxacylooctadecane (18 crown 6) - 98% minimum purity.

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in 2-propanol that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those in the "procedure section." By injecting secondary standards adjust the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound being analyzed for to a sensitivity of $\leq$ 1 ug (2X background).

Quality Control

1. Before processing any samples the analyst should demonstrate through the analysis of an organic - free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.
3. The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of this method in dealing with each sample matrix by spiking each sample with known amounts of the compounds the waste is being analyzed for and using these spiked samples readjust the sensitivity of the instrument such that 1 ug/gm of sample can be readily detected (see Quality Control).

Flame Ionization Gas Chromatography Procedure

1. Assemble gas chromatograph with column 1 and Flame Ionization Detector (apparatus section).
2. Set nitrogen carrier gas at 30 ml/min flow rate.
3. Set column temperature at 80°C at injection and program to immediately rise at 8°C/min to 150°C.

Derivatization and Electron Capture Gas Chromatography Procedure

1. Pipet a 1.0 ml aliquot of the 2-propanol solution of standard or sample extract into a glass reaction vial. Add 1.0 ml derivatization reagent. This is a sufficient amount of reagent to derivatize a solution whose total phenolic content does not exceed 0.3 mg/ml.
2. Add about 3 mg of potassium carbonate to the solution and shake gently.
3. Cap the mixture and heat for 4 hours at 80°C in a hot water bath.
4. Remove the solution from the hot water bath and allow it to cool.
5. Add 10 ml hexane to the reaction vial and shake vigorously for one minute. Add 3.0 ml of distilled deionized water to the reaction vial and shake for two minutes.
6. Decant organic layer into a concentrator tube and cap with a glass stopper.
7. Pack a 10mm ID chromatographic column with 4.0 grams of activated silica gel. After settling the silica gel by tapping the column, add about two grams of anhydrous sodium sulfate to the top.
8. Pre-elute the column with 6 ml hexane. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air pipet onto the column 2.0 ml of the hexane solution that contains the derivatized sample or standard. Elute the column with 10.0 ml of hexane (Fraction 1) and discard

this fraction. Elute the column, in order with 10.0 ml 15% toluene in hexane (Fraction 2), 10.0 ml 40% toluene in hexane (Fraction 3), 10.0 ml 75% toluene in hexane (Fraction 4), and 10.0 ml 15% 2-propanol in toluene (Fraction 5). Elution patterns for the phenolic derivatives are shown in Table 8.04-2 Fractions may be combined as desired depending upon the specific phenols of interest or level of interferences. Collect the fractions in appropriate sized K-D apparatus and concentrate each fraction to 10 ml.

9. Assemble gas chromatograph with column 2 and HSD (apparatus section).
10. Using 5% methane/95% argon as the carrier gas adjust flow to 30 ml/min.
11. Set column temperature at 200°C.
12. Inject 2-5ml of the appropriate fraction using the solvent - flush technique. Smaller (1.0 ml) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record volume injected to the nearest 0.05 ml and the resulting peak size in area units. If the peak area exceeds the linear range of the system dilute the extract and reanalyze.

Calibrate the system immediately prior to conducting any analyses and recheck as in Quality Control for each type of waste. Calibration should be done no less frequently than at the beginning and end of each session.

Calculations

1. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2X background is noted, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm.
2. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.
3. If one desires to determine the actual concentration of the compound in the waste, the method of standard addition should be used.

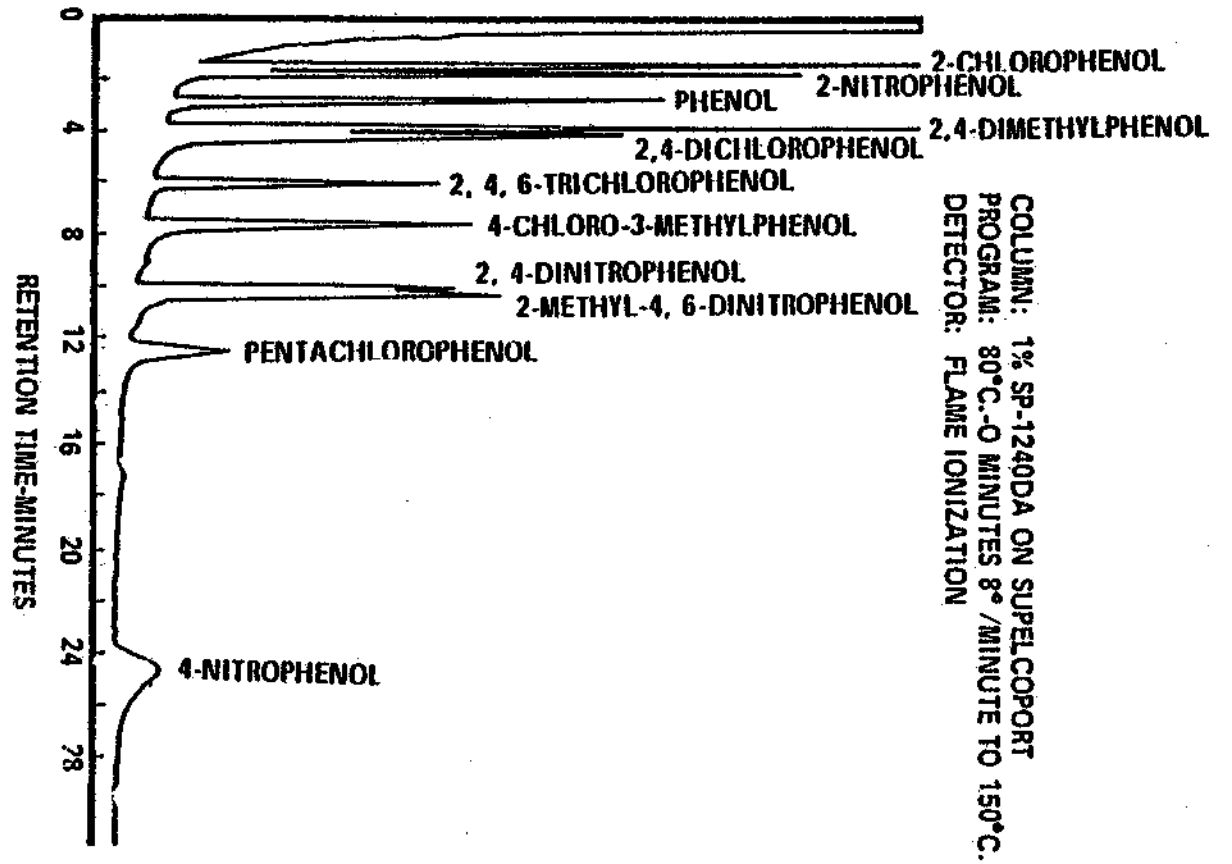


Figure 8.04-1
GAS CHROMATOGRAM OF PHENOLS

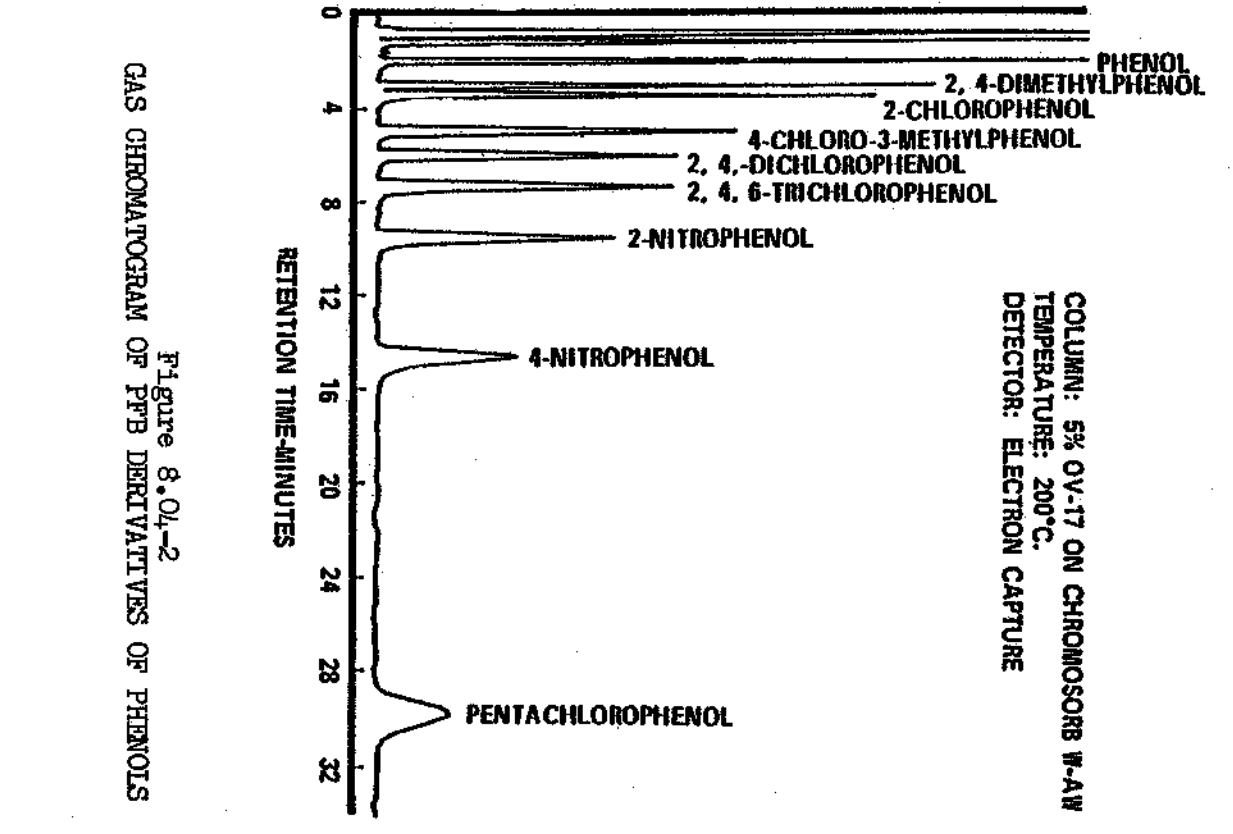


Figure 8.04-2
GAS CHROMATOGRAM OF PFB DERIVATIVES OF PHENOLS

Table 8.04-1

FLAME IONIZATION GAS CHROMATOGRAPHY OF PHENOLS

Compounds	Retention Time* (minutes)
2-Chlorophenol	1.70
Cresol(s)	
Cresylic acid	
2,4-Dimethylphenol	4.03
4,6-Dinitro-O-cresol	
4-Nitrophenol	24.25
Pentachlorophenol	12.42
Phenol	3.01
Tetrachlorophenol	
2,4,6-Trichlorophenol	6.05

*Column 1

Table 8.04-2

ELECTRON CAPTURE GAS CHROMATOGRAPHY OF PFB DERIVATIVES

Parent compound	Retention time (minutes)*	Recovery percent by fraction				
		1	2	3	4	5
2-Chlorophenol	3.3			90	>1	
Phenol	1.8			90	10	
2,4-Dimethyphenol	2.9			95	7	
2,4,6-Trichlorophenol	7.0		50	50		
Pentachlorophenol	28.8		75	20		
4-Nitrophenol	14.0				>1	90

Retention times included for qualitative information only. The lack of accuracy and precision of the derivatization reaction precludes the use of this approach for quantitative purposes.

*Column 2

Method 8.06

GAS CHROMATOGRAPHY GENERAL METHOD FOR EXTRACTABLE ORGANICS

Scope and Application

This is a general gas chromatographic method suitable for the determination of the presence of the following compounds in RCRA materials:

Formic acid

Heptachlor

Hexachlorethane

Hexachloracyclopentadiene

Maleic anhydride

Naphthoquinone

Phosphorodithioic acid esters

Phthalic anhydride

2-Picoline

Pyridine

Toluene Diisocyanate(s)

Prior to using this method waste samples should be prepared for chromatography (if necessary) using the appropriate sample preparation method (e.g., shake out, soxhlet extraction, sonication).

Summary of Method

Chromatographic conditions are described which allow for the measurement of the presence of the compounds in the extract at levels sufficient to determine the presence of the compounds in the original waste at a concentration of 1 ug/gram.

If interferences are encountered during chromatography the method provides a general purpose cleanup procedure to aid the analyst.

Precaution

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baseline causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials should be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks in order to prevent difficulties during the analysis. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required to eliminate interferences.

Interfering substances coextracted from the sample will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the waste being sampled. While general cleanup techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup approaches to achieve the sensitivities required.

Phthalate esters contaminate many types of products commonly found in the laboratory. The analyst should demonstrate that no phthalate residues contaminate the sample or solvent extract under the conditions of the analysis before deciding that the compound being analyzed for is actually present. Of particular importance is the avoidance of plactics such as polyvinyl chloride because phthalates are commonly used as plasticizers and are easily extracted.

Apparatus

1. Vial with cap - 40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105°C before use.
2. Septum - teflon - forced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash, rinse with tap and distilled dionized water, and dry at 105°C for one hour before.
   Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories, including Halogen Specific or Flame Ionization Detector, column supplies, recorder and gases. A data system for measuring peak area is recommended.
3. Supelcoport 100/120 mesh, coated with 1.5% SP-2250 + 1.95% SP-2401 in a 180 cm long x 4 mm ID glass column (column 1) or Supelcoport, 100/120 mesh, coated with 3% OV-1 in a 180 cm long x 4 mm ID glass column (column 2).
4. Syringes - 5 ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).
5. Micro syringe - 10, 25, 100 ul.
6. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
7. Syringe - 5 ml gas-tight with shut-off valve.
8. Bottle - 15 ml screw-cap, with teflon cap liner.
9. Drying column - 20 mm ID pyrex chromatograph column with coarse frit.
10. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus equipped with the appropriate Synder columns [Kontes K-570000 or equivalent].
11. Boiling chips - solvent extracted, approximately 10/40 mesh.

12. Water Bath - heated, with concentrating cover, capable of temperature control (2°C). The bath should be used in a hood.
13. Chromatography column-300 mm long x 10 mm ID with coarse fritted disc at bottom and Teflon stopcock. (Kontes K-420540-0213 or equivalent).

Reagents

1. Sodium sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hours in a shallow tray).
2. Stock standards - Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 ug/ul by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality iso-octane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.
3. Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass if necessary. Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Boulevard, Elmsford, N.Y. 10523.) Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips. After cleanup, 20 ml ethyl alcohol preservative must be added to each liter of ether.

4. Florisil - PR grade (60/200 mesh); purchase activated at 1250°F and store in dark in glass container with ground glass stoppers or foil-lined screw caps.
5. Hexane - Pesticide Quality

Calibration

1. Prepare calibration standards that contain the compounds of interest either singly or mixed together.
2. Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in the Gas Chromatography section. By injecting calibration standards, adjust the sensitivity of the detector and the analytical system for each compound being analyzed for so as to detect $\leq$ 1 ug of the compound.
3. Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to determine elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

Quality Control

1. Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination. The blank samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.

2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technque. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the sensitivity and accuracy of the analysis. If the fortified samples do not indicate sufficient sensitivity to detect $\leq$ 1 ug of the compound per gm of sample then the sensitivity of the instrument should be increased or the sample should be subjected to additional clean up. The fortified samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

Cleanup

1. If the entire extract is to be cleaned up to remove interferences it must first be concentrated to about 2 ml:

   a. To the K-D apparatus, add a clean boiling chip and attach a two-ball micro-Snyder column. Prewet the column by adding about 0.5 ml hexane through the top. Place the K-D apparatus on a hot water bath (80°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 5-10 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the volume of

liquid reaches about 0.5 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Synyder column and rinse its lower joint into the concentration tube with 0.2 ml of hexane.

2. Florisil Column Clean-up

In order to employ the Florisil column cleanup procedure the analyst will have to determine using standards the elution pattern of each compound to be analyzed for. Once this has been done the following procedure can be followed to effect cleanup of the sample.

a. Place 100 g of Florisil into a 500 ml beaker and heat for approximately 16 hours at 400°C. After heating transfer to a 500 ml reagent bottle. Tightly seal and cool to room temperature. When cool add 3 ml of distilled water which is free of phthalates and interferences. Mix thoroughly by shaking or rolling for 10 minutes and let it stand for at least 2 hours. Keep the bottle sealed tightly.

b. Place 10g of this Florisil preparation into a 10 mm ID chromatography column and tap the column to settle the Florisil. Add 1 cm of anhydrous sodium sulfate to the top of the Florisil.

c. Preelute the column with 40 ml of hexane. Discard this eluate and, just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, transfer the sample onto the column using an additional 2 ml of hexane to complete the transfer.

d. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air add 40 ml hexane and continue the elution at the rate of 2 ml/minute. This eluate is Fraction 1. Concentrate the fraction by standard K-D technque. No solvent exchange is necessary. After concentration and cooling, transfer the 10 ml volumetric flask, dilute to 10 ml and analyze by gas chromatography.

e. Next elute the Florisil with 100 ml of 5 percent ethyl ether/95% hexane (v/v) and concentrate as in step d. [Fraction 2].

f. Next, elute with 100 ml of 15% ethyl ether/85% hexane (v/v) and concentrate Fraction 3 as in step d.

g. Elute with 100 ml of 50% ethyl ether/50% hexane (v/v), and concentrate, Fraction 4 as in step d.

h. Finally, elute with 100 ml of ethyl ether, and concentrate, Fraction 5 as in step d.

Gas Chromatography

1. Assemble gas chromatograph with either Column 1 or 2 (see Apparatus).

Column 1 (Supelcoport 100/120 with 1.5% SP 2250 + 1.95% SP 2401)

a. Set carrier gas at 60 ml/minute flow rate.

b. Column temperatures will vary from 180°C to 220°C depending on the compound.

Column 2 (Supelcoport 100/120 with 3% OV-1)

a. Set carrier gas at 60 ml/min flow rate.

b. Column temperature will vary from 200°C to 220°C depending on the compound.

2. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with calibration standards.
3. Inject 2-5 ul of the sample extract or appropriate Florisil eluate using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ul, and the resulting peak size, in area units.
4. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the method sensitivity is $\leq$ 1 ug of compound per gm of sample.
5. If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

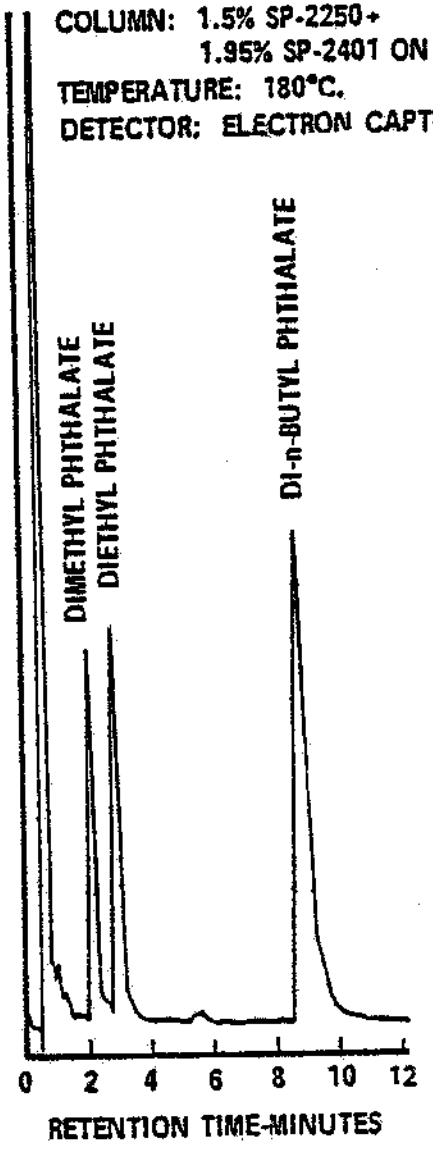


Figure 8.06-1
GAS CHROMATOGRAM OF PHTHALATES

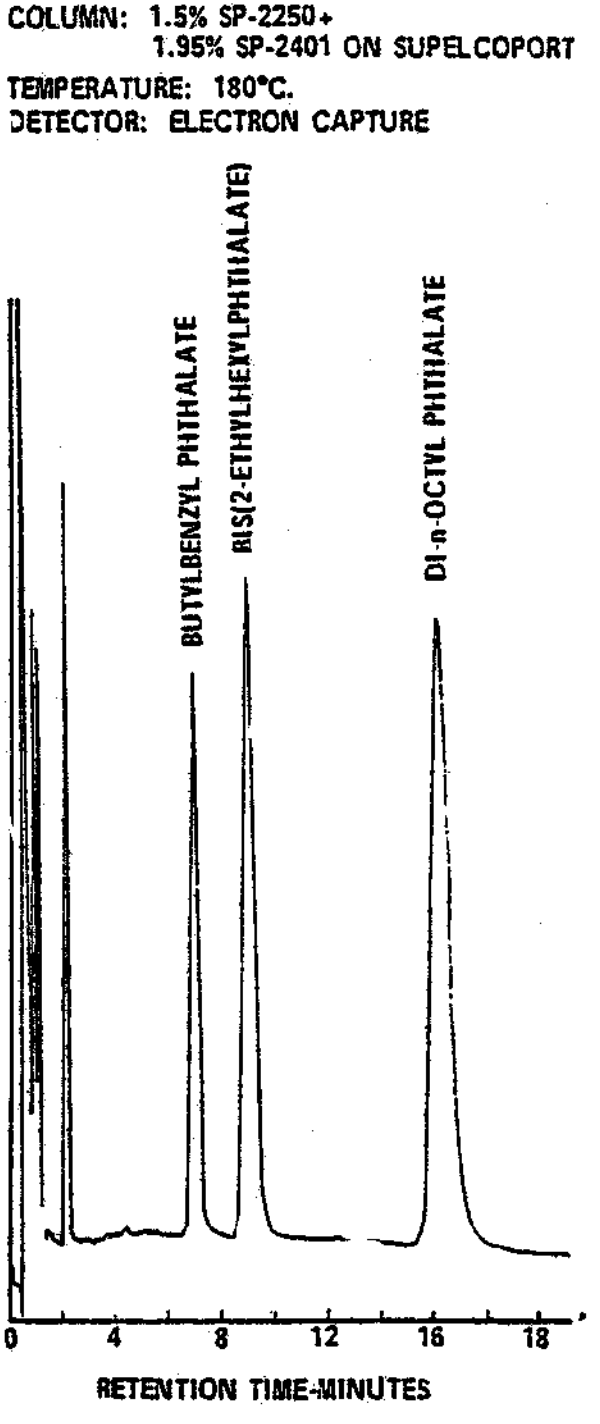


Figure 8.06-2
GAS CHROMATOGRAM OF PHTHALATES

Method 8.08

GC METHOD FOR ORGANOCHLORINE PESTICIDES AND PCB's

Scope and Application

This method covers the determination of certain organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls (PCB's). The following compounds may be determined by this method:

Chlordane

Chlorinated biphenyls

Endrin

Heptachlor

Lindane

Methoxychlor

Toxaphene

Summary of Method

Prior to using this method, the waste samples should be prepared for chromatography (if necessary) using the appropriate sample preparation method (i.e. shake out, sonication, or soxhlet extraction). This method provides chromatographic conditions for the detection of $\geq$ 1 mg/l of the compounds in the extract.

If interferences are encountered, the method provides a selected general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

Interferences

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these

materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the waste being sampled. While a general cleanup technique is provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup.

Glassware must be scrupulously clean. Clean all glassware as soon as possible after use by rinsing with the last solvent used. This should be followed by detergent washing in hot water. Rinse with tap water, distilled water, acetone and finally pesticide quality hexane. Heavily contaminated glassware may require treatment in a muffle furnace at 400°C for 15 to 30 minutes. Some high boiling materials, such as PCBs, may not be eliminated by this treatment. Volumetric ware should not be heated in a muffle furnace. Glassware should be sealed/stored in a clean environment immediately after drying or cooling to prevent any accumulation of dust or other contaminants. Store inverted or capped with aluminum foil.

Interferences by phthalate esters can pose a major problem in pesticide analysis. These materials elute in the 15% and 50% fractions of the Florisil cleanup. They usually can be minimized by avoiding contact with any plastic materials. The contamination from phthalate esters can be completely eliminated with the use of a microcoulometric or electrolytic conductivity detector.

Apparatus

1. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus, equipped with a 3 ball Snyder column (Kontes K-570000 or equivalent).
2. Boiling chips--extracted with extraction solvent, approximately 10/40 mesh.
3. Water bath, heated, with concentric ring cover, capable of temperature control ($\pm 2^{\circ}C$). The bath should be used in a hood.
4. Gas chromatograph--Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required acessories including electron capture or halogen specific detector, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.
5. Chromatographic column-Pyrex, 400 mm X 25 mm OD, with coarse fritted plate and Teflon stopcock (Kontes K-42054-213 or equivalent).

Reagents

1. Methylene chloride-Pesticide quality or equivalent.
2. Sodium Sulfate (ACS) Granular anhydrous (purified by heating at $400^{\circ}C$ for 4 hrs. in a shallow tray).
3. Stock standards--Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.0 ug/ul by dissolving 0.100 grams of reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. Store the solution in a refrigerator. Check stock solutions frequently for signs

of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

4. Mercury, triple distilled.
5. Hexane, pesticide residue analysis grade.
6. Isooctane (2,2,4-trimethyl pentane), pesticide residue analysis grade.
7. Acetone, pesticide residue analysis grade.
8. Diethyl ether, Nanograde, redistilled in glass if necessary. Must be free of peroxides as indcated by EM Quant Test Strips (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd, Elmsford, N.Y., 10523).
9. Florisil, PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in glass containers with glass stoppers or foil lined screw caps. Before use activate each batch at least 16 hours at 130°C in foil covered glass container.

Calibration

1. Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 8.08-1. By injecting calibration standards, adjust the sensitivity of the detector and of the analytical system for each compound being analyzed for so as to detect $\leq$ 1 ug.
3. The cleanup procedure utilizes Florisil chromatography. Florisil from different batches or sources may vary in absorption capacity. To standardize the amount of Florisil which is used, the use of lauric acid value (Mills, 1968) is suggested.

The referenced procedure determines the adsorption from hexane solution of lauric acid (mg) per gram Florisil. The amount of Florisil to be used for each column is calculated by dividing this factor into 110 and multiplying by 20 grams.

4. Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

Quality Control

1. Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination. The blank samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the sensitivity and accuracy of the analysis. If the fortified samples do not indicate sufficient sensitivity to detect $\leq$ 1 ug/gm of sample then the sensitivity of the instrument should be increased or the extract subjected to additional cleanup. The fortified samples should be carried through all stages of the sample

preparation and measurement steps. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

Cleanup and Separation

Cleanup procedures are used to extend the sensitivity of a method by minimizing or eliminating interferences that mask or otherwise disfigure the gas chromatographic response to the pesticides and PCB's. The Florisil column allows for a select fractionation of the compounds and will eliminate polar materials. Elemental sulfur interferes with the electron capture gas chromatography of certain pesticides but can be removed by the techniques described below.

Florisil Column Cleanup:

1. Add a weight of Florisil, (nominally 21g,) predetermined by calibration to a chromatographic column. Settle the Florisil by tapping the column. Add sodium sulfate to the top of the Florisil to form a layer 1-2 cm deep. Add 60 ml of hexane to wet and rinse the sodium sulfate and Florisil. Just prior to exposure of the sodium sulfate to air, stop the elution of the hexane by closing the stopcock on the chromatography column. Discard the eluate.
2. Adjust the sample extract volume to 10 ml and transfer it from the K-D concentrator tube to the Florisil column. Rinse the tube twice with 1-2 ml hexane, adding each rinse to the column.
3. Place a 500 ml K-D flask and clean concentrator tube under the chromatography column. Drain the column into the flask until the sodium sulfate layer is nearly exposed. Elute the column

with 200 ml of 6% ethyl ether in hexane (Fraction 1) using a drip rate of about 5 ml/min. Remove the K-D flask and set aside for later concentration.

4. Elute the column again, using 200 ml of 15% ethyl ether in hexane (Fraction 2), into a second K-D flask. Perform the third elution using 200 ml of 50% ethyl in hexane (Fraction 3). The elution patterns for the pesticides and PCB's are shown in Table 8.08-2.
5. Concentrate the eluates by standard K-D techniques, substituting hexane for the glassware rinses and using the water bath at about 85°C. Adjust final volume to 10 ml with hexane. Analyze by gas chromatography.
6. Elemental sulfur will usually elute entirely in Fraction 1. To remove sulfur interference from this fraction or the original extract, pipet 1.00 ml of the concentrated extract into a clean concentrator tube or Teflon-sealed vial. Add 1-3 drops of mercury and seal. Agitate the contents of the vial for 15-30 seconds. Place the vial in an upright position on a reciprocal laboratory shaker for 2 hours. Analyze by gas chromatography.

Gas Chromatography

Table 8.08.1 summarizes some recommended gas chromatographic column materials, operating conditions for the instrument, and some estimated retention times. Examples of the separations achieved by these columns are shown in Figures 8.08-1 through 8.08-10. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with the

compound of interest in order to insure a sensitivity of $\leq$ 1 ug/gm of original waste tested.

1. Inject 2-5 ul of the sample extract using the solvent flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ul, and the resulting peak size, in area units.
2. If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze. If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.
3. If detectable amounts of the compounds of interest are detected the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different from that of the listed waste.

Bibliography

1. Mills, P.A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Absorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns," Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 51, 29(1968).

Table 8.08.1

GAS CHROMATOGRAPHY OF PESTICIDES AND PCB's

Compound	Retention zone (min) Col. 1[1]	Col. 2[2]
Chlordane	(3)	(3)
Endrin	6.55	8.10
Lindane		
Toxaphene	(3)	(3)
PCB-1016	(3)	(3)
PCB-1221	(3)	(3)
PCB-1232	(3)	(3)
PCB-1242	(3)	(3)
PCB-1248	(3)	(3)
PCB-1254	(3)	(3)
PCB-1260	(3)	(3)

1. Supelcoport 100/120 mesh, coated with 1.5% SP-2250/1.95% SP-2401 packed in a 180 cm long x 4 mm ID glass column with 5% Methane/95% Argon carrier gas at 60 ml/minute flow rate. Column temperature is 200°C.

2. Supelcoport 100/120 mesh, coated with 3% OV-1 in a 180 cm long x 4 mm ID glass column with 5% Methane/95% Argon carrier gas at 60 ml/minute flow rate. Column temperature is 200°C.

3. Multiple peak response. See Figures 8.08-2 through 8.08-10.

Table 8.08.2

DISTRIBUTION AND RECOVERY OF CHLORINATED PESTICIDES AND PCBs USING FLORISIL COLUMN CHROMATOGRAPHY

Compound	Recovery (percent) by fraction		
	6% ethyl ether	15% ethyl ether	50% ethyl ether
Chlordane	100		
Endrin	4	96	
Toxaphene	96		
PCB-1016	97		
PCB-1221	97		
PCB-1232	95	4	
PCB-1242	97		
PCB-1248	103		
PCB-1254	90		
PCB-1260	95		

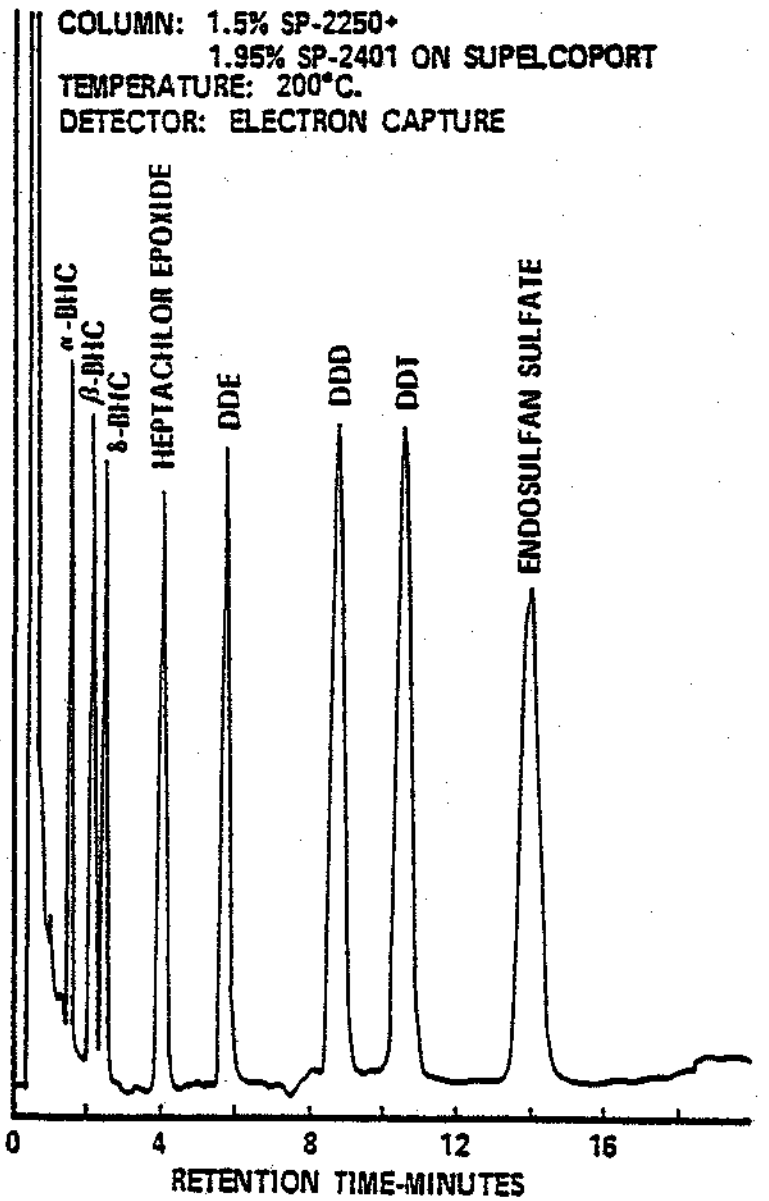


Figure 8.08-1
GAS CHROMATOGRAM OF PESTICIDES

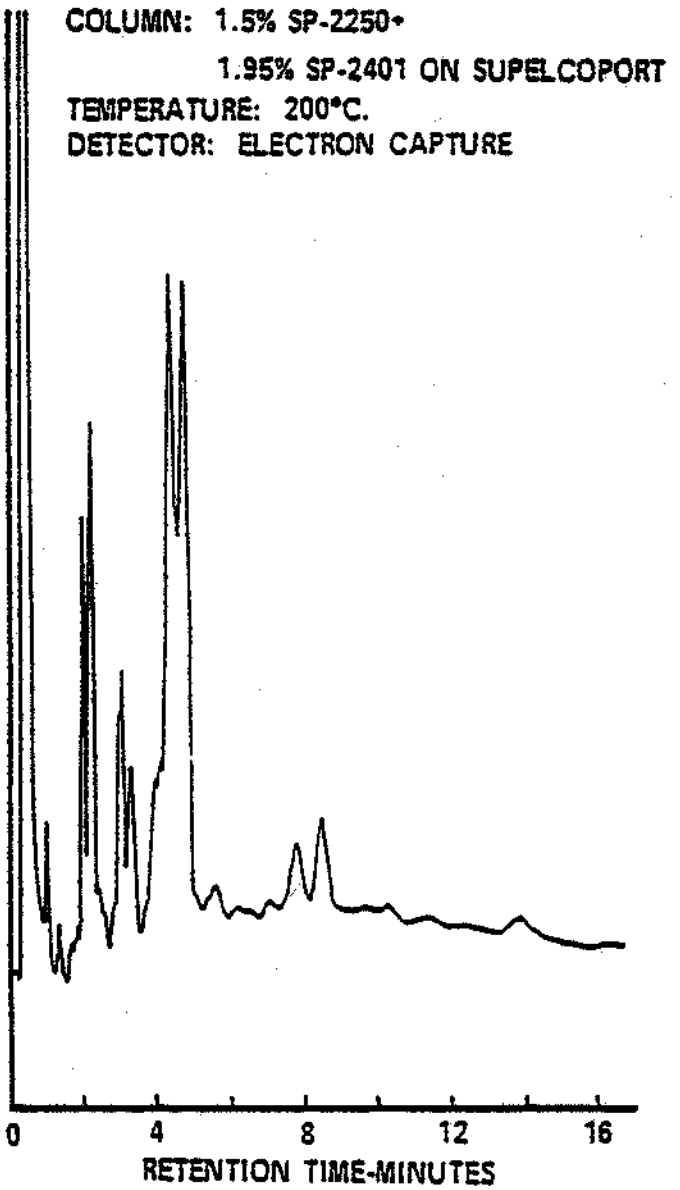


Figure 8.08-2
GAS CHROMATOGRAM OF CHLORDANE

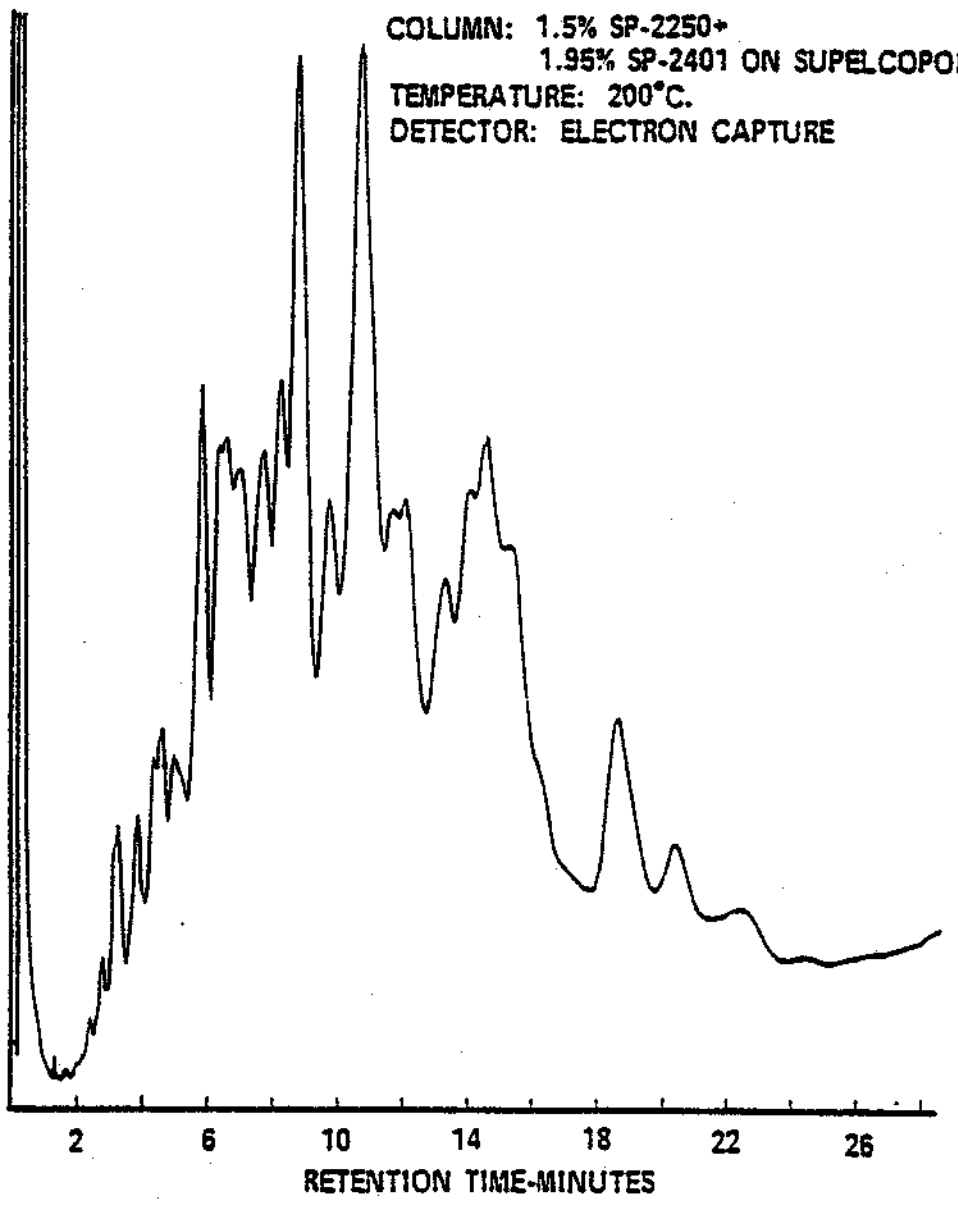


Figure 8.08-3
GAS CHROMATOGRAM OF TOXAPHENE

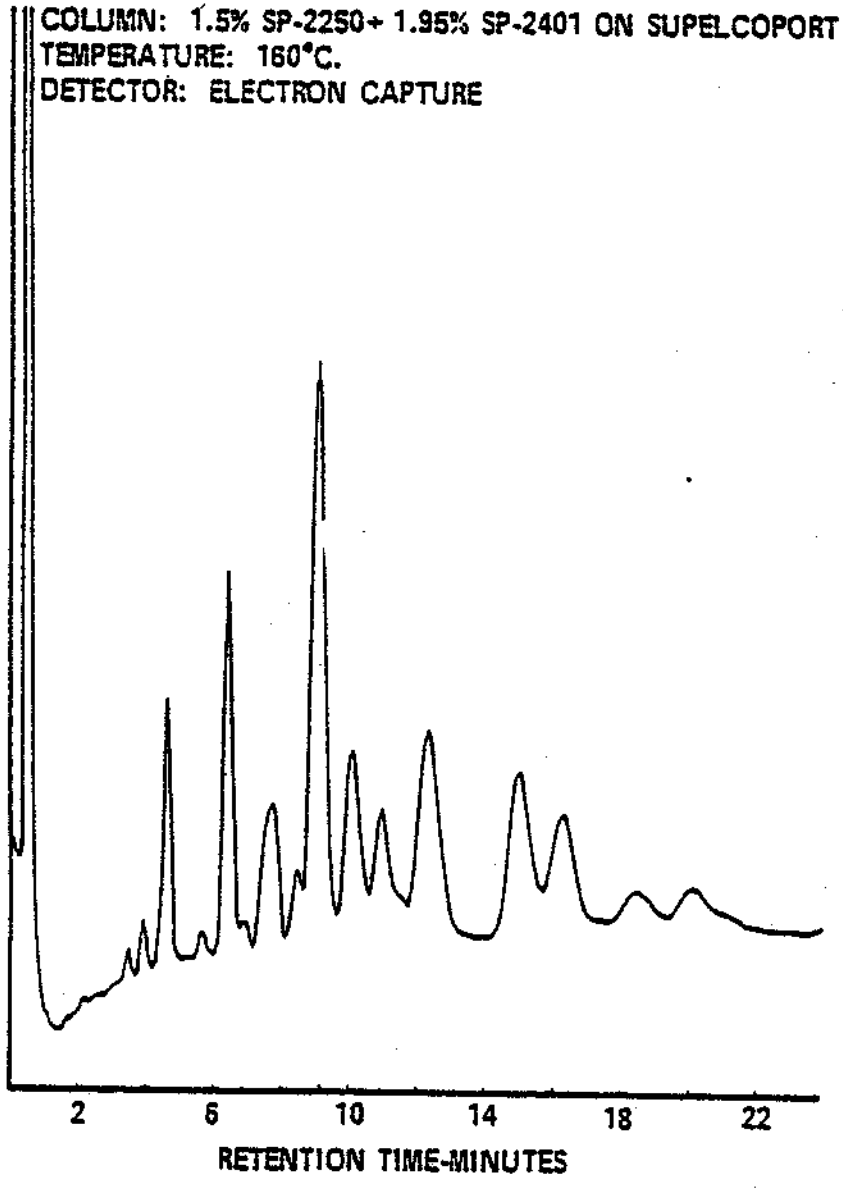


Figure 8.08-4
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1016

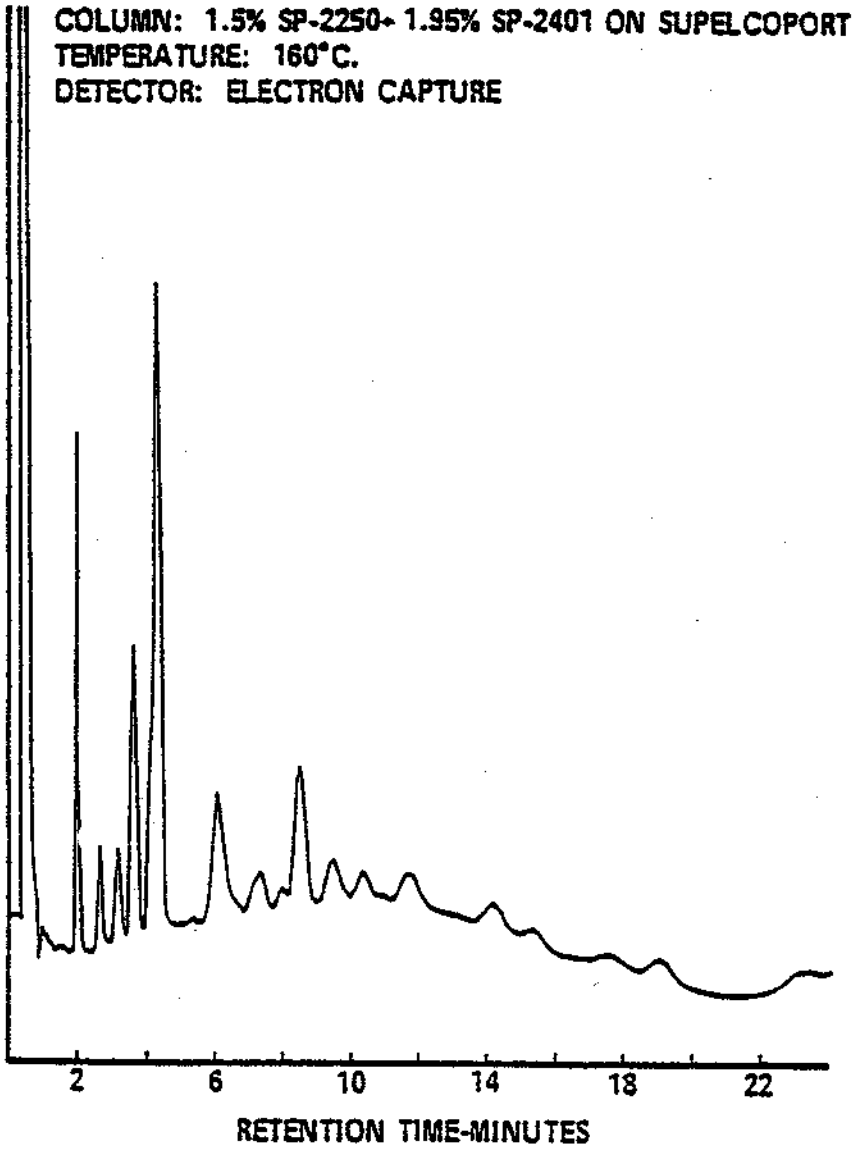


Figure 8.08-5
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1221

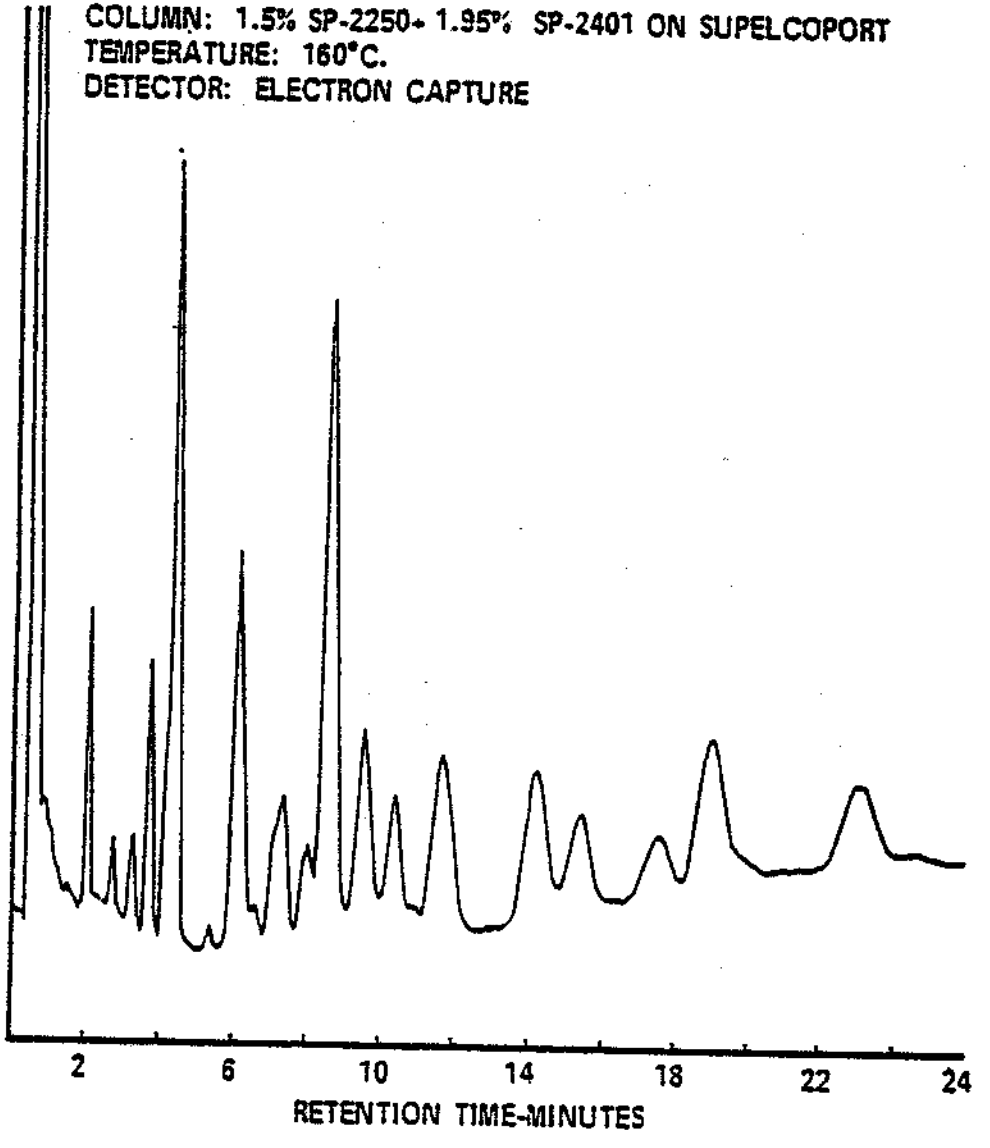


Figure 8.08-6
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1232

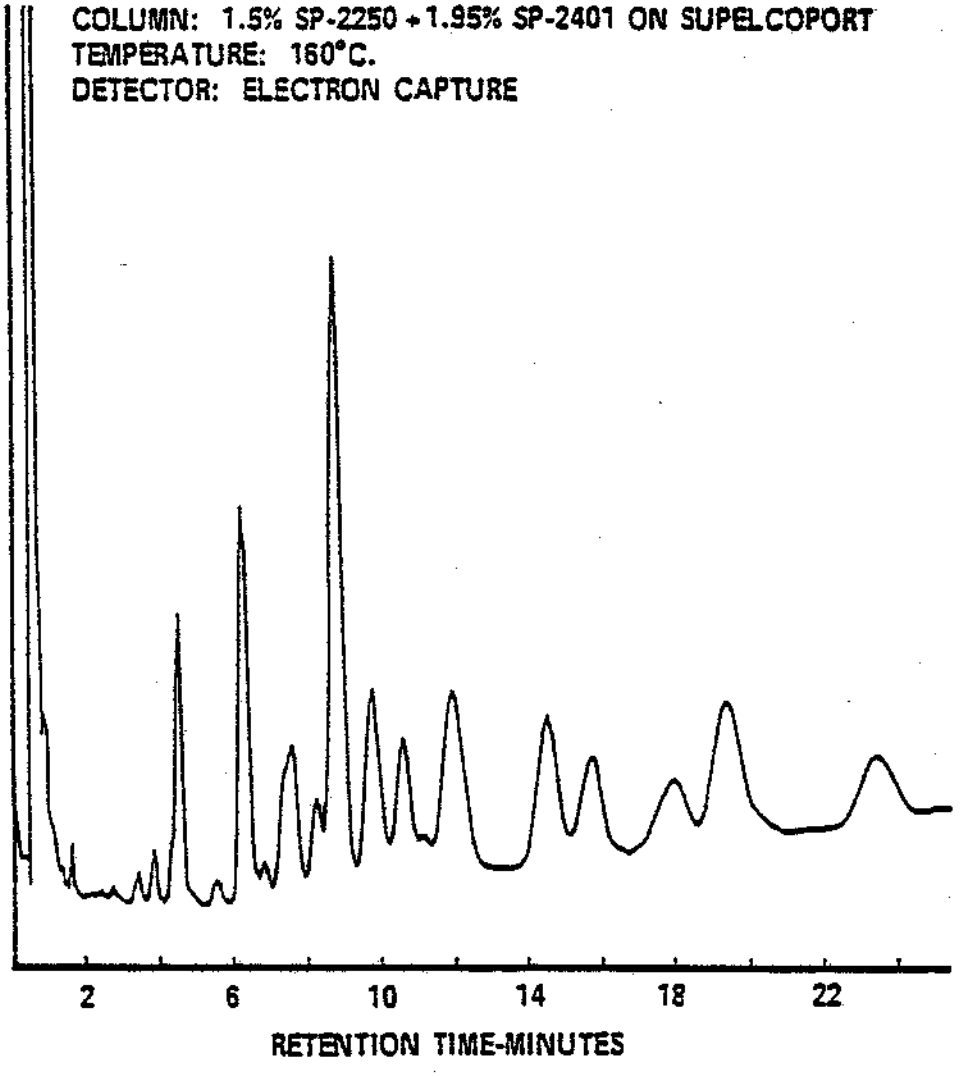


Figure 8.08-7
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1242

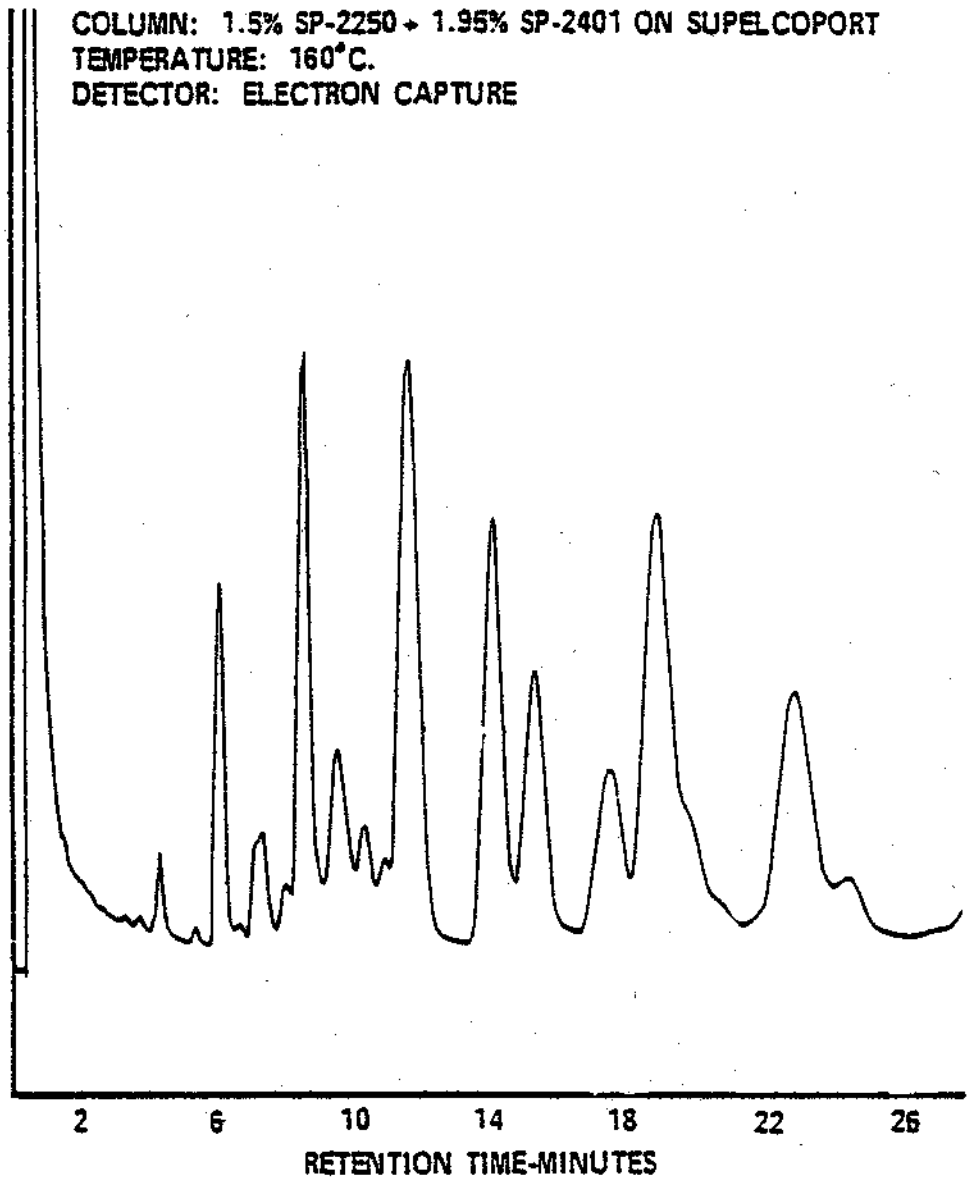


Figure 8.08-8
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1248

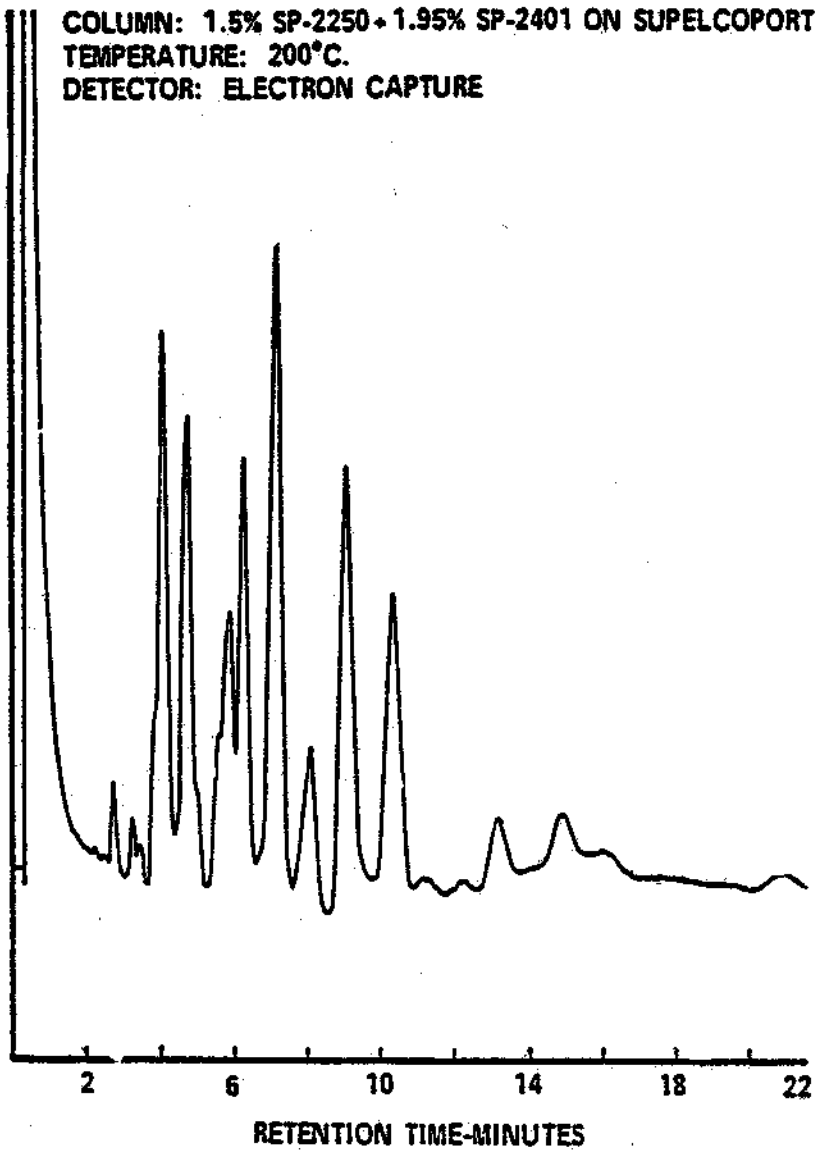


Figure 8.08-9
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1254

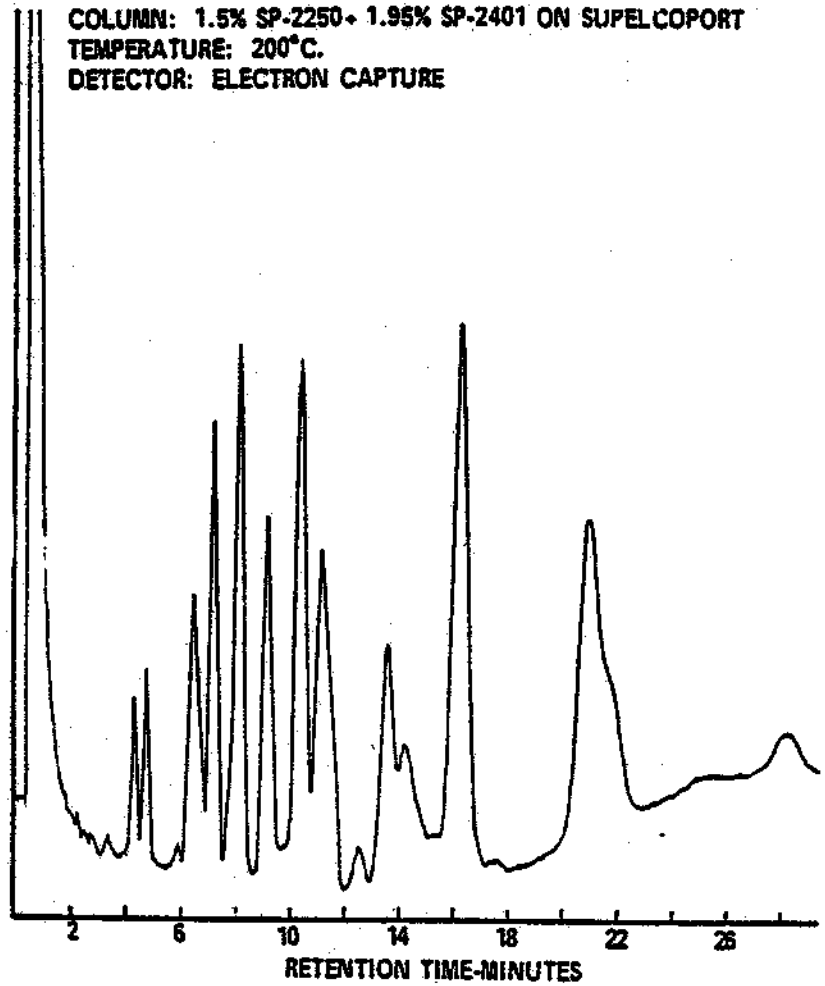


Figure 8.08-10
GAS CHROMATOGRAM OF PCB-1260

Method 8.09

GC METHOD FOR SEMIVOLATILE AROMATICS AND PHOSPHORODITHIOIC ACID ESTERS

Scope and Application

This method covers the determination of the following compounds:

Compounds	Detector
Dinitrobenzene	FID
2,4-Dinitrotoluene	ECD
Naphthoquinone	FID
Nitrobenzene	FID
Phosphorodithioic acid esters	FID
Phthalic anhydride	FID
2-Picoline	FID
Pyridine	FID

Prior to using this method, the waste samples should be prepared for chromatography, if necessary, using the appropriate sample preparation method (i.e. shake out, sonication, or soxhlet extraction). This method provides gas chromatographic techniques for measurement of the compound(s) of interest. Flame ionization or electron capture detection may be used, depending on the compound(s) of interest.

Summary of Method

If interferences are encountered the method provides a general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

Interferences

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the waste being sampled. While general cleanup techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup.

Apparatus

1. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus including:
   a. Concentrator tube-10ml. graduated (Kontes K-570050-1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.
   b. Evaporative flask-500 ml (Kontes K-57001-0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K503000-0121 or equivalent).
   c. Snyder column-three-ball macro (Kontes K503000-0121 or equivalent).
   d. Snyder column-two ball micro (Kontes K-569001-0219 or equivalent).

2. Boiling chips - solvent extracted, approximately 10/40 mesh.
3. Water bath - heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2°C). The bath should be used in a hood.
4. Gas chromatograph - Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including both electron capture and flame ionization detectors, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.
5. Chromatography column - 400 mm long x 10 mm ID, with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock.

Reagents

1. Methylene chloride - Pesticide quality or equivalent.
2. Sodium sulfate - (ACS) Granular anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).
3. Stock standards - prepare stock standard solutions at a concentration of 1.0 ug/ul by dissolving 0.100 grams of reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

4. Acetone, hexane, methanol, toluene - pesticide quality or equivalent.
5. Florisil-PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in glass containers with glass stoppers or foil lined screw caps. Before use, activate each batch overnight at 200°C in glass containers loosely covered with foil.

Calibration

Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.

Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 8.09-1. By injecting calibration standards adjust sensitivity of the detector and the analytical system for each compound being analyzed for so as to detect $\leq$ 1 ug.

Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

Quality Control

Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination. The blank samples

should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.

Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the precision and accuracy of the analysis. If the fortified samples do not indicate sufficient sensitivity to detect $\leq$ 1 ug/gram of sample, the sensitivity of the instrument should be increased or the sample subjected to additional clean up. The fortified samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

Cleanup and Separation

1. Prepare a slurry of 10g of activated Florisil in 10% methylene chloride in hexane (V/V). Use it to pack a 10 mm chromatography column gently tapping the column to settle the Florisil. Add 1 cm anhydrous sodium sulfate to the top of the Florisil.
2. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, transfer the 1 ml sample extract onto the column using an additional 2 ml of toluene to complete the transfer.

3. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, add 30 ml 10% methylene chloride in hexane and continue the elution. Elution should be at a rate of about 2 ml per minute. Discard the eluate from this fraction.
4. Next elute the column with 30 ml of 10% acetone/90% methylene chloride (V/V) into a 500 ml K-D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Concentrate the collected fraction by the K-D technique described in Method 9.01 including the solvent exchange into 1 ml toluene. This fraction should contain the compounds of interest.
5. Analyze by gas chromatography.

Gas Chromatography

1. Dinitrotoluene is analyzed by a separate injection into an electron capture gas chromatograph. The other compounds covered by this method are analyzed by injection of a portion of the extract into a gas chromatograph with a flame ionization detector. Table 8.09-1 summarizes some recommended chromatographic column materials and operating conditions for the instruments. Included in this table are estimated retention times. Examples of the separations achieved by the primary column are shown in Figures 8.09-1 and 8.09-2. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with each of the compounds of interest.
2. Inject 2-5 ul of the sample extract using the solvent flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed.

3. If a response for the contaminant being analyzed is greater than 2X background, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$1 ug/gm of sample.

Table 8.09-1

GAS CHROMATOGRAPHY RETENTION TIMES

Compound	Retention time (min)	
	Column A	Column B
Nitrobenzene	3.31	4.31
2,4-Dinitrotoluene	5.35	6.54
2,6-Dinitrotoluene	3.52	4.75

A. Gas-Chrom Q, 80/100 mesh, coated with 1.95% OF-1/1.5% OV-17 packed in a 4' x 1/4" OD. glass column. FID analysis requires nitrogen gas at 44 ml/minute and 85°C column temperature. EDC analysis requires 10% Methane/90% argon carrier gas at 44 ml/minute flow rate and 145°C column temperature.

B. Gas-Chrom Q, 80/100 mesh, coated with 3% OV-101 packed in a 10' x 1/4" OD glass column. FID analysis requires nitrogen carrier gas at 44 ml/minute flow rate and 100°C column temperature. ECD analysis requires 10% methane/90% argon carrier gas at 44 ml/minute flow rate and 150°C column temperature.

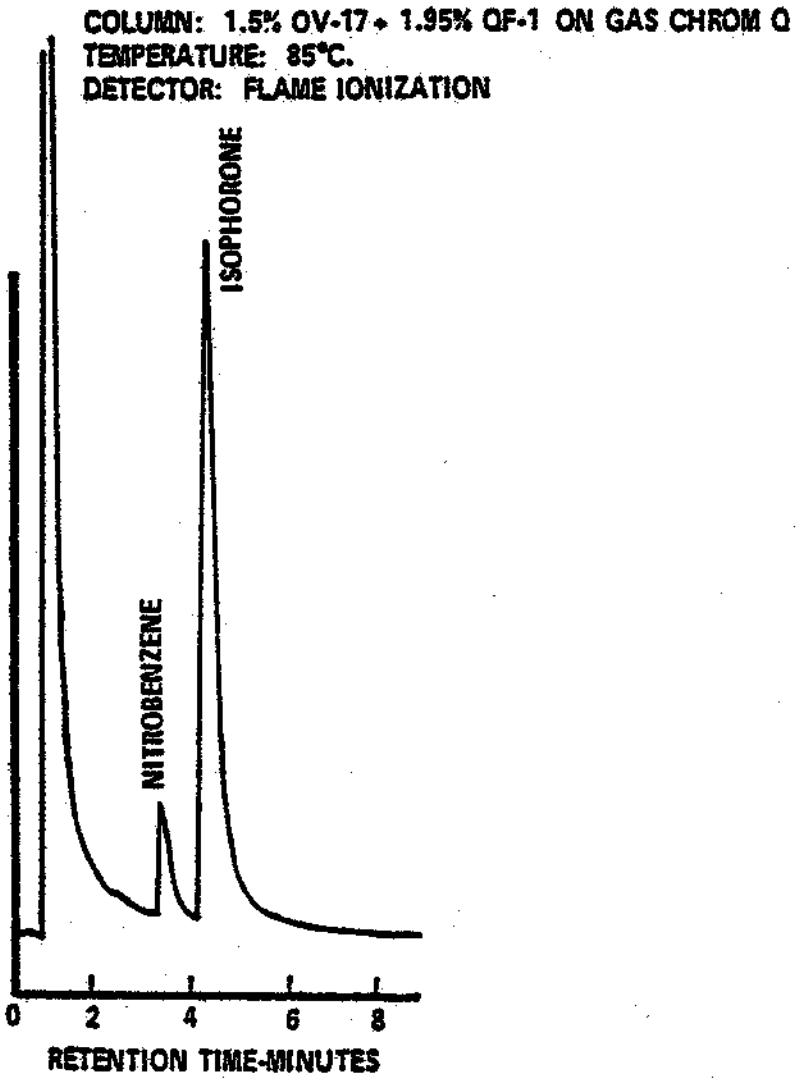


Figure 8.09-1
GAS CHROMATOGRAM OF NITROBENZENE AND ISOPROPANE

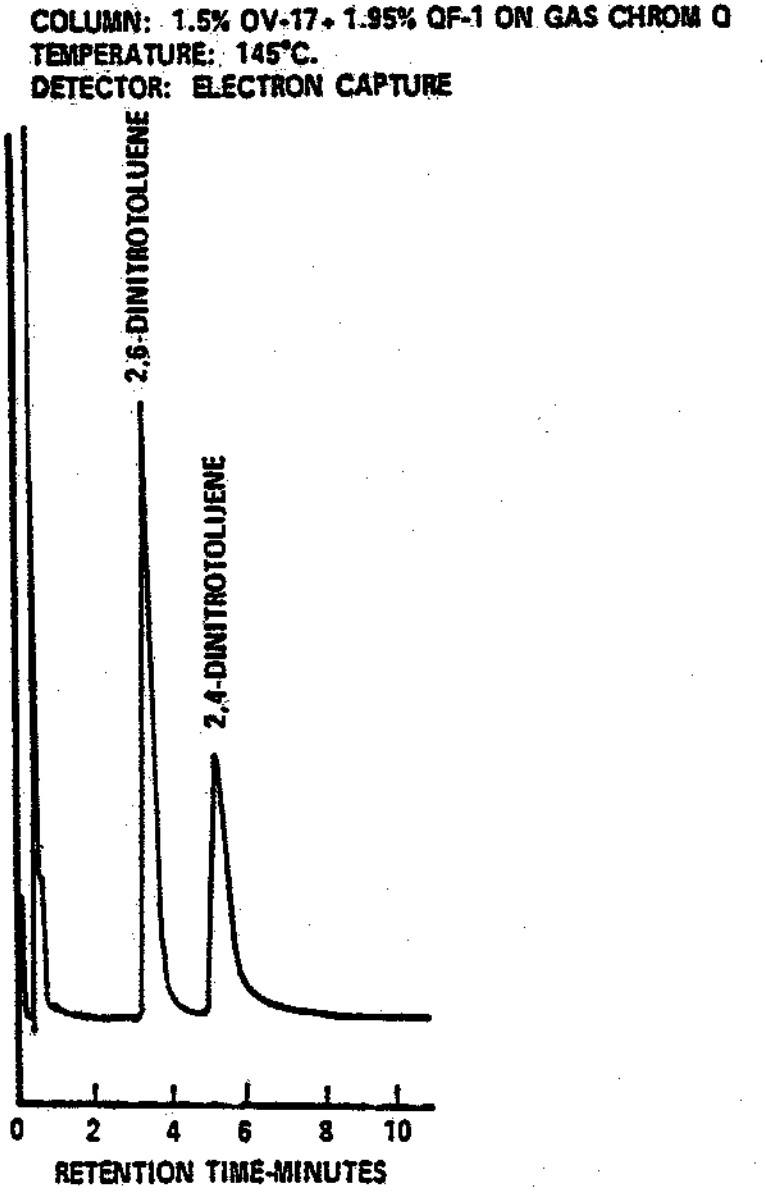


Figure 8.09-2
GAS CHROMATOGRAM OF DINITROTOLUENES

Method 8.10

GC AND HPLC METHODS FOR POLYNUCLEAR AROMATIC HYDROCARBONS

Scope and Application

This method covers the determination of certain polynuclear aromatic hydrocarbons (PAH). The following compounds may be determined by this method:

Benz(a)anthracene

Benz(b)fluoranthene

Chrysene

Creosote (Phenanthrene and Carbazole)

Naphthalene

This method contains both liquid and gas chromatographic approaches, depending upon the needs of the analyst. However, the gas chromatographic procedure cannot adequately resolve the following three pairs of compounds: Anthracene and phenanthrene; chrysene and benzo(a)anthracene; benzo(b)fluoranthene and benzo(k)-fluoranthene. If one wishes to resolve these pairs, the liquid chromatographic approach must be used for these compounds.

Summary of Method

Prior to using this method, the waste samples should be prepared for chromatography (if necessary) by using the appropriate sample preparation method (i.e., Shake Out, Sonication, or Soxhlet Extraction). This method provides chromatograpahic conditions which allow for the detection of the compounds in the extract by

either High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) or gas chromatography.

If interferences are encountered, the method provides a selected general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

Interferences

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of the chromatograms. All of these materials should be checked to insure freedom from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the waste sample. While a general clean-up technique is provided as part of this method, unique samples may require additional clean-up. The extent of interferences that may be encountered using liquid chromatographic techniques has not been fully assessed.

Apparatus

1. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus equipped with the appropriate Snyder columns [Kontes K-570000 or equivalent]
2. Boiling chips - solvent extracted, approximately 10/40 mesh.
3. Water bath - Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control ($\pm 2^{\circ}$ C). The bath should be used in a hood.
4. HPLC Apparatus:

a. Gradient pumping system, constant flow.

b. Reverse phase column, 5 micron HC-ODS Sil-X, 250 mm x 26 mm ID (Perkin Elmer No. 809-0716 or equivalent).

c. Fluorescence detector, for excitation at 280 nm and emission at 389 nm.

d. UV detector, 254 nm, coupled to fluorescence detector.

e. Strip chart recorder compatible with detectors. (A data system for measuring peak areas is recommended).

5. Gas chromatograph - Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including dual flame ionization detectors, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

6. Chromatographic column - 250 mm long x 10 mm ID with coarse fritted disc at bottom and Teflon stopcock.

Reagents

1. Methylene chloride, pentane, cyclohexane, high purity water - HPLC quality, distilled in glass.

2. Sodium sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400° C for 4 hrs, in a shallow tray).

3. Stock standards - Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.0 mg/ml by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution should be stored in a refrigerator, and checked

frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

4. Acetonitrile - Spectral quality.
5. Silica gel - 100/200 mesh desiccant (Davison Chemical grade 923 or equivalent). Before use, activate for at least 16 hours at 130° C in a foil covered glass container.

Calibration

Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.

Assemble the necessary HPLC or gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 8.10-1 or 8.10-2. By injecting calibration standards adjust the sensitivity of the detectors and the analytical systems for each compound being analyzed for so as to detect $\leq$1 ug.

Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

Quality Control

Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against laboratory contamination. The blank samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.

Standard quality assurance practices should be used with

this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the sensitivity and accuracy of the analysis. If the fortified samples do not indicate sufficient sensitivity to detect $\leq$ 1 ug of contaminant/ gm of sample then the sensitivity of the instrument should be increased or the sample subjected to additional clean up. The fortified samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.

Cleanup and Separation

(If the sample does not require cleanup, this section may be omitted.) Before the silica gel cleanup technique can be utilized, the extract solvent must be exchanged to cyclohexane.

1. Add a 1-10 ml aliquot of sample extract (in methylene chloride) and a boiling chip to a clean K-D concentrator tube.
2. Add 4 ml cyclohexane and attach a micro-Snyder column. Prewet the micro Snyder column by adding 0.5-ml methylene chloride to the top.
3. Place the micro-K-D apparatus on a boiling (100° C) water bath so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete concentration in 5-10 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood.

4. When the apparent volume of the liquid reaches 0.5 ml, remove K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.
5. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a minimum of cyclohexane.
6. Adjust the extract volume to about 2 ml.

Silica Gel Column Cleanup for PAHs

1. Prepare a slurry of 10g activated silica gel in methylene chloride and place this in a 10 mm ID chromatography column. Gently tap the column to settle the silica gel and elute the methylene chloride. Add 1-2 cm of anhydrous sodium sulfate to the top of the silica gel.
2. Preelute the column with 40-ml pentane. Discard the eluate and just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, transfer the 2 ml cyclohexane sample extract onto the column, using an additional 2 ml of cyclohexane to complete the transfer.
3. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, add 25 ml pentane and continue elution of the column. Discard the pentane eluate.
4. Elute the column with 25 ml of 40% methylene chloride/60% pentane (v/v) and collect the eluate in a 500 ml K-D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Elute the column at a rate of about 2 ml/minute.
5. Concentrate the collected fraction to less than 10 ml by K-D techniques, using pentane to rinse the walls of the glassware. Proceed with HPLC or gas chromatographic analysis.

High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

1. To the extract in the concentrator tube, add 4 ml acetonitrile and a new boiling chip, then attach a micro-Snyder column. Increase the temperature of the hot water bath to 95-100° C. Concentrate the solvent to less than 0.5 ml. After cooling, remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with about 0.2 ml acetonitrile. Adjust the extract volume to 1.0 ml.
2. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with the compound of interest in order to insure a sensitivity of $\leq$ 1 ug. Table 8.10-1 summarizes the recommended HPLC column materials and instrument operating conditions. Included in this table are estimated retention times. An example of the separation achieved by this column is shown in Figure 8.10-1.
3. Inject 2-4 ml of the sample extract with a high pressure syringe or sample injection loop. Record the volume injected to the nearest 0.05 ml, and the resulting peak size, in area units.
4. If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.
5. If measurement of the peak area measurement is prevented by the presence of interfering species, further cleanup is required.
6. The UV detector is recommended for the determination of napthalene and the fluorescence detector is recommended for

the remaining PAHs.

Gas Chromatography

The gas chromatographic procedure will not resolve certain isomeric pairs as was previously indicated. The liquid chromatographic procedure must be used for these materials.

1. To achieve maximum sensitivity with this method, the extract must be concentrated to 1.0 ml. Add a clean boiling chip to the methylene chloride extract in the concentrator tube. Attach a two-ball micro-Snyder column. Prewet the micro-Snyder column by adding about 0.5 ml of methylene chloride to the top. Place this micro-K-D apparatus on a hot water bath (60-65° C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and water temperature as required to complete the concentration in 5 to 10 minutes. At the proper rate of distillation the balls will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 0.5 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a small volume of methylene chloride. Adjust the final volume to 1.0 ml and stopper the concentrator tube.
2. Table 8.10-2 describes the recommended gas chromatographic column material and operating conditions for the instrument. Included in this table are some estimated retention times

that should be achieved by this method. Table 8.10-3 indicates the appropriate chromatographic detectors. Calibrate the gas chromatographic system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with the compound of interest in order to insure a sensitivity of $\leq$ 1 ug.

3. Inject 2-5 ml of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 ml) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ml, and the resulting peak size, in area units.

4. If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background is noted; then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the method sensitivity is $\leq$ 1 ug of contaminant/gm of sample.

Table 8.10-1

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY OF PAH'S

Compound	Retention time (min)
Naphthalene	16.17
Phenanthrene	22.32
Benzo(a)anthracene	29.26
Benzo(b)fluoranthene	32.44
Chrysene	30.14

Chromatographic conditions:

Reverse phase HC-ODS Sil-X 2.6 x 250 mm Perkin-Elmer column; isocratic elution for 5 minute using 40% acetonitrile/60% water, then linear gradient elution to 100% acetonitrile over 25 minutes; flow rate is 0.5 ml/minute.

Table 8.10-2

GAS CHROMATOGRAPHY OF PAH'S

Compound	Retention time (min)
Nephthalene.....	4.5
Phenanthrene.....	15.9
Benzo(a)anthracene.....	20.6
Benzo(b)fluoranthene.....	28.0
Chrysene.....	24.7

Chromatographic conditions:

Chromosorb W-AW-DCMs 100/120 mesh coated with 3% OV-17, packed in a 6' x 2 mm ID glass column, with nitrogen carrier gas at 40 ml/minute flow rate. Column temperature was held at 100° C for 4 minutes, then programmed at 8°/minute to a final hold at 280° C.

Table 8.10-3

APPROPRIATE GAS CHROMATOGRAPHIC DETECTORS

Compound	Detector
Benz(a)anthracene	FID
Benz(b)fluoranthene	FID
Carbazole	ECD
Chrysene	FID
Phenanthrene	ECD
Naphthalene	FID

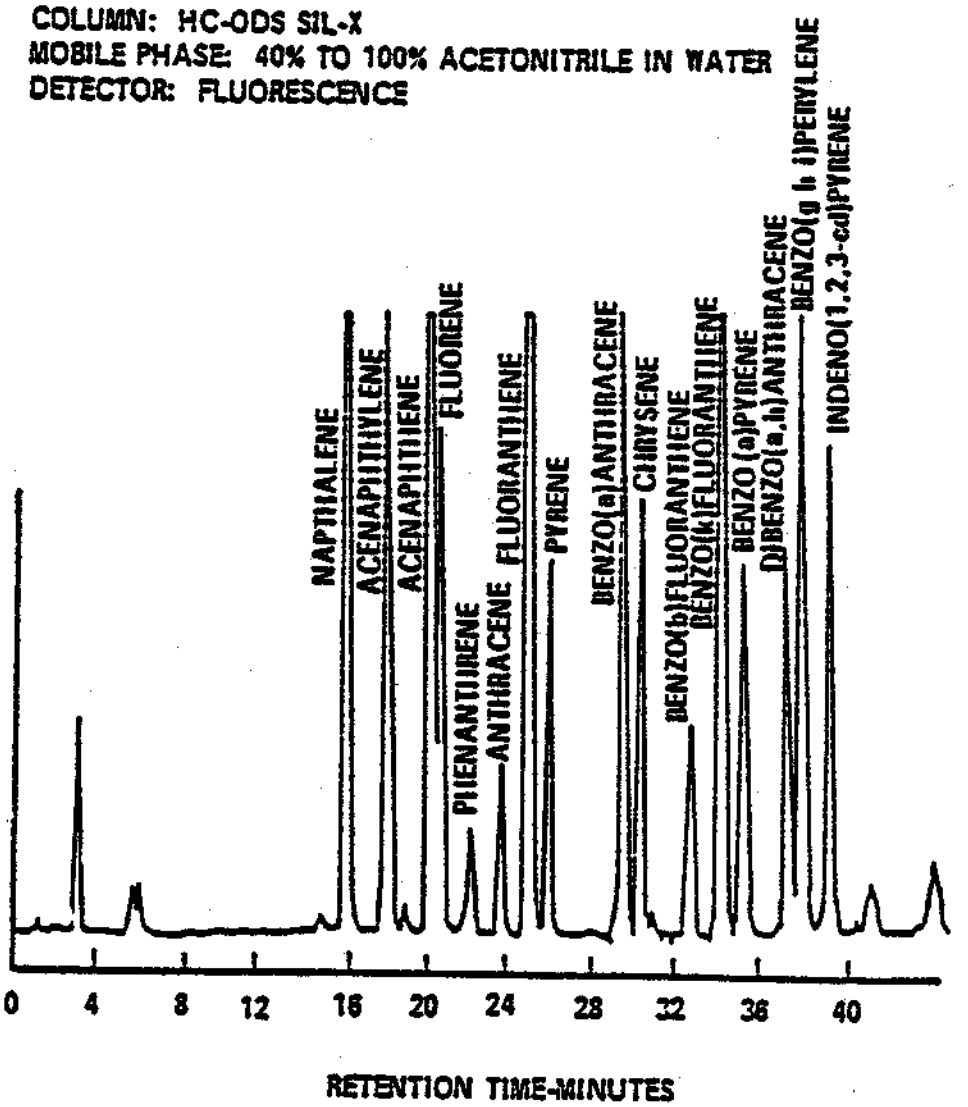


Figure 8.10-1

LIQUID CHROMATOGRAPHY OF POLYNUCLEAR AROMATICS

Method 8.12

GC METHOD FOR CHLORINATED HYDROCARBONS

Scope and Application

This method covers the determination of certain chlorinated hydrocarbons. The following compounds may be determined by this method.

Benzotrichloride

Benzyl Chloride

Dichlorobenzene

Dichloropropanol

Hexachlorobutadiene

Tetrachlorobenzene

Summary of Method

Prior to using this method, the waste samples are prepared for chromatography (if necessary) using the appropriate sample preparation method (i.e. shake out, sonication, or soxhlet extraction). This method describes chromatographic conditions which allow the accurate measurement of the compounds using electron capture detection.

If interferences are encountered or expected, the method provides a selected general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

Interferences

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences

under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all glass systems may be required.

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the waste being sampled. While general cleanup techniques are provided, unique samples may require additional cleanup.

Apparatus

1. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus (Kontes K-570000 or equivalent).
   a. Snyder column-three-ball macro (Kontes K503000-0121 or eqivalent).
   b. Snyder column-two-ball micro (Kontes K503000-0219 or eqivalent).
2. Boiling chips-solvent extracted, approximately 10/40 mesh.
3. Water bath -heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2°C). The bath should be used in a hood.
4. Gas chromatograph-Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including electron capture detector column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.
5. Chromatography column-300 mm long x 10 mm ID with coarse fritted disc at bottom and Teflon stopcock.

Reagents

1. Methylene chloride, hexane isooctane and petroleum ether (boiling range 30-60°C)-pesticide quality or equivalent.
2. Sodium sulfate (ACS) granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hours in a shallow tray).
3. Stock standards - Prepare stock standard solutions at a concentration of 10 ug/ul by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.
4. Florisil-PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil lined screw caps. Before use, activate each batch at 130°C in covered glass containers loosely covered with foil.

Calibration

1. Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 8.12-1. By injecting calibration

standards adjust the sensitivity of the detector and the analytical system for each compound being analyzed for to detect $\leq$ 1 ug.

3. The cleanup procedure utilizes Florisil chromatography. Florisil from different batches or sources may vary in adsorption capacity. To standardize the amount of Florisil which is used, the use of lauric acid value (Mills, 1968) is suggested. The referenced procedure determines the adsorption from hexane solution of lauric acid (mg) per gram Florisil. The amount of Florisil to be used for each column is calculated by dividing this ratio by 110 and multiplying by 20 grams.
4. Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

Quality Control

1. Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination. The blank samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.

2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the sensitivity and accuracy of the analysis. If the fortified samples do not indicate sufficient sensitivity to detect $\leq$ 1 ug/gm of the sample then the sensitivity of the instrument should be increased or the sample subjected to additional cleanup. The fortified samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

Cleanup and Separation

Unless the sample is known to require cleanup omit this section and proceed to analysis by gas chromatography.

1. Adjust the sample extract to 10 ml.
2. Place a 12 gram charge of activated Florisil in a 10 mm ID chromatography column. After settling the Florisil by tapping the column add a 1-2cm layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.
3. Pre-elute the column, after cooling, with 100 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to

exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, begin eluting the column with 200 ml petroleum ether and collect the eluate in a 500 ml K-D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. This fraction should contain all of the chlorinated hydrocarbons.

4. Add 1-2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml hexane to the top. Place the K-D apparatus on a hot water bath (60-65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15-20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1-2ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Note: The dichlorobenzenes have a sufficiently high volatility that significant losses may occur in concentration steps if care is not exercised. It is important to maintain a constant gentle evaporation rate and not to allow the liquid volume to fall below 1-2ml before

removing the K-D from the hot water bath. When the apparatus is cool, remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1-2 ml hexane.

5. Transfer to a 10 ml volumetric flask and dilute to volume.

Gas Chromatography

1. Table 8.12-1 lists the recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are some estimated retention times. Examples of the separations achieved by this column are shown in Figures 1 and 2. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the sample being analyzed with the compound of interest in order to insure a sensitivity of (1 ug/gm) of original waste or extract tested.
2. Inject 2-5 ul of the sample extract using the solvent flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed.
3. If the peak area exceeds the linear range of the system the extract can be diluted and reanalyzed.
4. If peak detection is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required. If detectable amounts of the compounds of interest are detected the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different from that of the listed waste.

Calculations

1. If a response for the contaminant being analyzed for greater than 2x background is noted, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm of sample.

Bibliography

1. Mills, P.A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Absorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns," Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 51,29 (1968).

Table 8.12-1

RETENTION TIMES FOR SOME CHLORINATED HYDROCARBONS

Compound	Retention time (min)[1]
1, 3 dichlorobenzene	4.0
1, 4 dichlorobenzene	4.3
1, 2 dichlorobenzene	5.3
Hexachlorobutadiene	11.6
Benzotrichloride	
Benzyl chloride	
Dichloropropanol	
Tetrachlorobenzene(s)	

(1) Gas chrom Q, 80/100 mesh, coated with 1.5% OV-1/1.5% OV-225 packed in a 1.8 m long x 2 mm ID glass column with 5% methane/95% Argon carrier gas at 30 ml/min flow rate. Column temperature is 75°C. Under these conditions Retention Time of Aldrin is 18.8 min at 160°C.

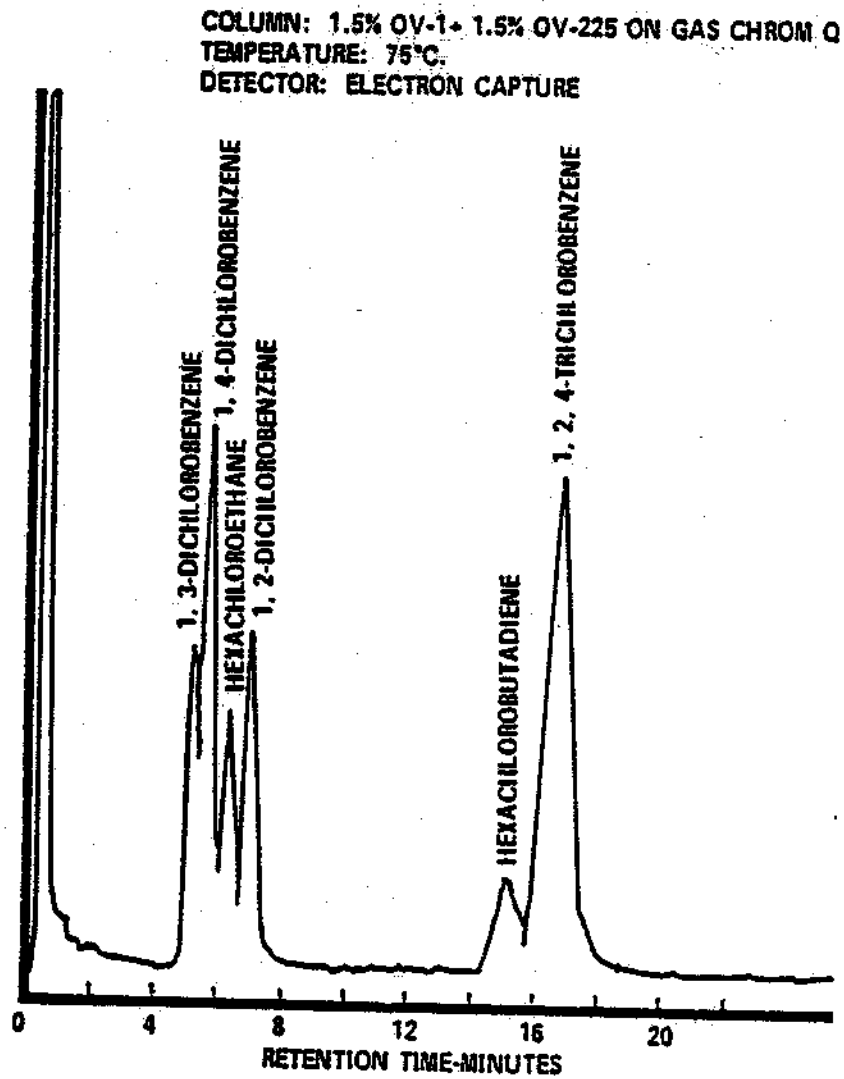


Figure 8.12-1
GAS CHROMATOGRAM OF CHLORINATED HYDROCARBONS

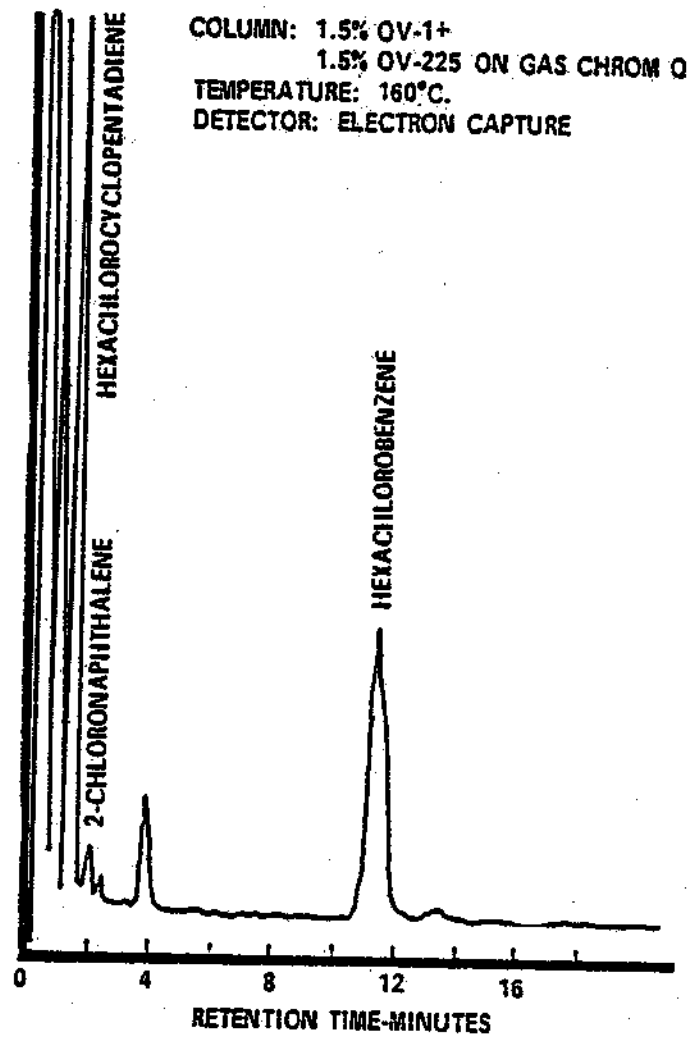


Figure 8.12-2
GAS CHROMATOGRAM OF CHLORINATED HYDROCARBONS

Method 8.22

PHORATE

Scope and Application

This method covers the determination of the presence of phorate in RCRA materials.

Prior to using this method, the waste samples should be prepared for chromatography (if necessary) using the appropriate sample preparation method (i.e., shake out, sonication, or soxhlet extration).

Summary of Method

This method provides chromatographic conditions which allow for the detection of the compounds in the extract.

The detector of choice is the flame photometric detector operated in the phosphorus mode. A thermionic detector operated in the phosphorus-nitrogen mode may also be used.

If interferences are encountered, it may be necessary to apply cleanup procedures.

Interferences

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the

diversity of the waste sample. Unique samples may require clean-up to achieve the required sensitivity in which case the analyst must devise appropriate cleanup procedures.

Elemental sulfur may interfere with the determination of organophosphorus pesticides by flame photometric gas chromatography.

Apparatus

1. Gas chromatograph-Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and programmed temperature operation. Required accessories include: A flame photometric or phosphorous-nitrogen detector, column supplies, recorder, gases, and syringes. A data system for measuring peak areas is recommended. A 6 foot long x 4mm ID glass column packed with 5% SP-2401 on 100/120 mesh Supelcoport shall be used.

Reagents

1. Hexane, isooctane, methylene chloride - pesticide quality or equivalent.
2. Stock standards - Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 ug/ul by dissolving 0.0100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 10.0 ml ground glass stoppered volumetric flask. Transfer the stock solution to a small glass vial and seal with a Teflon lined screw cap and store in a refrigerator. Check frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

Calibration

1. Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The secondary standards should be prepared at concentrations that will bracket the working range of the chromatographic system.
2. Establish operating parameters equivalent to those indicated on Figure 8.22-1. By injecting calibration standards, adjust the limit of the detection so as to detect $\leq$ 1 ug of phorate.

Quality Control

1. Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safequard against chronic laboratory contamination.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples of waste should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectrometry should be used.

Procedure

1. The recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument are described under "Apparatus" and on Figure 8.22-1. The retention time for phorate using this column is 1.43 min. An example chromatogram for phorate and other organophosphorus pesticides is shown in Figure 8.22-1. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with phorate in order to insure an analytical sensitivity of $\leq$ 1 ug/gm of original waste tested.
2. Inject 2 to 5 ul of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ul, and the resulting peak size, in area units.
3. If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.
4. If peak detection is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

Results

If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background is noted; then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the method sensitivity is $\leq$ 1 ug of phorate/gm of sample.

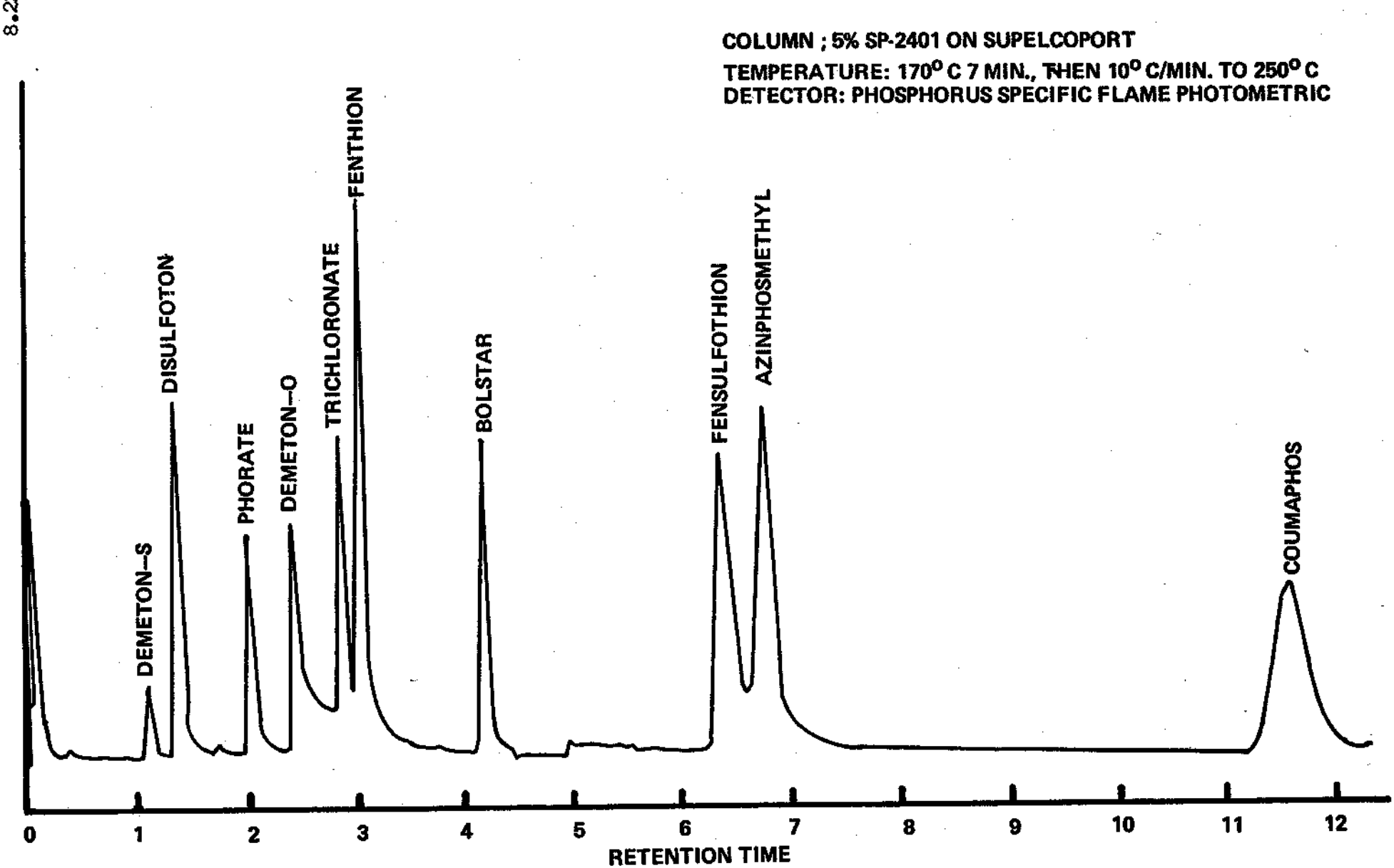


Figure 8.22-1

GC CHROMATOGRAM OF ORGANOPHOSPHORUS PESTICIDES

Method 8.40

METHOD FOR CHLOROPHENOXY ACID HERBICIDES

Scope and Application

This method can be used for the determination of various chlorinated phenoxy acid herbicides in EP extracts and other RCRA materials.

The following pesticides may be determined individually by this method:

Compound	Detector
Dichlorophenoxy acetic acid	HSD
2,4,5-TP (Silvex) [2,4,5-Trichlorophenoxy proponic acid]	HSD

Summary of Method

Prior to using this method, the waste samples should be prepared for chromatography, if necessary, using the appropriate sample preparation method (i.e., Sonication or Soxhlet extraction). The esters are hydrolyzed to acids and extraneous organic material is removed by a solvent wash. The acids are converted to methyl esters which are extracted from the aqueous phase. The extract is cleaned by passing it through a micro-adsorption column. Identification of the esters is made by selective gas chromatographic separations and may be corroborated through the use of two or more unlike columns. Detection and measurement is accomplished by electron capture, microulometric or electrolytic conductivity gas chromatography. Results are reported in micrograms per liter.

Interferences

Solvents, reagents, glassware and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials should be checked to insure freedom from interferences under the conditions of the analysis. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

The interferences in extracts of solid waste are often high and varied and may pose great difficulty in obtaining accurate and precise measurement of chlorinated phenoxy acid herbicides. Sample cleanup procudures are generally required and may result in loss of certain of these herbicides. It is not possible to describe procedures for overcoming all of the interferences that may be encountered in solid waste samples.

Organic acids, especially chlorinated acids, cause the most direct interferences with the determination. Phenols including chlorophenols will also interfere with this procedure.

The herbicides, being strong organic acids, react readily with alkaline substances and may be lost during analysis. Glassware and glass wool should be acid-rinsed and sodium sulfate should be acidified with sulfuric acid to avoid this possiblity.

Apparatus

1. Gas Chromatograph - Equipped with glass lined injection port.
2. Detector Options:

a. Electron Capture - Radioactive (Tritium or Nickel-63)

b. Microcoulometric Titration

c. Electrolytic Conductivity

3. Recorder - Potentiometric strip chart (10 in.) compatible with the detector.

4. Gas Chromatographic Column Materials

a. Tubing - pyrex (180 cm long x 4 mm ID)

b. Glass Wool - Silanized

c. Solid Support - Gas-Chrom-Q (100-120 mesh)

d. Liquid Phase - Expressed as weight percent coated on solid support.

i. OV-210,5%

ii. OV-17, 1.5% plus QF-1 or OV-210, 1.95%

5. Kuderna-Danish (K-D) Glassware

a. Snyder Column - three-ball (macro) and two-ball (micro)

b. Evaporative Flasks - 250 ml

c. Receiver Ampules - 10 ml, graduated

d. Ampule Stoppers

6. Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

7. Graduated cylinders - 100 ml and 250 ml.

8. Erlenmeyer flasks - 125 ml, 250 ml ground glass 24/40

9. Microsyringes - 10, 25, 50 and 100 l.

10. Pipets - Pasteur, glass disposable (140 mm long x 5 mm ID).

11. Separatory Funnels - 60 ml and 2000 ml with Teflon stopcock.

12. Glass wool - Filtering grade, acid washed.

13. Diazald Kit - Recommended for the generation of diazomethane (available from Aldrich Chemical Co., Cat. #210,025-2)

Reagents

1. Boron Trifluoride-methanol-esterification-reagent, 14 percent boron trifluoride by weight.
2. N-Methyl-N-nitroso-p-toluenesulfonamide (Diazald) - High purity, melting point range 60-62°C. Precursor for the generation of diazomethane (see Appendix IV).
3. Potassium Hydroxide Solution - A 37 percent aqueous solution prepared from reagent grade potassium hydroxide pellets and reagent water.
4. Sodium Chloride - (ACS) Saturated solution (pre-rinse NaCl with hexane) in distilled water.
5. Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.
6. Sodium Sulfate, Acidified - (ACS) granular sodium sulfate, treated as follows: Add 0.1 ml of concentrated sulfuric acid to 100g of sodium sulfate slurried with enough ethyl ether to just cover the solids. Remove the ether with the vacuum. Mix 1 g of the resulting solid with 5 ml of reagent water and ensure the mixture has a pH below 4. Store at 130°C.
7. Sulfuric Acid - (ACS) concentrated, Sp. Gr. 184
8. Florisil - PR grade (600-100 mesh) purchased activated at 1250°F and stored at 130°C.
9. Carbitol (diethylene glycol monoethyl ether).
10. Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.
    a. Must be free of peroxides as indicated by EM Quant

test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc. 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.) Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

11. Benzene, hexane - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

12. Pesticide Standards - Acids and methyl esters, reference grade.

    a. Stock standard solutions - Dissolve 100 mg of each herbicide in 60 ml ethyl ether; then make to 100 ml with redistilled hexane. Solution contains 1 mg/ml.

    b. Working standard - Pipet 1.0 ml of each stock solution into a single 100 ml volumetric flask. Make to volume with a mixture of ethyl ether and hexane (1:1). Solution contains 10 ug/ml of each standard.

    c. Standards for Chromatography (Diazomethane Procedure) - Pipet 1.0 ml of the working standard into a glass stoppered test tube and evaporate the solvent using a steam bath. Add 2 ml diazomethane to the residue. Let stand 10 minutes with occasional shaking, then allow the solvent to evaporate spontaneously. Dissolve the residue in 200 ul of hexane for gas chromatography.

    d. Standard for Chromatography (Boron Trifluoride Procedure) - Pipet 1.0 ml of the working standard into a glass stoppered test tube. Add 0.5 ml

of benzene and evaporate to 0.4 ml using a two-ball Snyder microcolumn and a steam bath. Proceed as in the Esterification section (3)(a). Esters are then ready for gas chromatogrphy.

Calibration

1. By injecting secondary standards, adjust the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound being analyzed for to a sensitivity of $\leq$ 1 ug (2 x background).
2. Standards, prepared from methyl esters of phenoxy acid herbicides calculated as the acid equivalent are injected frequently as a check on the stability of operating conditions. Gas chromatograms of several chlorophenoxys are shown in Figure 8.40-1.
3. The elution order and retention ratios of methyl esters of chlorinated phenoxy acid herbicides are provided in Table 8.40-1, as a guide.

Quality Control

1. Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.
2. Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

Hydrolysis

1. Add 15 ml of distilled water and a small boiling stone to

the flask containing the ether extract (prepared by approriate sample preparation method) and fit the flask with a three-ball Snyder column. Evaporate the ether in a steam bath and continue heating for a total of 60 minutes.

2. Transfer the concentrate to a 60-ml separatory funnel.
3. Acidify the contents of the separatory funnel by adding 2 ml of cold (4°C) 25 percent sulfuric acid. Extract the herbicides once with 20 ml of ether and twice with 10 ml of ether. Collect the extracts in a 125 ml Erlenmeyer flask containing about 0.5 g of acidified anydrous sodium sulfate. Allow the extract to remain in contact with the sodium sulfate for approximately two hours.

Esterification

1. Transfer the ether extract through a funnel plugged with glass wool into a Kuderna-Danish flask equipped with a 10 ml graduated ampule. Use liberal washings of ether. Using a glass rod crush any caked sodium sulfate during the transfer.
   a. If esterification is to be done with diazomethane, evaporate to approximately 4 ml on a steam bath (do not immerse the ampule in water) and proceed as directed under "Diazomethane Esterification". Prepare diazomethane as directed in manufacturer's instructions.
   b. If esterification is to be done with boron trifluoride, add 0.5 ml benzene and evaporate to about 5 ml on a steam bath. Remove the ampule from the flask and further concentrate the extract to 0.4 ml using a

two-ball Snyder microcolumn and proceed as directed under "Boron Trifluoride Esterification.

2. Diazomethane Esterification:

   a. Disconnect the ampule from the K-D flask and place in a hood away from steam bath. Adjust volume to 4 ml with ether, add 2 ml diazomethane, and let stand 10 minutes with occasional swirling.

   b. Rinse inside wall of ampule with several hundred microliters of ethyl ether. Take sample to approximately 2 ml to remove excess diazomethane by allowing solvent to evaporate spontaneously (room temperature).

   c. Dissolve residue in 5 ml of hexane. Analyze by gas chromatography.

   d. If further cleanup of the sample is required, proceed as in 3(c), substituting hexane for benzene.

3. Boron Trifluoride Esterification:

   a. After the benzene solution in the ampule has cooled, add 0.5 ml of borontrifluoride-methanol reagent. Use the two-ball Snyder microcolumn as an air-cooled condenser and hold the contents of the ampule at 50°C for 30 minutes on the steam bath.

   b. Cool and add about 4.5 ml of a neutral 5 percent aqueous sodium sulfate solution so that the benzene-water interface is in the neck of the Kuderna-Danish ampule. Seal the flask with a ground glass stopper and shake vigorously for about one minute. Allow

to stand for three minutes for phase separation.

c. Pipet the solvent layer from the ampule to the top of a small column prepared by plugging a disposable Pasteur pipet with glass wool and packing with 2.0 cm of sodium sulfate over 1.5 cm of Florisil adsorbent. Collect the elute in in a graduated ampule. Complete the transfer by repeatedly rinsing the ampul with small quantities of benzene and passing the rinses through the column until a final volume of 5.0 ml of eluate is obtained. Analyze by gas chromatography.

Calculation and Results

In analyzing EP extracts to determine if a waste is a hazardous waste by reason of EP toxicity, calculate results in milligrams per liter as the acid equivalent after correcting for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

In determining if a waste should be delisted, if a response for the contaminant being analyzed for greater than 2 x background is noted, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using that spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ lug of contaminant /gm of sample.

Method 8.24

GC/MS METHOD FOR VOLATILE ORGANICS

Scope and Application

This method is designed to determine volatile organic compounds.

Summary of Method

The volatile compounds are introduced to the gas chromatograph by direct injection (Method 8.80), the Headspace Method (Method 8.82) or the Purge and Trap Method (Method 8.83). The components are separated via the gas chromatograph and detected using a mass spectrometer which is used to provide both qualitative and quantitative information. The chromatographic conditions as well as typical mass spectrometer operating parameters are given.

Interferences

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the particular waste or extract being tested. The analytical system, however, should be checked to insure freedom from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Method blanks are run by analyzing organic-free water in the normal manner. The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components in the purging device should be avoided.

Samples can be contaminated by diffusion of volatile

organics (particularly methylene chloride) through the septum seal into the sample during shipment and storage. A field blank prepared from organic-free water and carried through the sampling and handling protocol can serve as a check on such contamination.

Cross contamination can occur whenever high level and low level samples are sequentially analyzed. To reduce cross contamination, it is recommended that the purging device and sample syringe be rinsed out twice, between samples, with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it should be followed by an analysis of organic-free water to check for cross-contamination. For samples containing large amounts of water soluble materials, suspended solids, high boiling compounds, or high organohalide levels, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

Apparatus and Materials

1. Gas chromatograph--Analytical system complete with a temperature programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including an analytical column.
   a. Column 1--An 8 ft. stainless steel column (.125 in. OD x 2 mm ID) packed with 1% SP-1000 coated on 60/80 mesh Carbopack B preceeded by a 1 ft. stainless steel column (.125 in. OD x 2mm ID) packed with 1% SP-1000 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. A glass column .25 in. x 2mm ID may be substituted for the stainless steel. The

glass precolumn is necessary only during conditioning.

b. Column 2--An 8 ft. stainless steel column (.125 in. OD x 2 mm ID) packed with 0.2% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Carbopack C preceded by a 1 ft. stainless steel column (.125 in. OD x 2 mm ID) packed with 3% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. A glass column (1/4 in. OD x 2mm ID) may be substituted for the stainless steel. The precolumn is necessary only during conditioning.

2. Syringes--glass, 5 ml hypodermic with Luer-Lok tip (3 each).

3. Micro syringes--10, 25, 100 ul.

4. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each, Teflon or Kel-F).

5. Syringe--5 ml gas-tight with shut-off valve.

6. 8-inch, 20 gauge syringe needle--one needle for each 5-ml syringe.

7. Mass Spectrometer--capable of scanning from 20-260 a.m.u. in six seconds or less at 70 volts (nominal), and producing a recognizable mass spectrum at unit resolution from 50 ng of DFTPP when injected through the GC inlet. The mass spectrometer must be interfaced with a gas chromatograph equipped with an all-glass, on-column injector system designed for packed column analysis. All sections of the transfer lines must be glass or glass-lined and deactivated. Use Sylon-CT, Supelco, (or equivalent) to deactivate. The GC/MS interface can utilize any

separator that gives recognizable mass spectra (background corrected) and acceptable calibration points at the limit of detection specified for each compound in Table 8.24-1.

8. A computer system should be interfaced to the mass spectrometer to allow acquisition of continuous mass scans for the duration of the chromatographic program. The computer system should also be equipped with mass storage devices for saving all data from GC-MS runs. There must be computer software available to allow searching any GC/MS run for specific ions and plotting the intensity of the ions with respect to time or scan number. The ability to integrate the area under a specific ion plot peak is essential for quantification.

Reagents

1. Activated carbon--Filtrasorb-200 (Calgon Corp.) or equivalent.
2. Organic-free water.
   a. Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap procedure described herein. It is generated by passing distilled deionized water through a carbon filter bed containing activated carbon.
   b. A water system (Millipore Super-Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water.
   c. Organic-free water may also be prepared by boiling deionized distilled water 15 minutes. Subsequently,

while maintaining the temperature at 90°C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle equipped with a Teflon seal.

3. Stock standards (2 mg/ml)--Prepare stock standard solutions in methanol using assayed liquids or gases as appropriate. Because of the toxicity of some of the organohalides, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood. A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be worn when the analyst handles high concentrations of such materials.

   a. Place about 9.8 ml of methanol into a 10 ml ground glass stopped volumetric flask. Allow the flask to stand, unstoppered, for about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Tare the flask to the nearest 0.1 mg.

   b. Add the assayed reference material:

      Liquids--using a 100 ul syringe, immediately add 2 to 3 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

      Gases--To prepare standards of bromomethane, chloroethane, chloromethane, and vinyl chloride, fill a 5-ml valved gas-tight syringe with the reference standard to the 5.0 ml mark. Lower the needle to 5 mm above the methyl alcohol menicus. Slowly inject

the reference standard into the neck of the flask (the heavy gas will rapidly dissolve into the methyl alcohol).

c. Reweigh the flask, dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw-cap bottle equipped with a Teflon cap liner.

d. Calculate the concentration in mg per ml (equivalent to ug per ul) from the net gain in weight.

e. Store stock standards at 4°C. Prepare fresh standards every second day for the four gases and 2-chloroethyl-vinyl ether. All other standards must be replaced with fresh standards each week.

4. Surrogate Standard Dosing Solution--From stock standard solutions prepared as above, add a volume to give 1000 ug each of bromochloromethane, 2-bromo-1-chloropropane, and 1,4-dichlorobutane to 40 ml of organic-free water contained in a 50 ml volumetric flask, mix and dilute to volume. Prepare a fresh surrogate standard dosing solution weekly. Dose the surrogate standard mixture into every 5 ml sample and reference standard analyzed.

Calibration

1. Using the stock standards, prepare secondary dilution standards of the compounds of interest, either singly or mixed together in methanol. The aqueous standards must be prepared fresh daily. Standards should be at concentrations such that the aqueous standards to be prepared will bracket the working range of the chromatographic system. If the limit of detection listed in Table 8.24-1 is 10 ug/1, for example, prepare secondary methanolic standards at 100 ug/1, and 500 ug/1, so that aqueous standards prepared from the secondary calibration standards, and the primary standards will define the linearity of the detector in the working range.
2. Assemble the necessary gas chromatographic and mass spectrometer apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 8.24-1. By injecting secondary dilution standards, adjust the sensitivity of the analytical system for each compound to $\leq$1 ug.

Quality Control

1. Before processing any samples, the analyst should daily demonstrate through the analysis of an organic-free water method blank, that the entire analytical system is interference-free. The blank samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.

2. Standard quality assurance as indicated in Section 10 should be followed. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates and fortified samples should be analyzed to validate the sensitivity and accuracy of the analysis. If the fortified samples do not indicate sufficient sensitivity to detect $\leq$ 1 ug/gm of sample then the sensitivity of the instrument should be increased or the sample subjected to additional clean up. The fortified samples should be carried through all stages of the sample preparation and measurement steps.
3. The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectivenesss of the method in dealing with each sample matrix.

Gas Chromatography-Mass Spectrometry

1. Table 8.24-1 summarizes the recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are some estimated retention times. An example of the separation achieved by Column 1 is shown in Figure 8.24-4.
2. GC-MS Determination--Suggested analytical conditions are given below. Operating conditions vary from one system to another, therefore, each analyst must optimize the conditions for his particular GC/MS system.

3. Mass Spectrometer Parameters:

   Electron energy--70 volts (nominal).

   Mass range--20-27, 33-260 amu.

   Scan time--6 seconds or less.

4. Calibration of the gas chromatography-mass spectrometry GC-MS system--Evaluate the system performance each day that it is to be used for the analysis of samples or blanks by examining the mass specrum of DFTPP or BFB.

   a. To use DFTPP, remove the analytical column and substitute a column more appropriate to the boiling point of the reference compound (e.g. 3% SP-2250 on Supelcoport). Inject a solution containing 50 ng DFTPP and check to insure that the performance criteria listed in Table 8.24-2 are met.

   b. To use BFB, inject a solution containing 20 ng BFB and check to insure that the performance criteria listed in Table 8.24-3 are met.

   c. If the system performance criteria are not met for either test, the analyst must retune the spectrometer and repeat the performance check. The performance criteria must be met before any samples or standards may be analyzed.

5. Analyze an internal or external calibration standard to develop response factors for each compound.

Quantitative Determination

1. To qualitatively identify a compound, obtain an Extracted Ion Current Profile (EICP) for the primary ion and at least two other ions (if available) listed in Table

8.24-4. The criteria below must be met for a quantitative identification.

a. The characteristic ions for the compound must be found to maximize in the same or within one spectrum of each other.

b. The retention time at the experimental mass spectrum must be within 60 seconds of the retention time of the authentic compound.

c. The ratios of the three EICP peak heights must agree with ± 20% with the ratios of the relative intensities for these ions in a reference mass spectrum. The reference mass spectrum can be obtained from either a standard analyzed through the GC-MS system or from a reference library.

d. Structural isomers that have very similar mass spectra can be explicitly identified only if the resolution between the isomers in a standard mix is acceptable. Acceptable resolution is achieved if the valley height between isomers is less than 25% of the sum of the two peak heights. Otherwise structural isomers are identified as isomeric pairs.

2. The primary ion listed in Table 8.24-4 is to be used to quantify each compound. If the sample produces an interference for the primary ion, use a secondary ion to quantify.

3. For low concentrations, or direct aqueous injection of acrylonitrile and acrolein, the characteristic masses

listed for the compounds in Table 8.24-4 may be used for selected ion monitoring (SIM). SIM is the use of a mass spectrometer as a substance selective detector by measuring the mass spectrometric response at one or several characteristic masses in real time.

Results

If a response for the contaminant being analyzed for greater than 2 X background is noted, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm of sample.

References

1. "The Analysis of Halogenated Chemical Indicators of Industrial Contamination in Water by the Purge and Trap Method," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH, 45268, Dec. 1978.

2. Determining Volatile Organics at Microgram-per-Liter Levels by Gas Chromatography," T.A. Bellar and J.J. Lichtenberg, Jour. AWWA, 66, 739-744, Dec. 1974.

3. ASTM Annual Standards--Water, Part 31, Method D2908 "Standard Recommended Practice for Measuring Water by Aqueous-Injection Gas Chromatography."

4. "Direct Analysis of Water Samples for Organic Pollutants with Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Harris, L.E., Budde, W.L., and Eichelberger, J.W. Anal. Chem., 46, 1912 (1974).

5. "Sampling and Analysis Procedures for Screening of Industrial Effluents for Priority Pollutants," March 1977 (revised April 1977). USEPA, Effluent Guidelines Division, Washington, D.C. 20460.

6. "Proceedings: Seminar on Analytical Methods for Priority Pollutants," Volume 1 - Denver, Colorado, November 1977; Volume 2 - Savannah, Georgia, May 1978; Volume 3 - Norfolk, Virginia, March 1979; USEPA, Effluent Guidelines Division, Washington, D.C. 20460.

Table 8.24-1

GAS CHROMATOGRAPHY OF ORGANICS

Compound	Retention Time (min) Column 1	Column 2
chloromethane	1.50	2.10
vinyl chloride	2.67	2.57
trichlorofluoromethane	7.18	5.14
1,1-dichloroethane	9.30	6.48
chloroform	10.68	7.70
1,2-dichloroethane	11.40	8.29
1,1,1-trichloroethane	12.60	9.28
carbon tetrachloride	13.02	9.45
trichloroethene	15.80	11.98
1,1,2-trichloroethane	16.52	12.86
benzene	---	12.95
1,1,2,2-tetrachloroethane	21.62	17.70
tetrachloroethene	21.67	17.44
toluene	---	18.53
chlorobenzene	24.18	20.57
acrolein		
acrylonitrile		

Column 1 Eight ft. stainless steel column (.125 in OD x 0.1 in. ID) packed with 1% SP-1000 coated on 60/80 mesh Carbopack B preceded by a 1 ft. stainless steel column (.125 in. OD x 0.1 in. ID) packed with 1% SP-1000 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. (A glass column (.25 in. OD x 2 mm ID) may be substituted). Carrier gas helium at 40 ml/min. Temperature program: 3 min isothermal at 45°C, then 8°/min to 220°, hold at 220° for 15 minutes.

Column 2 Eight ft. stainless steel column (.125 in. OD x 0.1 in ID) packed with 0.2% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Carbopack C preceded by a 1 ft. stainless steel column (.125 in. OD x 0.1 in. ID) packed with 3% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. (A glass column (.25 in. OD x mm ID) may be substituted. Carrier gas: helium at 40 ml/min. Temperature program: 3 min isothermal at 60°C then 8°/min to 160°, hold at 160 until all compounds elute.

Table 8.24-2

DFTPP KEY IONS AND ION ABUNDANCE CRITERIA

Mass	Ion Abundance Criteria
51	30-60% of mass 198
68	less than 2% of mass 69
70	less than 2% of mass 69
127	40-60% of mass 198
197	less than 1% of mass 198
198	base peak, 100% relative abundance
199	5-9% of mass 198
275	10-30% of mass 198
365	greater than 1% of mass 198
441	present but less than mass 443
442	greater than 40% of mass 198
443	17-23 of mass 442

Table 8.24-3

BFB KEY IONS AND ION ABUNDANCE CRITERIA

Mass	Ion Abundance Criteria
50	20-40% of mass 95
75	50-70% mass 95
95	base peak, 100% relative abundance
96	5-9% of mass 95
173	less than 1% of mass 95
174	70-90% of mass 95
175	5-9% of mass 95
176	70-90% of mass 95
177	5-9% of mass 95

Table 8.24-4

CHARACTERISTIC IONS OF VOLATILE ORGANICS

Compound	E I Ions				Primary Ion
chloromethane	50	52			50
vinyl chloride	62	64			62
trichlorofluoromethane	101	103			101
1,1-dichloroethane	63	65	83		63
	85	98	100		
chloroform	83	85			83
1,2-dichloroethane	62	64	98	100	98
1,1,1-trichloroethane	97	99	177	199	
carbon tetrachloride	117	119	121		117
trichloroethene	95	97	130	132	130
1,1,2-trichloroethane	83	85	97		
	99	132	134		97
benzene	78				78
	252	254	256		
tetrachloroethene	129	131	164	166	164
1,1,2,2-tetrachloroethane	83	85	131	133	
	166	168			168
toluene	91	92			92
chlorobenzene	112	114			112
acrolein	26	27	55	56	56
acrylonitrile	26	51	52	53	53

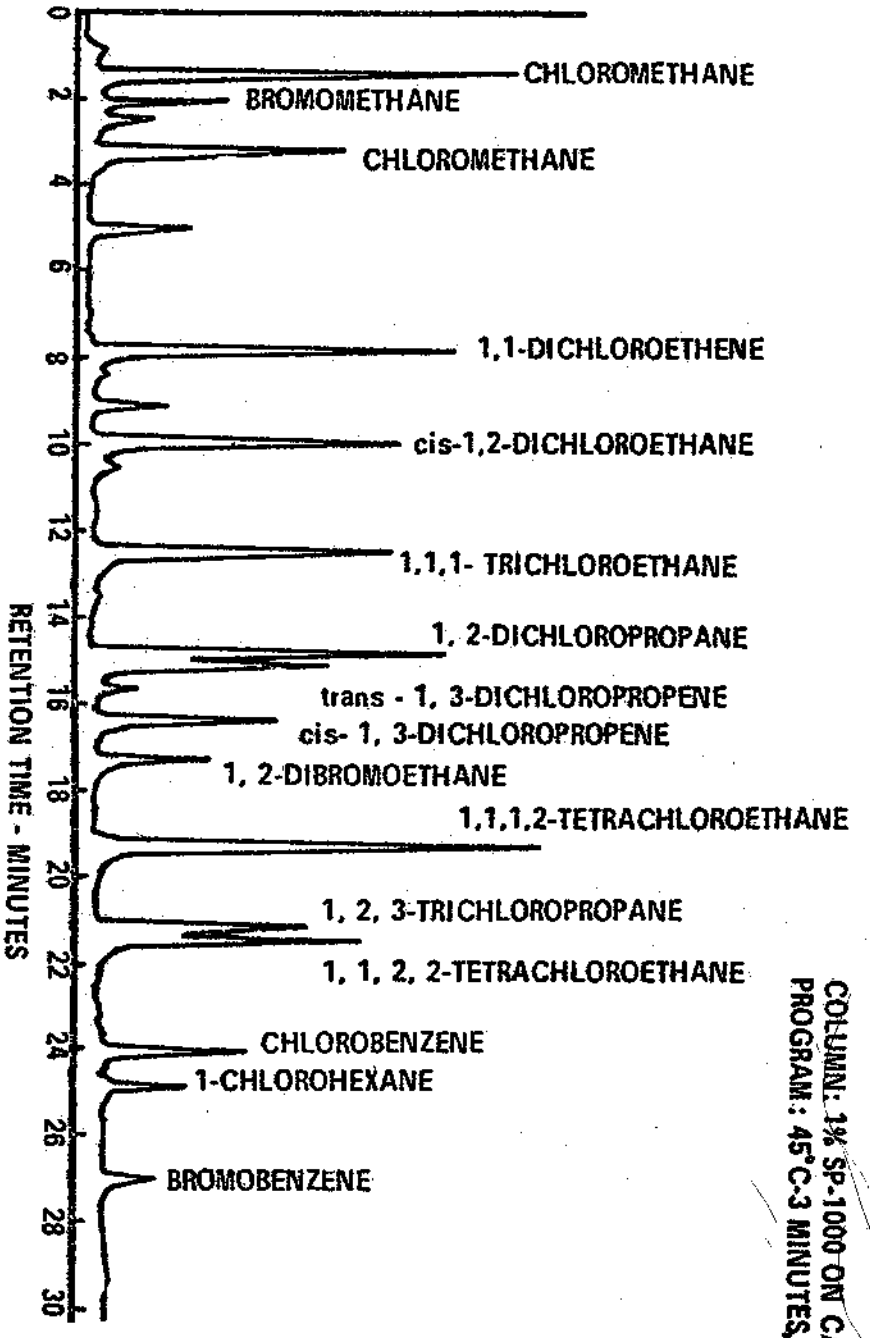


Figure 8.24-1
GAS CHROMATOGRAM OF VOLATILE ORGANICS BY PURGE AND TRAP

Method 8.25

GC/MS METHOD, GENERAL

Scope and Application

The following compounds may be determined by this method:

Benzo(a)anthracene

Benzo(a)pyrene

Benzotrichloride

Benzyl chloride

Benzo(b)fluoranthene

Chlordane

Chlorinated dibenzodioxin

Chlorinated biphenyls

2-Chlorophenol

Chrysene

Creosote

Cresol(s)

Cresylic acid(s)

Dichlorobenzene(s)

Dichlorophenoxyacetic acid

Dichloropropanol

2,4-Dimethylphenol

Dinitrobenzene

4,6-Dinitro-o-cresol

2,4-Dinitrotoluene

Endrin

Formic acid

Heptachlor

Hexachlorobenzene

Hexachlorobutadiene

Hexachloroethane

Hexachlorocyclopentadiene

Lindane

Maleic anhydride

Methyl ethyl ketone

Methyl isobutyl ketone

Naphthalene

Napthoquinone

Nitrobenzene

Pentachlorophenol

Phenol

Phthalic anhydride

2-Picoline

Pyridine

Tetrachlorobenzene(s)

Toluenediamine

Toluene diisocyanate(s)

Toxaphene

Trichlorophenol(s)

2,4,5-TP(Silvex)

Summary of Method

Prior to using this method, the waste samples should be prepared for chromatography (if necessary) using the appropriate sample preparation method (i.e., shake out, sonication, or soxhlet extraction). If emulsions are a problem, continuous

extraction techniques should be used. This method describes chromatographic conditions which allow for the separation of the compounds in the extract.

Interferences

Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or waste being sampled.

The recommended analytical procedure may not have sufficient resolution to differentiate between certain isomeric pairs. These are anthracene and phenanthrene, chrysene, and benzo(a)anthracene, and benzo(b)fluoranthene and benzo(k)fluoranthene. The GC retention time and mass spectral data are not sufficiently unique to make an unambiguous distinction between these compounds. If identification of these specific compounds is required Method 8.10 should be used.

Apparatus

1. Separatory funnel - 20 mm, with Teflon stopcock (Ace Glass 7228-T072 or equivalent).

2. Drying column - 20 mm ID pyrex chromatographic column equipped with coarse glass frit or glass wool plug.
3. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus equipped with 3-ball Snyder column (Kontes K-570000 or equivalent).
4. Water bath - Heated with concentric ring cover, capable of temperature control (± 2°C). The bath should be used in a hood.
5. Gas chromatograph - Analytical system complete with gas chromatograph capable of on-column injection and all required accessories including column supplies, gases, etc.
6. Column 1 - For Base/Neutral and Pesticides a 6-foot glass column (1/4 in OD x 2 mm ID) packed with 3% SP-2250 coated on 100/120 Supelcoport (or equivalent).
7. Column 2 - For Acids, a 6-foot glass column (1/4 in OD x 2mm ID) packed with 1% SP-1240 DA coated on 100/120 mesh Supelcoport (or equivalent).
8. Mass Spectrometer - Capable of scanning from 35 to 450 a.m.u. every 7 seconds or less at 70 volts (nominal) and producing a recognizable mass spectrum at unit resolution from 50 ng of DFTPP when the sample is introduced through the GC inlet (References 2). The mass spectrometer must be interfaced with a gas chromatograph equipped with an injector system designed for splitless injection and glass capillary columns or an injector system designed for on-column injection with all-glass packed columns. All sections of the transfer lines must be glass or

glass-lined and must be deactivated. (Use Sylon-CT, Supelco, Inc., or equivalent to deactivate.)

Note: - Systems utilizing a jet separator for the GC effluent are recommended since membrane separators may lose sensitivity for light molecules and glass frit separators may inhibit the elution of polynuclear aromatics. Any of these separators may be used provided that it gives recognizable mass spectra and acceptable calibration points at the required limit of detection.

9. A computer system must be interfaced to the mass spectrometer to allow acquisition of continuous mass scans for the duration of the chromatographic program. The computer system should also be equipped with mass storage devices for saving all data from GC-MS runs. There must be computer software available to allow searching any GC-MS run for specific ions and plotting the intensity of the ions with respect to time or scan number. The ability to integrate the area under any specific ion plot peak is essential if quantification is to be attempted.
10. Continuous liquid-liquid extractors-Teflon or glass connecting joints and stopcocks, no lubrication. (Hershberg-Wolf Extractor-Ace Glass Co., Vineland, N.J. P/N 6841-10 or eqivalent).

Reagents

1. Sodium hydroxide - (ACS) 6N in distilled water.
2. Sulfuric acid - (ACS) 6N in distilled water.

3. Sodium sulfate - (ACS) granular anhydrous (rinsed with methylene chloride (20 ml/g) and conditioned at 400°C for 4 hrs.).
4. Methylene chloride - Pesticide quality or equivalent.
5. Stock standards - Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 ug/ul. For example, dissolve 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and dilute to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to 15 ml Teflon lined screw cap vials, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation of evaporation, especially just prior to preparing working standards from them. Protect standards from light.

Procedure

1. Calibrate instrument using the conditions indicated in Table 8.25-1, so that a response greater than 2 times background is obtained for 1 ug of each species being analyzed for.
2. Inject the extract derived from 1 gm of the sample being analyzed. The extract should be diluted and range finding studies conducted prior to injection of concentrated extract in order to prevent instrument overload.

Results

If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background is noted; then the waste does not

meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm of sample.

Quality Control

1. Before processing any samples, demonstrate through the analysis of a method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected and analyzed to determine the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to determine the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to determine the accuracy of the analysis. Field blanks should be analyzed to check for contamination introduced during sampling and transportation.

Table 8.25-1

CHROMATOGRAPHIC CONDITIONS

Benz(a)anthracene	BN
Benzo(a)pyrene	BN
Benzotrichloride	BN
Benzyl chloride	BN
Benz(b)fluoanthene	BN
Chlordane	BN
Chlorinated dibenzodioxin	BN
Chlorinated biphenyls	BN
2-Chlorophenol	BN
Chrysene	BN
Creosote	BN
Cresol(s)	A
Cresylic acid(s)	A
Dichlorobenzene(s)	BN
Dichlorophenoxyacetic acid	A
Dichloropropanol	BN
2,4-Dimethylphenol	A
Dinitrobenzene	BN
4,6-Dinitro-o-cresol	A
2,4-Dinitrotoluene	BN
Endrin	P
Formic acid	BN
Heptachlor	P
Hexachlorobenzene	BN
Hexachlorobutadiene	BN
Hexachloroethane	BN
Hexachlorocyclopentadiene	BN
Lindane	P
Maleic anhydride	BN
Methyl ethyl ketone	A
Methyl isobutyl ketone	A
Naphthalene	BN
Napthoquinone	BN
Nitrobenzene	B
Pentachlorophenol	A
Phenol	BN
Phthalic anhydride	BN
2-Picoline	BN
Pyridine	BN

Table 8.25-1 (Cont.)

Tetrachlorobenzene(s)	BN
Toluenediamine	BN
Toluene diisocyanate(s)	BN
Toxaphene	P
Trichlorophenol(s)	A
2,4,5-TP(Silvex)	A

(A) °8 foot glass column (1/4 in. OD x 2 mm ID) packed with 1% SP-1240 DA coated on 100/120 mesh Supelcoport. Carrier gas helium at 30 ml per min. Temperature program: 2 min isothermal at 70°, then 8° per min to 200°C. If desired, capillary or SCOT columns may be used.

(BN) #Six foot glass column (1/4 in. OD x 2 mm ID) packed with 3% SP-2250 coated on 100/120 mesh Supelcoport. Carrier gas helium at 30 ml per min. Temperature program: isothermal for 4 minutes at 50°C, then 8° per min to 270°C. Hold at 270°C for 30 minutes. If desired, capillary or SCOT columns may be used.

(P) °6 foot glass column (1/4 in. OD x 2 mm ID) packed with 3% SP-2250 coated on 100/120 mesh Superlcoport. Carrier gas helium at 30 ml per min. Temperature program: isothermal for 4 minutes at 50°C, then 8° per minute to 270°. Hold at 270°C for 30 minutes. If desired, capillary or SCOT columns may be used

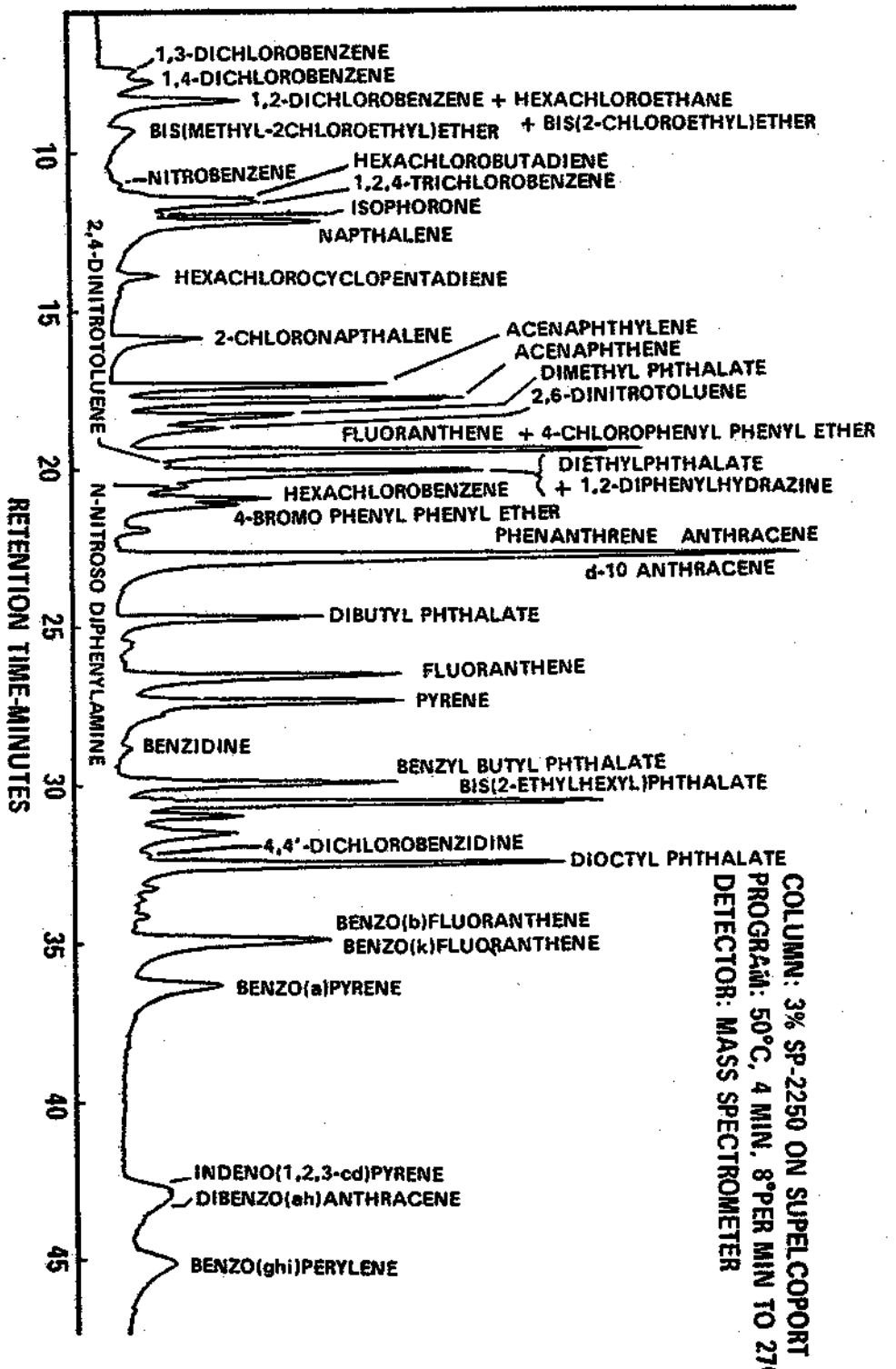


Figure 8.25-1
GAS CHROMATOGRAM OF BASE/NEUTRAL FRACTION

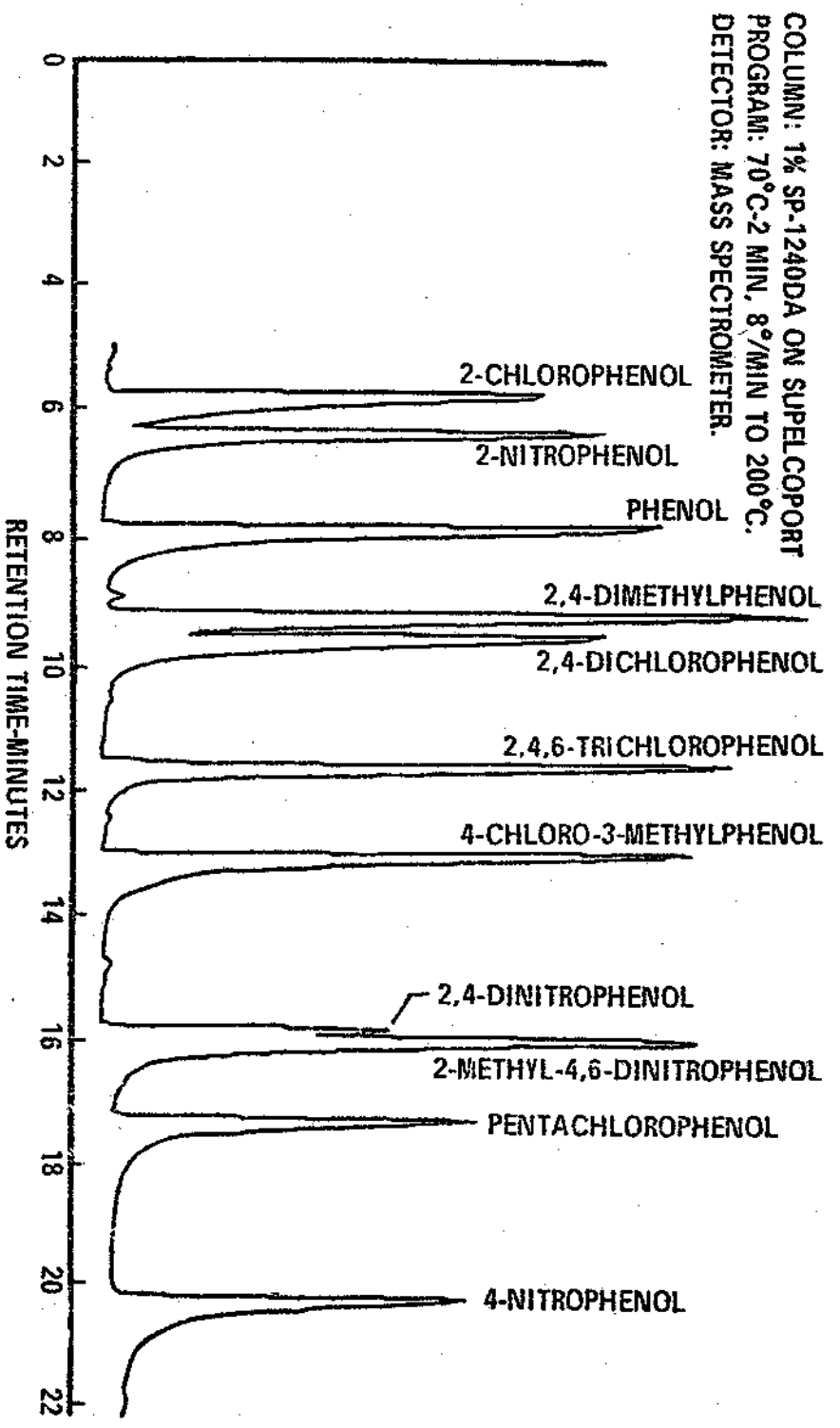


Figure 8.25-2
GAS CHROMATOGRAM OF ACID FRACTION

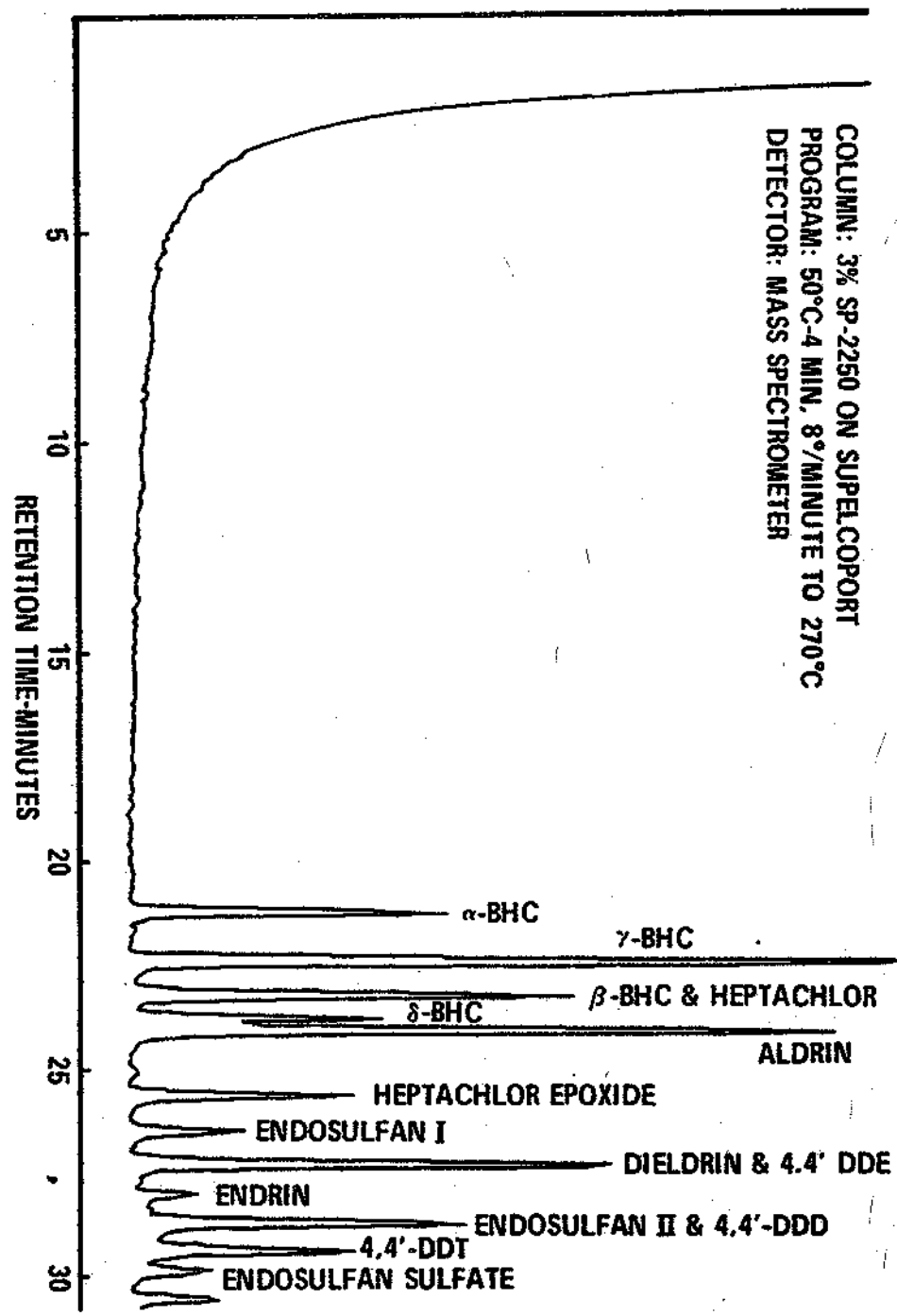


Figure 8.25-3
GAS CHROMATOGRAM OF PESTICIDE FRACTION

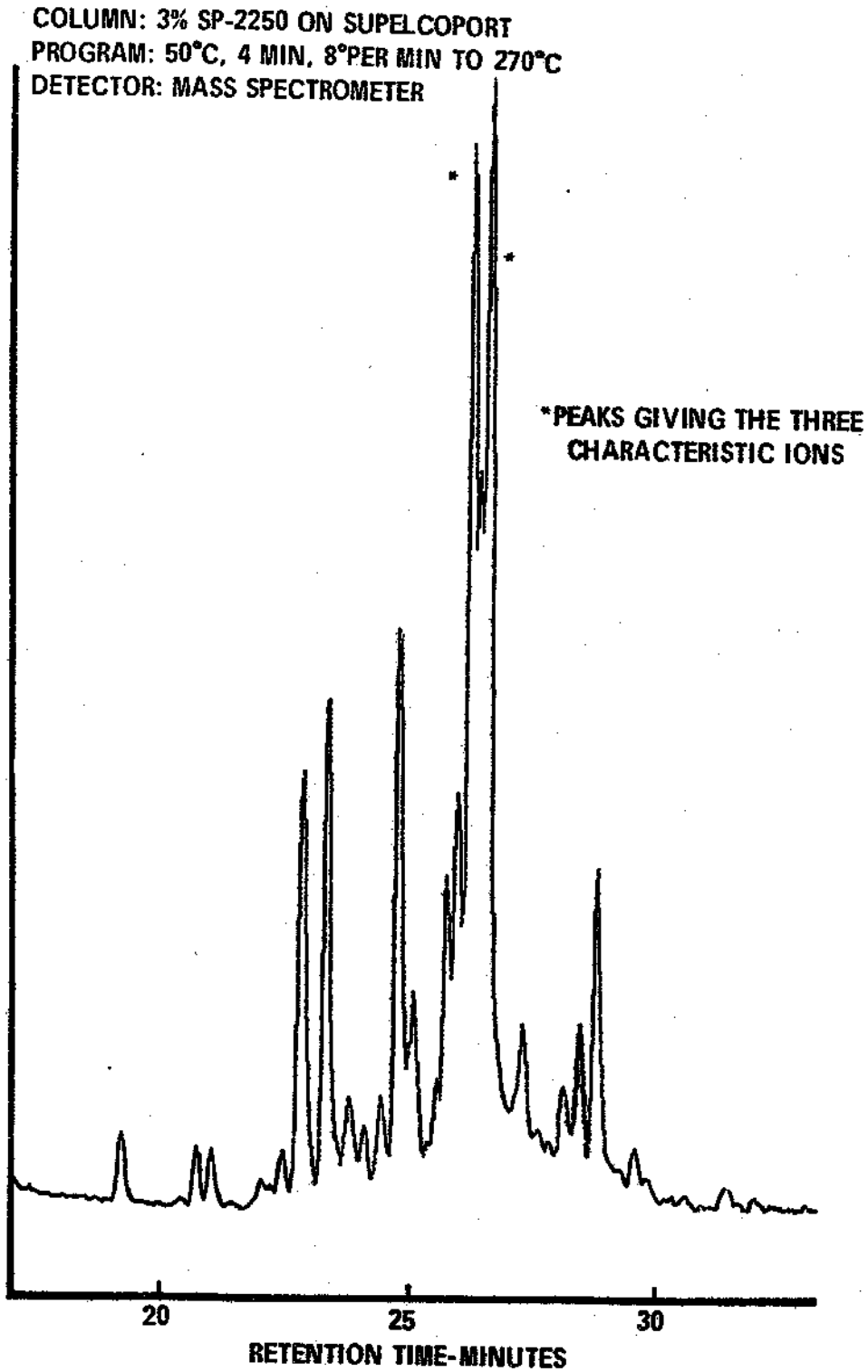


Figure 8.25-4
GAS CHROMATOGRAM OF CHLORDANE

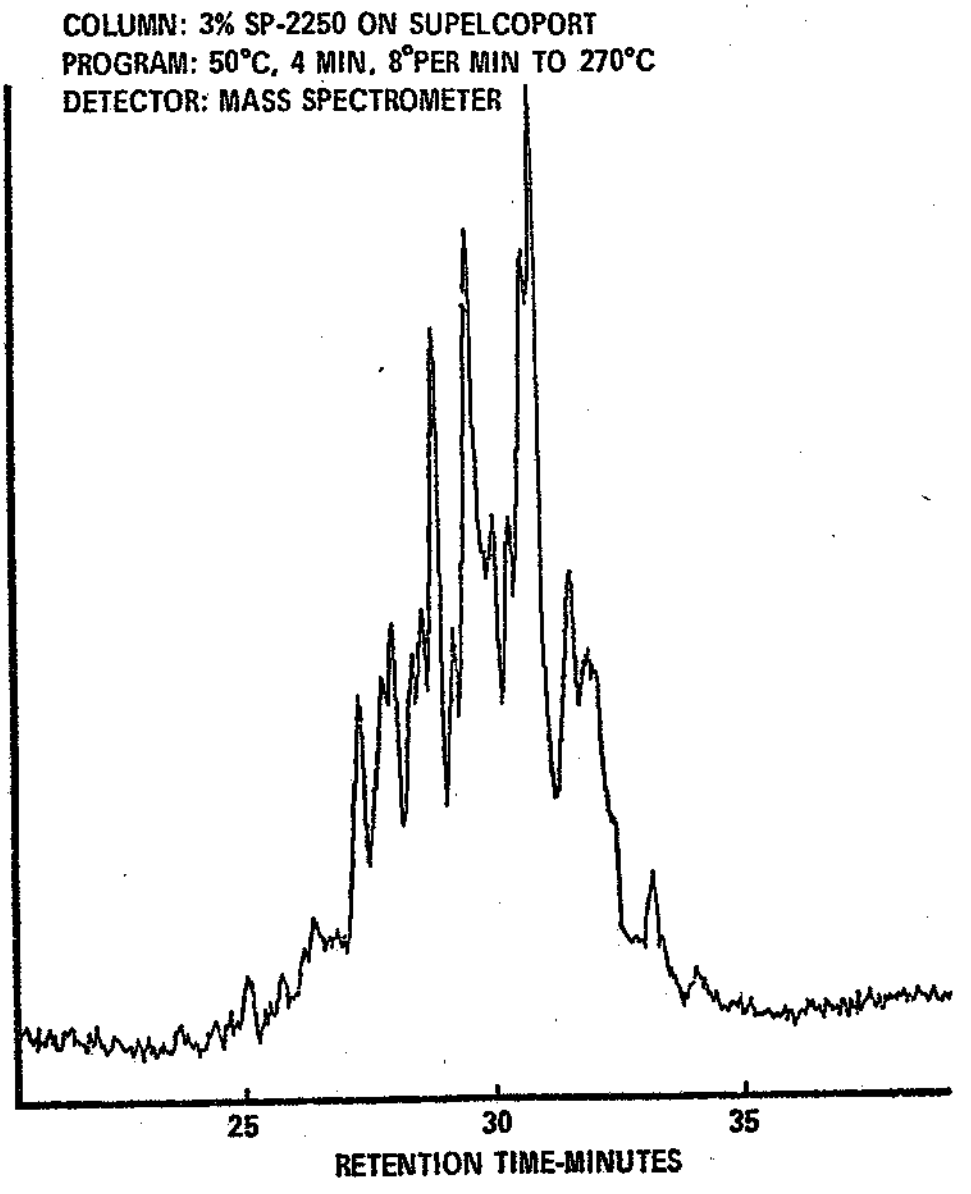


Figure 8.25-5
GAS CHROMATOGRAM OF TOXAPHENE

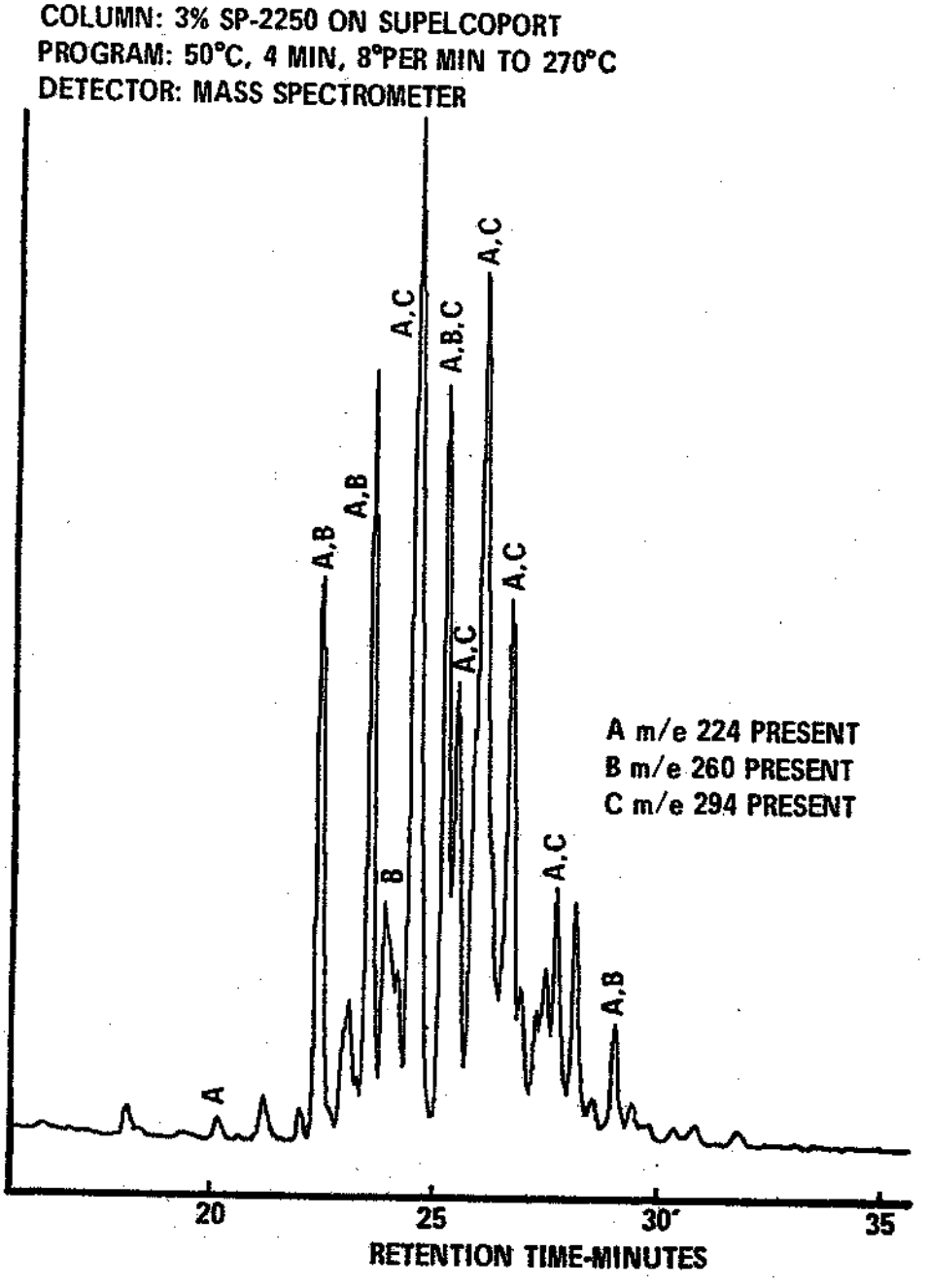


Figure 8.25-6
GAS CHROMATOGRAM OF AROCHLOR 1248

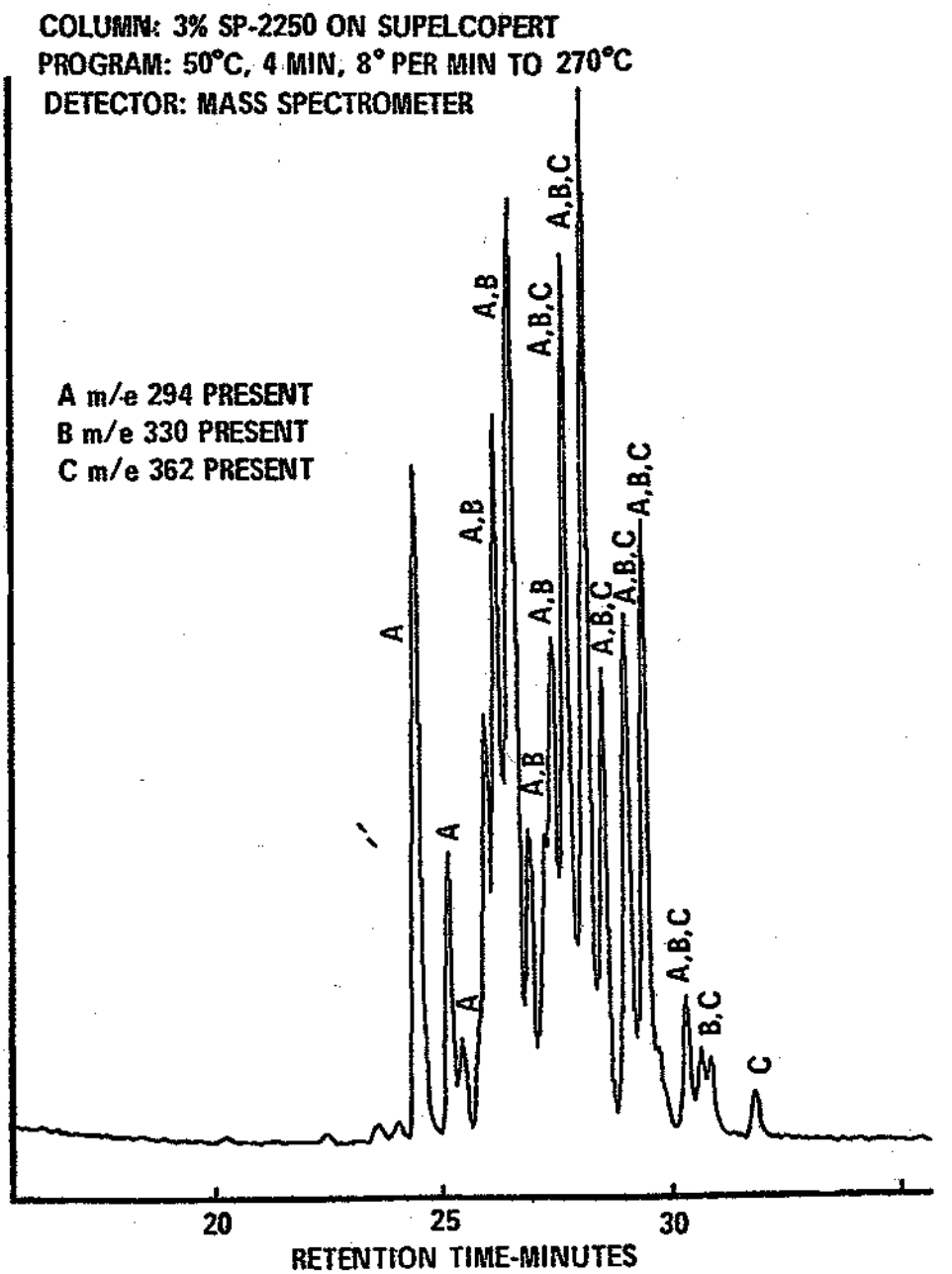


Figure 8.25-7
GAS CHROMATOGRAM OF AROCHLOR 1254

Method 8.49

GENERAL REQUIREMENTS FOR METALS ANALYSIS

1. It is essential to prevent contamination of the sample. Reagents must be of the highest grade and all laboratory equipment must be kept scrupulously clean and protected. Pipets with disposable tips are recommended. Glassware, plastic containers, and sample tubes should be subjected to the following series of washes in the order given:
   a. Thoroughly scrub with detergent and water.
   b. Rinse with a solution of one part concentrated nitric acid to one part water.
   c. Rinse with water.
   d. Rinse with a solution of one part hydrochloric acid and one part water.
   e. Rinse with water.
   f. Rinse with deionized distilled water.
   g. Dry the plastics at 50° C, the glassware at 105° C.
2. Sample bottles may be of borosilicate glass, polyethylene, polypropylene or teflon. It is recommended that they be used one time and discarded. If this is not feasible, they must be subjected to the series of washes listed in 1.
3. Deionized distilled water is made by passing distilled water through a mixed bed ion exchange resin column. All reagents, standards and dilutions shall be prepared using this water.

4. Acids must be Spectrograde. If metals are found to be present the acid they should be diluted 1:1 with distilled water and redistilled in a hood.
5. An Atomic Absorption Spectrophotometer provides the simplest and most accurate means of determining metal concentrations in the low ranges required. In principle, a prepared solution is vaporized in a flame. Metal atoms in the flame are capable of absorbing light of a particular and characteristic wavelength. When a light beam, which emanates from the pure metal in a cathode lamp, is passed through a flame, the absorption is proportional to the concentration. Through various detecting devices, this absorption may be read directly or be recorded as a peak on a strip chart recorder.

   Most metals may be determined in an air plus acetylene flame. However, some metals require more energy in order to dissociate and a nitrous oxide - acetylene flame must be used. Additionally, when the fuel itself absorbs a particular wavelength, then the fuel may be changed to a non-interfering one.

   The most common type of burner is known as a "premix" in which the spray is mixed with air or oxidant. It may be fitted with a conventional head (4 inch single slot), a 3 slot "Boling" head for air-acetylene fuel, or a 2 inch short slot for use with nitrous oxide-acetylene fuel. These various heads influence the burning rate, carbon build-up and sensitivity. The instrument manual

will list the head that has been found to work best for a given element.

A graphite furnace is especially useful for measuring low levels. In this device the sample is evaporated in a graphite tube, charred and vaporized in a confined and inert atmosphere. However, this method is susceptible to interference from chlorides and other dissolved solids. If the samples smoke, light scattering can occur which causes erroneously high results. A deuterium background corrector should be employed to correct for non-specific interference.

The spectrophotometer chosen should have a wavelength range of 190 to 800 nanometers, and use an output device with high sensitivity and fast response time. The instrument may provide direct readout or use a 10 millivolt strip chart recorder. The use of a recorder will furnish a permanent record of the analysis and the operating conditions.

Single element hollow cathode lamps are preferred. Electrodeless discharge lamps may also be used when available.

Venting

A vent must be installed 6 to 12 inches above the burner to remove toxic fumes and vapors. The slight vacuum insures a constant air flow which tends to stabilize the flame. A variable speed blower is an advantage in that the air flow may be adjusted to prevent disturbance of the flame.

7. Instrument Operation

Procedures vary with the particular model and manufacturers' instructions should be followed. In general, the following should be carried out:

a. Install the selected cathode lamp.

b. Install the proper burner head.

c. Set the wavelength dial and align the lamp.

d. Set the slit width.

e. Turn on the instrument and apply correct current.

f. Allow the instrument to warm up. This time varies but is usually around 20 minutes.

g. Turn on the air and adjust flow rate.

h. Turn on the acetylene, adjust flow rate and ignite flame. Note that it may be necessary to reduce the fuel flow if the sample fluid acts as as a fuel.

i. Atomize deionized distilled water acidified with 1.5 ml concentrated nitric acid per liter, and check the aspiration rate. Adjust the rate to between 3 and 5 ml per minute. Zero the instrument.

j. Atomize a solution containing a known amount of test element and adjust the burner up, down or sideways to get maximum response.

k. When analyses are finished, turn off the acetylene first and then the air.

Optimum Concentration Range

The most accurate results may be obtained in this range

and it varies for different elements and for different instruments. It may be necessary to dilute a sample of higher concentration in order to keep it in this range, in which case the value obtained must be doubled, tripled, etc. accordingly.

In the case of lower concentrations it may be sufficient to show that the sample is below the required limit and therefore non-hazardous. When the generator wishes to know the exact level, it may be possible to concentrate a sample to bring it into the optimum range.

It is necessary to correct for background absorption for precise work. A double beam instrument or dual double beam system permits a wider range of selectivity and precision. A background corrector is frequently useful to minimize background absorption.

Calibration

The concentration of metal in the sample is determined by comparing its absorbance to that of solutions of known concentration. The samples are preserved at a pH of less than 2 with nitric acid, and calibration is performed with distilled deionized water acidified in the same way.

Quantification

When analyzing industrial wastes or the Toxicant Extraction Procedure extract, where unknown dissolved materials may interfere with the determination, the Method of Standard Additions must be used:

Method of Standard Additions

In this method, equal volumes of sample are added to a deionized distilled water blank and to three standards containing different known amounts of the test element. The final volume of the blank and of the standards must be the same so that the interfering substance is present in the same amount. The absorbance of each solution is determined and then plotted on the vertical axis of a graph with the concentrations of the standard plotted on the horizontal axis. When the resulting line is extrapolated back to zero absorbance, the point of interception of the abscissa is the concentration of the unknown. The abscissa on the left of the ordinate is scaled the same as on right side, but in the opposite direction from the ordinate. An example of a plot so obtained is shown below:

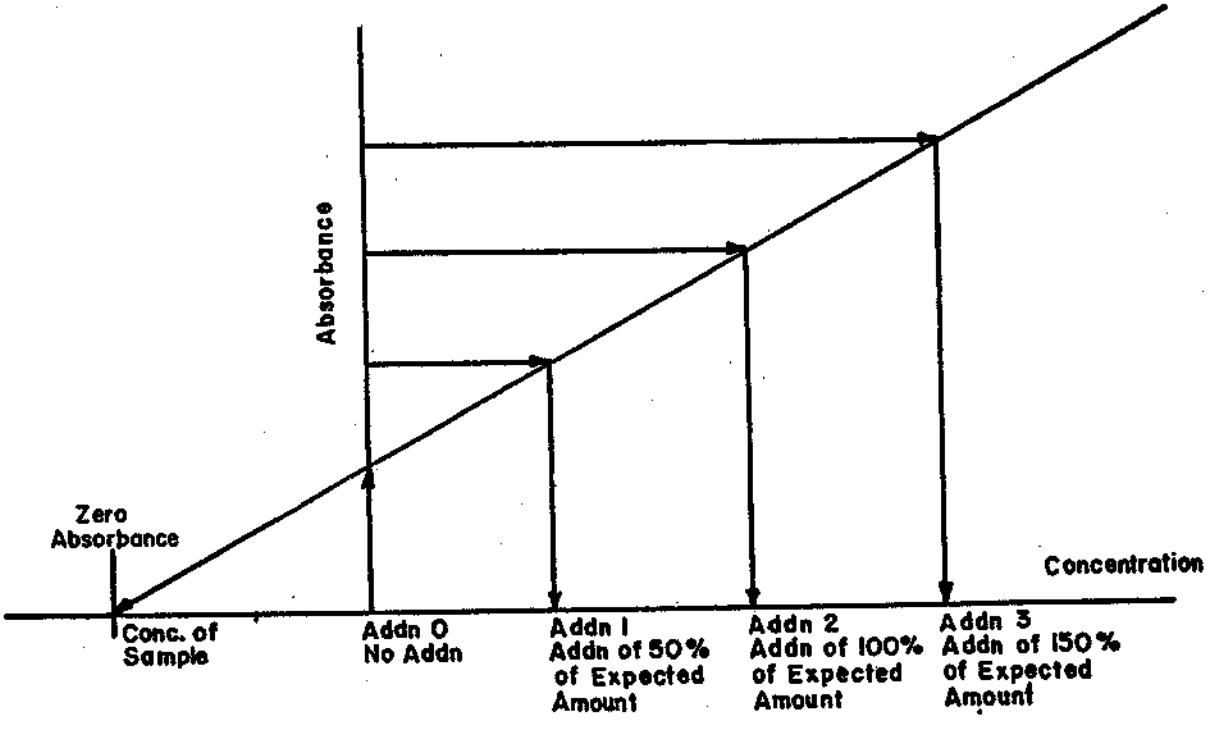


Figure 8.49-1
PLOT OF METHOD OF STANDARD ADDITIONS

Note: For this method to be valid, the plot must be linear. The slope of this line should not differ by more than 20% from the slope of the standard solutions. The effect of the assumed interference must not change as the proportion of sample to standard changes.

Solids, Sludges and Slurries

Solids, sludges and slurries may be analyzed by these methods by weighing out suitable portions and digesting as described for each metal. The material is then filtered through a 0.45 micron filter while washing down the sides of the beaker and rinsing the filter with distilled deionized water. The filtrate is then made up to a suitable volume and analyzed in the ususal manner. Results can be related back to the original sample weight and reported as mg/kg.

Conclusion

The details of the following approved methods are examples of acceptable techniques. Dilutions and concentrations may have to be varied to suit the instrument being used. It is important not to overwhelm the instrument with very high concentrations above the optimum recommended range. Contamination can result which is difficult to remove. At the same time, many dilutions introduce error which can be avoided by some knowledge of the waste beforehand. If nothing is known, caution is advised.

For additional information the applicable sections of "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", EPA 600/4-79-020 (Appendix II of this manual) may be consulted.

Method 8.50

ANTIMONY

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved methods for determining the concentration of antimony in a waste or Extraction Procedure Extract

Summary of Method

A sample is digested using nitric acid and the concentration of antimony measured using either a flame or graphite furnace equipped atomic absorption spectrometer. The flame method is most accurate when employed with solutions containing 1 - 40 mg/liter antimony while the graphite furnace procedure is best suited for solutions containing 20 - 300 ug/liter.

Apparatus

Atomic absorption spectrometer equipped with either a graphite furnace or flame burner head as described in Section 8.49.

Reagents

1. When using the flame procedure air and acetylene are required. Air should be cleaned and dried through a suitable filter to remove oil, water, and other foreign substances. The source may be a compressor or a cylinder of industrial grade compressed air. High purity acetylene should be used. Acetone which is always present in acetylene cylinders, can be prevented from entering and damaging the burner head by replacing a cylinder when its pressure has fallen to 7 kg/cm^2 (100 psig) acetylene.

2. Nitric Acid, J.T. Baker Ultrex Grade or equivalent.
3. Antimony potassuim tartrate, analytical reagent grade.
4. Hydrochloric Acid Solution, J.T. Baker Ultrex Grade or equivalent diluted 1:1 with distilled deionized water.

Procedure

Standard Solutions

1. Prepare Antimony Standard Stock Solution by dissolving 2.7426 g antimony potassium tartrate, analytical reagent grade, in distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter and bringing to volume in a 1 liter volumetric flask (1 ml = 1 mg Sb).
2. Prepare working standards from stock solution. If it is desired to work in the optimum concentration range, using the flame technique, the following is suggested:
   a. Transfer 0, 0.1, 1.0, 2.0, 3.0, and 4.0 ml of stock solution to separate 100 ml volumetric flasks. Bring to volume with distilled deionized water containing 2 ml HNO_3/liter. The concentrations of these working standards are 0, 1, 10, 20, 30 and 40 mg Sb/liter.
3. When using the graphite furnace procedure working standards should be prepared to cover the range 20 to 300 ug Sb/liter by preparing dilutions of the above working standards.

Sample Preparation

1. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml conc. HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, so that the sample does not boil. Cool, and add another 3 ml conc.

HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 1 ml of 1:1 HCl and warm the beaker in order to dissolve any precipitates. Cool the beaker. Transfer to a 100 ml volumetric flask and bring to volume using distilled deionized water containing 2 ml HNO_3/liter. Note that hydrochloric acid is used to aid in dissolving of antimony residues.

2. If particulates such as silicate remain in the sample, it must be centrifuged and the supernatant sampled.

Standard Addition

a. Take the 50, 75, and 100 ug standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standard plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 217.6 nanometers
Note: The presence of lead in the waste may interfere since lead absorbs at this wavelength. In this case, use the 231.1 nanometer antimony line.

Optimum Concentration Range: 1-40 mg/liter

Lower Detectable limit: 0.2 mg/liter

Fuel: Acetylene

Oxidant: Air

Type of Flame: Lean

A general outline for instrument operation is given in Section 8.49. Follow the manufacturer's instructions for the Spectrophotometer being used.

Graphite Furnace Method

Wavelength: 217.6 nanometers

Optimum Concentration Range: 20-300 ug/liter

Lower Detection Limit: 3 ug/liter

Purge gas: Argon or nitrogen

Drying time and temperature: 30 sec at 215° C

Ashing time and temperature: 30 sec at 800° C

Atomizing time and temperature: 10 sec at 2700° C

The conditions listed above are based on a 20 ul injection; continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual. Note: If the chloride presents a matrix problem, add an excess of 5 mg ammonium nitrate to the furnace and ash using a ramp

accessory; or with incremental steps, until ashing temperature is reached.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as described in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line, a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8.51

ARSENIC

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved for determining the concentration of arsenic in a waste or Extraction Procedure Extract. Both methods are generally acceptable for RCRA type samples. However, the graphite furnace method is sensitive to the presence of chlorides and dissolved solids in the sample, while the hydride method requires greater preparation and is sensitive to high concentrations of chromuim, copper, mercury, silver, cobalt, and molybdenum.

Summary of Methods

In the furnace method the sample is digested using nitric acid and hydrogen peroxide. The method is most accurate for solutions containing 5 - 100 ug Arsenic/liter.

In the gaseous hydride method the sample is digested using nitric and sulfuric acids. The arsenic is then reduced to the trivalent form with stannous chloride, and converted to arsine, AsH_3, using zinc metal. The hydride is swept into an argon entrained hydrogen flame for analysis. It is most accurate when employed for solutions containing 2 - 20 ug As/liter. However, mercury, silver, cobalt and molybdenum can interfere in the analysis.

Preoxidation (digestion) is required in both methods in order to convert organic forms of arsenic to the inorganic form, and to remove organic interferences.

Precaution

Severe poisoning can result from ingestion of as little as 100 mg Arsenic. Chronic effects can appear with constant intake of lower levels. Exercise care in the handling and cleanup of the materials and work area.

Graphite Furnace Method

Apparatus

1. Atomic absorbtion spectrometer equipped with a non-pyrolytic graphite furnace.

Reagents

1. Standard Stock Solution

   Stock solution may be purchased, or prepared as follows:

   a. Dissolve 4g NaOH in 100 ml distilled deionized water. Dissolve 1.3203 g of analytical reagent grade arsenic trioxide (As_2O_3) in the solution.

   b. Acidify this solution with 20 ml concentrated HNO_3.

   c. Transfer to a 1 liter volumetric flask with careful rinsing, and bring to volume with distilled deionized water. The concentration of this solution is 1000 mg arsenic/liter (1 ml=1 mg As).

2. Nickel Nitrate Solution, 5%

   Dissolve 24.780 g of ACS Reagent Grade $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ in distilled deionized water and make up to 100 ml.

3. Nickel Nitrate Solution, 1%

   Dilute 20 ml of the 5% solution to 100 ml with distilled deionized water.

4. 30% Hydrogen Peroxide, ACS Reagent Grade
5. Sodium Hydroxide, ACS Reagent Grade
6. Concentrated Nitric Acid, J.T. Baker Chemical Co. Ultrex Grade or equivalent.

Procedure

1. Transfer 100 gm (or in the case of EP Extract analysis 100 ml) of well mixed sample to a 250 ml beaker and add 2 ml of 30% H_2O_2 and 1 ml of concentrated HNO_3. Heat on a hot plate for 1 hour at 95°C or until the volume is less than 50 ml. It may be necessary to repeat this operation to digest all of the material present.
2. Cool, transfer to 50 ml volumetric flask and bring to volume with distilled deionized water.
3. If particulate matter remains, after oxidation, it must be removed by centrifugation and only the supernatant used.
4. Pipet 25 ml of this solution into a 50 ml volumetric flask. Add 5 ml of 1% nickel nitrate solution and bring to 50 ml with distilled deionized water. The sample is ready for injection.
5. Prepare standards from stock solution. The following provides standards covering the optimium working range:
6. Pipet 1 ml stock solution into a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml conc. HNO_3 per liter. The concentration of this solution is 1 mg As/liter (1 ml=1 ug As).
7. Prepare 6 working standards by transferring 0, 1.0.

2.5, 5, 7.5, and 10 ml from (a) into 100 ml volumetric flasks. Add to each flask 1 ml concentrated HNO_3, 2 ml 30% H_2O_2 and 2 ml 5% nickel nitrate solution, bring to volume with distilled deionized water. The concentrations of these working standards are 0, 25, 50, 75, and 100 ug As/liter. They are ready for injection.

8. Take the 50, 75, and 100 ug/liter standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Add 0.3 ml of 1% of nickel nitrate solution, and 0.3 ml H_2O_2 solution. Bring to volume with distilled deionized water.
9. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Add 0.8 ml nickel nitrate solution and 0.8 ml H_2O_2 solution. Bring to volume with distilled deionized water. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank, will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimium absorbance can be judged.

Instrument Operation:

Wavelength: 193.7 nanometer

Optimum Concentration Range: 5-100 ug/liter

Lower Detection Limit: 1 ug/liter

Drying time and temperature: 30 sec at 125°C

Ashing time and temperature: 30 sec at 1100°C

Atomizing time and temperature: 10 sec at 2700°C

Purge gas: Argon

These conditions are based on a 20 ul injection; continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer Model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different operating requirements. For specific information, the manufacturer of the instrument should be consulted.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as described in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Gaseous Hydride Method

Reagents

1. Potassium iodide solution: Dissolve 20 g KI in 100 ml deionized distilled water.
2. Stannous chloride solution: Dissolve 100 g $SnCl_2$ in 100 ml conc HCl.
3. Zinc slurry: Add 50 g zinc metal dust (200 mesh) to 100 ml deionized distilled water.
4. Diluent: Add 100 ml 18N H_2SO_4 and 400 ml concentrated HCl to 400 ml deionized distilled water in a 1-liter volumetric flask and bring to volume with deionized distilled water.

5. Arsenic Solutions:

   a. Stock arsenic solution, (1000 mg/liter): Dissolve 1.3203 g arsenic trioxide, As_2O_3, in 100 ml distilled water containing 4 g NaOH. Acidify with 20 ml concentrated HNO_3 and dilute to 1000 ml with deionized distilled water (1 ml = 1 mg As).

   b. Intermediate arsenic solution: Pipet 1 ml stock arsenic solution into a 100-ml volumetric flask and bring to volume with deionized distilled water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/l (1 ml = 10 ug As).

   c. Standard arsenic solution: Pipet 10 ml intermediate arsenic solution into a 100-ml volumetric flask and bring to volume with deionized distilled water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/l (1 ml = 1 ug (As).

6. Concentrated nitric acid, J.T. Baker Chemical Co. Ultrex grade or equivalent.

7. Concentrated sulfuric acid, J.T. Baker Chemical Co. Ultrex grade or equivalent.

Apparatus

1. Atomic Absorption Spectrophotometer with Boling burner.

2. Flow meter, capable of measuring 1 liter/minute, such as that used for auxiliary argon.[1]

3. Medicine dropper, capable of delivering 1.5 ml, fitted into a size "0" rubber stopper.

4. Reaction flask, a pear-shaped vessel with side arm and 50 ml capacity, both arms having 14/20 joint.[1]

5. Special gas inlet-outlet tube, constructed from a micro

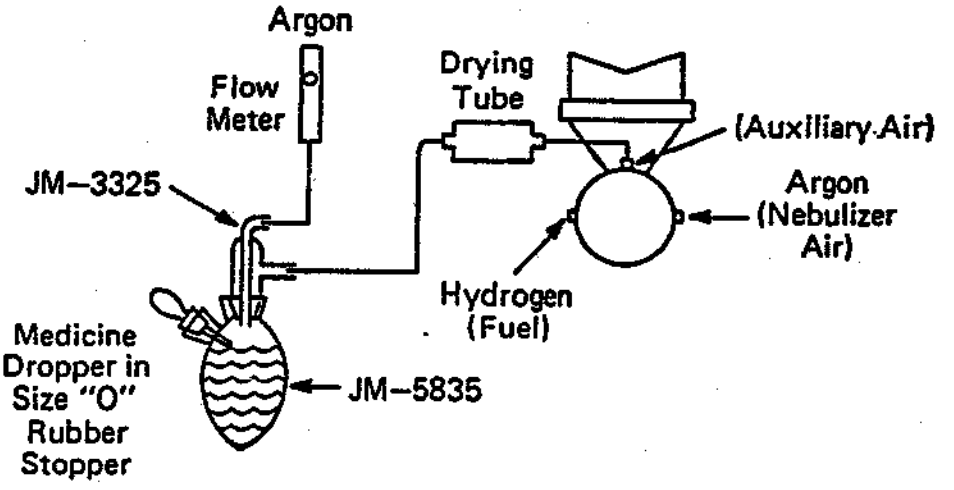
[1]Gilmont No. 12 or equivalent.

cold finger condenser[2] by cutting off the portion below the 14/20 ground glass joint.

6. Magnetic stirrer, strong enough to homogenize the zinc slurry.

7. Drying tube, 10 cm polyethylene tube filled with glass wool to keep particulate matter out of the burner.

Apparatus Set-Up



1. Assemble the apparatus as shown above.

2. Connect the outlet of the reaction vessel to the auxiliary oxidant input of the burner with tygon tubing.

3. Connect the inlet of the reaction vessel to the outlet side of the auxiliary oxidant (Argon supply) control valve of the instrument.

Procedure

1. To a 50 gm sample (or in the case of analysis of EP extracts 50 ml) of the material to be analyzed in a 100 ml beaker add 10 ml concentrated HNO_3 and 12 ml 18 N H_2SO_4. Evaporate the sample in the hood on an electric hot

[1]Scientific Glass JM-5835 or equivalent.

[2]Scientific Glass JM-3325 or equivalent.

plate until white SO_3 fumes are observed (a volume of about 20 ml). Do not let the sample char. If charring occurs, immediately turn off the heat, cool, and add an additional 3 ml of HNO_3. Continue to add additional HNO_3 in order to maintain an excess (as evidenced by the formation of brown fumes). Do not let the solution darken because arsenic may be reduced and lost. When the sample remains colorless or straw yellow during evolution of SO_3 fumes the digestion is complete. Cool the sample, add about 25 ml distilled deionized water and again evaporate until SO_3 fumes are produced in order to expel oxides of nitrogen. Cool. Transfer the digested sample to a 100 ml volumetric flask. Add 40 ml of concentrated HCl and bring to a volume with distilled deionized water.

2. Prepare working standards from the standard Arsenic solution under Reagents (5c). Transfer 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, and 2.5 ml standard to 100 ml volumetric flasks and bring to volume with diluent. These concentrations will be 0, 5, 10, 15, 20 and 25 ug As/liter.
3. Take the 15, 20, and 25 mg/liter standards and transfer quantitatively 25 ml from each into separate 50 ml volumetric flasks. Add to each 10 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.
4. Add 10 ml of prepared sample to a 50 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water

containing 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank, will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

5. Transfer a 25-ml portion of the digested sample or standard to the reaction vessel, and add 1 ml potassium iodide solution. Add 0.5 ml $SnCl_2$ solution. Allow at least 10 min for the metal to be reduced to its lowest oxidation state. Attach the reaction vessel to the special gas inlet-outlet glassware. Fill the medicine dropper with 1.50 ml zinc slurry that has been kept in suspension with the magnetic stirrer. Firmly insert the stopper containing the medicine dropper into the side neck of the reaction vessel. Squeeze the bulb to introduce the zinc slurry into the sample or standard solution. The metal hydride will produce a peak almost immediately. After the recorder pen begins to return to the base line, the reaction vessel can be removed. Caution: Arsine is very toxic. Caution must be taken to avoid inhaling arsine gas.

Instrument Operation

Fuel: Argon-hydrogen flame

Wavelength: 193.7 nanometer

Optimium Concentration Range: 2-20 ug As/liter

Lower Detection Limit: 2 ug/liter

1. Turn on the Argon and adjust the flow rate to about 8 liters/minute, with an auxiliary Argon flow of 1 liter/minute.

2. Turn on the hydrogen, adjust flow rate to about 7 liters/minute and ignite. The flame is colorless. The hand may be passed 1 ft above the burner to detect heat, in order to insure ignition.

Follow the instructions given with the Atomic Absorption Spectrophotometer.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as described in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/10 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8.52

BARIUM

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved methods for determining the concentration of Barium in a waste or an Extraction Procedure Extract.

Summary of Method

The sample is digested using nitric and/or hydrochloric acids and the concentration of Barium measured using either a flame or graphite furnace equipped atomic absorption spectrophotometer. The flame method is most accurate when employed with solutions containing 1-20 mg Ba/liter while the graphite furnace procedure is best suited for solutions containing 10-200 ug Ba/liter.

Precaution

Barium affects the heart muscle. A dose of 550 to 600 mg is considered fatal to man. Afflictions resulting from ingestion, inhalation or absorption involve the heart, blood vessels and nerves.

Interferences

If a nitrous oxide-acetylene flame is used with Direct Aspiration chemical interferences are virtually eliminated. In this method Potassium (1000 mg/l) is added to prevent ionization of barium in this flame. If the air-acetylene flame must be used then the presence of phosphate, silicon and aluminum will lower the barium absorbance. This may be overcome by addition of lanthanum.

The graphite furnace method is sensitive to the presence of chlorides and dissolved solids.

Direct Aspiration Method

Reagents

1. Air, cleaned and dried through a suitable filter to remove oil, water, and other foreign substances. The source may be a compressor or a cylinder of industrial grade compressed air.
2. Acetylene, should be of high purity. Acetone, which is always present in acetylene cylinders, can be prevented from entering and damaging the burner head by replacing the cylinder when its pressure has fallen to 100 psig.
3. Deionized distilled water: Use deionized distilled water for the preparation of all reagents and calibration standards, and as dilution water.
4. Hydrochloric acid, HCl, concentrated, Ultrex grade.
5. Nitric acid, HNO_3, concentrated, Ultrex grade.
6. Nitrous oxide, commercially available cylinders.
7. Potassium Chloride solution: Dissolve 95 g KCl in distilled deionized water and bring to volume in a 1 liter volumetric flask.
8. Lanthanum Chloride solution if needed. Dissolve 25 g, reagent grade, La_2O_3 slowly in 250 ml concentrated. HCl. (Reaction is violent.) Dilute to 500 ml with distilled deionized water.
9. Barium Standard Stock Solution

1000 mg/liter solution may be purchased or prepared as follows: Dissolve 1.7787 g barium chloride dihydrate, ($BaCl_2.2H_2O$), analytical, reagent grade, in about 200 ml distilled deionized water. Add 1.5 ml conc. HNO_3. Add to 1 liter volumetric flask and bring to volume. 1 ml = 1 mg Ba.

Apparatus

1. Atomic Absorption Spectrophotometer with nitrous oxide burner head with 2" slot. Note: A razor blade is required to dislodge, about every 20 minutes, the carbon crust that forms along the slot surface.
2. T-junction valve for rapidly changing from nitrous oxide to air, so the flame can be turned on or off with air as oxidant to prevent flashbacks.

Procedure

1. Sample preparation
   a. Transfer 100 ml of sample to a 250 ml beaker and add 3 ml concentrated HNO_3. Place it on a hot plate and evaporate to near dryness, slowly, so that the sample does not boil. Cool the beaker and add another 3 ml HNO_3. Cover with a watch glass and return to the hot plate. Continue heating gently, and add acid as necessary until the material is light in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 2 ml of 1:1 HCl and warm the beaker to dissolve any precipitate. Wash down the beaker and watch glass with distilled

deionized water and transfer quantitatively to a 100 ml volumetric flask, add 2 ml Potassium Chloride solution and bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

Note: If air-acetylene is being used add 4.7 ml lanthamum chloride solution before bringing to volume.

b. If insoluble silicates or other material is present the sample must be filtered or centrifuged and the supernatant sampled.

2. Prepare working standards from the Standard Stock Solution. If it is desired to bracket the optimum concentration range the following is suggested:

a. Transfer 0, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, and 2 ml of Standard Stock Solution to 100 ml volumetric flasks. Add 2 ml potassium chloride solution. If lanthanum chloride was added to the sample, 4.7 ml must be added to the standards. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/liter. The concentrations of these standards will be 0, 1, 5, 10, 15 and 20 mg Ba/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 5, 10, and 15 mg standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample and 0.06 ml KCl solution. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Add 0.16 ml KCl solution and bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Note: The graph peak from the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The peaks from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 553.6 nanometers

Fuel: acetylene

Oxidant: Nitrous Oxide

Type of flame: Fuel rich

Optimum Concentration Range: 1-20 mg/liter Lower Detection Limit: 0.1 mg/liter

Follow the instructions given with the Atomic Absorption Spectrophotometer. The following is included as a guide:

a. Install a nitrous oxide burner head.

b. Turn on the acetylene (without igniting the flame), and adjust the flow rate to the value specified by the manufacturer for a nitrous oxide-acetylene flame.

c. Turn off the acetylene.

d. With both air and nitrous oxide supplies turned on, set the T junction valve to nitrous oxide and adjust

the flow rate according to the specifications of the manufacturer.

e. Turn the switching valve to the air position and verify that the flow rate is the same.

f. Turn the acetylene on and ignite to a bright yellow flame.

g. With a rapid motion, turn the switching valve to nitrous oxide. The flame should become rose-red; if it does not, adjust fuel flow to obtain a red cone in flame.

h. Atomize deionized distilled water containing 1.5 ml conc. HNO_3/l and check the aspiration rate. Adjust if necessary to a rate between 3 and 5 ml/min.

i. Atomize a 1-mg/l standard of the metal and adjust the burner (both sideways and vertically) in the light path until maximum response is obtained.

j. The instrument is now ready to run standards and samples.

k. To extinguish the flame, turn the switching valve from nitrous oxide to air, and turn off the acetylene. This procedure eliminates the danger of flashback that may occur on direct ignition or shutdown of nitrous oxide and acetylene.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs. concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions defined in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/5

the concentration of the original sample. If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Graphite Furnace

Reagents

1. Barium Standard Stock Solution 1000 mg/liter solution may be purchased or prepared as follows: Dissolve 1.7787 g barium chloride dihydrate, $BaCl_2.2H_2O$ analytical reagent grade, in about 200 ml distilled deionized water. Add 1.5 ml concentrated HNO_3 and bring to volume in a 1 liter volumetric flask. 1 ml = 1 mg Ba.
2. Concentrated Nitric Acid

Procedure

Sample Preparation

(Note: All chloride and hydrochloric acid is avoided.)

1. a. Transfer 100 ml of sample to a 250 ml beaker and add 3 ml concentrated HNO_3. Place it on a hot plate and evaporate to near dryness, slowly, so that the sample does not boil. Cool the beaker and add another 3 ml HNO_3. Cover with a watch glass and return to the hot plate. Continue heating gently, and add acid as necessary until the material is light in color. Evaporate to near dryness and cool. Add a small quantity of 1:1 HNO_3 and warm the beaker to dissolve any precipitate.

Wash down the beaker and watch glass with distilled deionized water and transfer quantitatively to a 100 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

b. If insoluble silicates or other material is present the sample must be filtered or centrifuged and the supernatant sampled.

2. a. Prepare working standards from the Standard Stock Solution. If it is desired to bracket the optimum concentration range the following is suggested:

b. Transfer 1 ml stock solution to a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water acidified with 1.5 ml conc. HNO_3/liter. Concentration: 1000 ug Ba/liter.

c. Transfer 0, 5, 10, 15, and 20 ml from a) to separate 100 ml volumetric flasks and bring to volume with distilled deionized water acidified with 1.5 ml concentrated HNO_3/liter. The concentrations of these working standards will be 0, 50, 100, 150, and 200 ug Ba/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 100, 150, and 200 ug standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric

flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Note: The absorbance of the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance of the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 553.6 nanometers

Optimum Concentration range: 10 - 200 ug/liter Lower Detection limit: 2 ug/liter

Drying time and temperature: 30 seconds at 125°C

Ashing time and temperature: 30 seconds at 1200°C

Atomizing time and temperature: 10 seconds at 2800°C

Purge gas: Argon. Do not use nitrogen.

These conditions are based on a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in Section 8.49. The extrapolated value will be the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-

linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8.53

CADMIUM

Scope and Application

The following procedures are approved methods for determining the concentration of Cadmium in a waste or Extraction Procedure Extract.

Precaution

Cadmium is highly toxic. Minute quantities are suspected of causing adverse changes in human kidneys.

Cadmium is particularly susceptible to contamination of the work area. Special care should be taken in the handling of the material.

Comments

Two Atomic Absorption methods are described.

1. Direct Aspiration

   This method is suitable for higher concentrations (0.05-2 ug/liter optimum).

2. Graphite Furnace

   This method is suitable for lower levels (0.5-10 ug/liter optimum).

Direct Aspiration

Reagents

1. Air free of oil, water, and other foreign substances. The source may be purified air from a compressor or a cylinder of industrial grade compressed air.

2. Acetylene, standard commercial grade. Acetone, which is always present in acetylene cylinders, can be prevented from entering and damaging the burner head by replacing a cylinder when its pressure has fallen to 7 kg/cm^2 (100 psig) acetylene.
3. Nitric Acid, concentrated, ACS.
4. Cadmium Standard Stock Solution (1000 mg/liter): Carefully weigh 3.1368 g Cadmium Sulfate Octahydrate ($Cd\ SO_4.8\ H_2O$), analytical reagent grade, and dissolve in distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. Transfer quantitatively to a 1 liter volumetric flask and bring to volume with the same water. 1 ml = 1 mg Cd.
5. Hydrochloric acid solution: Dilute concentrated HCl (ACS) 1:1 with distilled deionized water.

Procedure

Sample Preparation

1. Transfer 100 gm of well-mixed sample (use 100 ml when analyzing an EP extract) to a 250 ml beaker. Add 3 ml concentrated HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, so that the sample does not boil. Cool, and add another 3 ml concentrated HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 5 ml of 1:1 HCl and warm the beaker just to dissolve any precipitates.

b. Cool and bring to 100 ml with distilled deionized water.

2. If particulates such as silicates remain in the sample it must be centrifuged and the supernatant aspirated.

3. Prepare working standards from stock solution. If it is desired to work in the optimum concentration range the following is suggested:

   a. Transfer 10 ml stock solution to a 100 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/ liter. Concentration: 100 mg/liter.

   b. Transfer 0, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, and 2.0 ml solution from a) to separate 100 ml volumetric flasks. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. The concentrations of these standards will be 0, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, and 2.0 mg Cd/liter.

Standard Addition

   a. Take the 1.0, 1.5, and 2.0 mg/liter standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

   b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containg 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 228.8 nanometers

Optimum Concentration Range: 0.05 - 2 mg/liter

Lower Detection Limit: 0.005 mg/liter

Fuel: Acetylene

Oxidant: air

Type of flame: oxidizing.

A general outline for instrument operation is given in Section 8.49. Follow the manufacturer's instructions for the Spectrophotometer being used.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Graphite Furnace

Reagents

1. Cadmium Standard Stock Solution (1000 mg/liter). Carefully weigh 3.1368 g Cadmium Sulfate Octahydrate ($CdSO_4.8H_2O$), analytical reagent grade, and dissolve in distilled deionized water containing 5 ml concentrated HNO_3/liter. Transfer quantitatively to a 1 liter volumetric flask and bring to volume with the same water. 1 ml = 1 mg Cd.
2. Concentrated HNO_3 (ACS)
3. Concentrated HNO_3 diluted 1:1 with distilled deionized water.
4. Ammonium phosphate solution (40%) Dissolve 40 grams Ammonium mono hydrogen phosphate, $(NH_4)_2HPO_4$, analytical reagent grade, in distilled deionized water and bring to 100 ml.

Procedure

1. Sample Preparation
   a. Transfer 100 gm of well-mixed sample (or when analyzing an EP extract 100 ml) to a 250 ml beaker. Add 3 ml concentrated HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, so that the sample does not boil. Cool, and add another 3 ml concentrated HNO_3. Cover the beaker with a watch glass, and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of concentrated HNO_3 until the

sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 1 ml of 1:1 HNO_3 and warm the beaker just to dissolve any precipitates. Cool the beaker.

b. Add 2 ml Ammonium phosphate solution and bring to 100 ml with distilled deionized water.

2. If particulates such as silicates remain in the sample it must be centrifuged and the supernatant sampled.

3. Prepare working standards from the stock solution. If it is desired to work in the optimum concentration range the following is suggested:

a. Transfer 1 ml stock solution to a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml concentrated HNO_3/liter. Concentration: 1000 ug/liter.

b. Transfer 10 ml from a) to a 100 ml volumetric flask and bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml HNO_3/liter. Concentration: 100 ug/liter.

c. Transfer 0, 0.5, 1.0, 2.5, 5.0, and 10 ml from b) to 100 ml volumetric flasks. Add 2 ml Ammonium phosphate solution. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml HNO_3/liter. The concentrations of these working standards will be 0, 0.5, 1.0, 2.5, 5.0, and 10 ug Cd/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 2.5, 5.0 and 10 ug/liter standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample and 0.06 ml ammonium phosphate solution. Bring to volume with distilled deionized water.

   b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask and add 0.16 ml ammonium phosphate solution. Bring to volume with distilled deionized water. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimium absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 228.8 nanometers

Optimum Concentration Range: 0.5 - 10 ug/liter

Lower Detection Limit: 0.1 ug/liter

Purge Gas: Argon

Drying time and temperature: 30 sec at 125°C

Ashingtime and temperature: 30 sec at 500°C

Atomizing time and temperature: 10 sec at 1900°C

These conditions are based on a 20 ul injection continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer

model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in Section 4.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8.54

CHROMIUM

Scope and Application

The following procedures are approved methods for determining the concentration of chromium in an Extraction Procedure Extract, an industrial liquid waste, or landfill liquid component or leachate.

Precaution

Hexavalent chromium is both acutely toxic and carcinogenic to man. While the trivalent form is less toxic to humans, care should be exercised in its handling.

Summary of Method

The sample is digested using nitric and/or hydrochloric acids and the concentration of chromium measured using either a flame or graphite furnace equipped atomic absorption spectrophotometer. The flame method is most acurate when employed with solutions containing 0.5-10 mg Cr/liter while the graphite furnace procedure is best suited for solutions containing 5-100 ug Cr/liter.

Comments

1. The direct aspiration method is suitable for a concentration range of 0.5-10 mg/l. The nitrous oxide-acetylene flame is recommended bacause, while less sensitive, it eliminates interferences from other common metals such as iron and nickel. If the air-acetylene flame must be used it should be lean. Interference from other ions has reportedly been overcome by addition of ammonium biflouride.

2. In the furnace method the presence of calcium interferes. However, since at concentrations above 200 mg/l its effect becomes constant, it is added to insure this minimum level. Hydrogen peroxide is used to bring all chromium present in the sample to the +6 state.

Direct Aspiration

Reagents

1. Nitrous oxide, commercially available cylinders
2. Acetylene should be of high purity standard commercial grade.
3. Concentrated Nitric Acid (HNO_3)
4. Chromium Stock Solution (1000 mg/liter):
   Dissolve 1.9231 grams chromium trioxide (CrO_3) analytical reagent grade, in deionized distilled water. Add 1.5 ml HNO_3 and bring to volume in a 1 liter volumetric flask with this same water (1 ml = 1 mg Cr).
5. 1% ammonium biflouride solution if needed for air-acetylene flame:
   Dissolve 0.2 grams sodium sulfate in distilled deionized water. Add 1 gram ammonium biflouride (NH_4HF_2). Bring to volume in a 100 ml volumetric flask with distilled deionized water.

Apparatus

1. Atomic Absorption Spectrophotometer with nitrous oxide burner head with 2" slot.
2. T-junction valve for rapidly changing from nitrous oxide to air, so the flame can be turned on or off with air as oxidant to prevent flashbacks.

Procedure

Sample preparation

1. a. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml conc HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, taking care not to let the sample boil. Cool, and add another 3 ml conc HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 1 ml HNO_3 and warm the beaker until any precipitates present dissolve.

   b. Cool and bring to 100 ml with distilled deionized water.

   Note: If the air-acetylene flame is used add 1 ml ammonium biflouride solution just before making up to 100 ml volume.

2. If particulates, such as silicates, remain in the digested sample, then centrifuge the digestate and only aspirate the supernatant.

3. Prepare working standards from stock solution. To bracket the optimum concentration range the following is suggested:

   a. Transfer 0, 0.1, 0.2, 0.5, 0.8, and 1.0 ml stock solution to separate 100 ml volumetric flasks. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. These working standards will contain 0, 1, 2, 5, 8 and 10 mg Cr/liter.

Note: If the air-Acetylene flame must be used add 1 ml ammonium biflouride solution just before making up to 100 ml volume.

4. Standard Addition

a. Take the 5, 8, and 10 mg standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank (b), will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 357.9 nanometers

Optimum concentration range: 0.5-10 mg/liter

Lower detection limit: 0.05 mg/liter

Fuel: Acetylene

Oxident: Nitrous Oxide

Type of Flame: Fuel rich

Follow the instructions given with the Atomic Absorption Spectrophotometer. The following is included as a guide:

a. Install a nitrous oxide burner head.

b. Turn on the acetylene (without igniting the flame), and adjust the flow rate to the value specified by the manufacturer for a nitrous oxide-acetylene flame.

c. Turn off the acetylene.

d. With both air and nitrous oxide supplies turned on, set the T-junction valve to nitrous oxide and adjust the flow rate according to the specifications of the manufacturer.

e. Turn the switching valve to the air position and verify that the flow rate is the same.

f. Turn the acetylene on and ignite to a bright yellow flame.

g. With a rapid motion, turn the switching valve to nitrous oxide. The flame should become rose-red; if it does not, adjust fuel flow to obtain a red cone in flame.

h. Atomize deionized distilled water containing 1.5 ml conc. HNO_3/l and check the aspiration rate. Adjust if necessary to a rate between 3 and 5 ml/min. Atomize a 1 mg/l standard of the metal and adjust the burner (both sideways and vertically) in the light path until maximum response is obtained. The instrument is now ready to run standards and samples.

1. To extinguish the flame, turn the switching valve from nitrous oxide to air, and turn off the acetylene. This procedure eliminates the danger of flashback that may occur on direct ignition or shutdown of nitrous oxide and acetylene.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs the concentration are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in General Requirements #11. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Graphite Furnace

Reagents

1. Chromium Standard Stock Solution (1000 mg/liter):
   a. Dissolve 1.9231 grams Chromium trioxide (CrO_3) analytical reagent grade, in deionized distilled water. Add 5 ml HNO_3 and bring to volume in a 1 liter volumetric flask with this same water (1 ml = 1 mg Cr).
2. Concentrated HNO_3
3. Calcium nitrate solution:
   Dissolve 11.8 grams Calcium nitrate tetrahydrate ($Ca(NO_3)_2.4H_2O$), analytical reagent grade in deionized distilled water and dilute to 100 ml (1ml = 20mg Ca).
4. 30% hydrogen peroxide

Procedure

Sample Preparation

1. a. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml conc HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, taking care not to let the sample boil. Cool, and add another 3 ml conc HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 1 ml of 1:1 HNO_3 and warm the beaker until any precipitate present dissolves. Cool the beaker.

b. Add 1 ml of 30% hydrogen peroxide and 1 ml Calcium nitrate solution. Transfer to a 100 ml flask and bring to volume with distilled deionized water.

2. If any particulates such as silcates remain in the digested sample, then centrifuge the digestate and only aspirate the supernatant.

3. Prepare working standards from stock solution: To bracket the optimum working range the following is suggested:

   a. Transfer 1 ml stock solution to a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml HNO_3/liter. Concentration 1000ug/liter.

   b. Transfer 0, 1, 2.5, 5, 7.5 and 10 ml from a) to separate 100 ml volumetric flasks. Add 1 ml 30% hydrogen peroxide and 1 ml calcium nitrate solution. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml HNO_3/liter. The concentrations of these working standards are 0, 10, 25, 50, 75, and 100 ug Cr/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 50, 75, and 100 ug standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Add 0.03 ml $CaNO_3$ solution and 0.03 ml H_2O_2 solution. Bring to volume with distilled deionized water.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Add 0.08 ml $CaNO_3$ solution and 0.08 ml H_2O_2 solution. Bring to volume with distilled deionized water. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank (b), will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 357.9 nanometers

Optimum Concentration Range: 5-100 ug/liter

Lower detection limit: 1 ug/liter

Purge gas: Argon

Drying time and temp.: 30 secs-125°C

Ashing time and temp.: 30 secs-1000°C

Atomizing time and temp.: 10 secs-2700°C

The conditions listed above are based on a 20 ul injection; continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in General Requirements #11. The extrapolated

value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8:56

LEAD

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved methods for determining the concentration of Lead in a waste or an Extraction Procedure Extract.

Precaution

Lead is poisonous and accumulates in the body. Drinking water does not usually contain more than 20 ug/liter. It can be leached from old lead plumbing by acid water.

Summary of Method

The sample is digested using nitric and/or hydrochloric acids and the concentration of lead measured using either a flame or graphite furnace equipped atomic absorption spectrophotometer. The flame method is most accurate when employed with solutions containing 1-20 mg Pb/liter while the graphite furnace procedure is best suited for solutions containing 5-100 ug Pb/liter.

Comments

1. Two wavelengths are suitable and may be tested for best operating conditions. The 217.0 nm wavelength is more sensitive but may produce more background noise.
2. The Graphite Furnace method is susceptible to sulfate interference. Up to 1500 ppm sulfate can be suppressed by addition of Lanthanum.

3. Contamination of the working environment is a special problem. All glassware should be cleaned immediately prior to use and then covered.

Direct Aspiration

Reagents

1. Air, cleaned and dried through a suitable filter to remove oil, water, and other foreign substances. The source may be a compressor or a cylinder of industrial grade compressed air. Breathing quality air can cause flashback.
2. Acetylene should be of high quality grade. Avoid "purified grade" acetylene. Acetone, which is always present in acetylene cylinders, can be prevented from entering and damaging the burner head by replacing a cylinder when its pressure has fallen to 7 kg/cm^2 (100 psig) acetylene.
3. Nitric Acid conc.
4. Lead Standard Stock Solution 1000 mg/liter stock solution may be purchased or prepared as follows: Dissolve 1.5985 g lead nitrate ($Pb(NO_3)_2$) analytical reagent grade, in about 200 ml distilled deionized water. Acidify with 10 m l conc. HNO_3 and bring to volume in a 1 liter volumetric flask. (1 ml = 1 mg Pb.)
5. Hydrochloric acid solution: Dilute conc. HCl 1:1 with distilled deionized water.

Procedure

Sample Preparation

1. a. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml conc. HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, in order to keep the sample from boiling. Cool, and add another 3 ml conc. HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 5 ml of 1:1 HCl and warm the beaker just to dissolve any precipitates.

   b. Cool and bring to 100 ml with distilled deionized water.

2. If particulates such as silicates remain in the sample it must be centrifuged and the supernatant aspirated.

3. Prepare working standards from stock solution. If it is desired to work in the optimum concentration range the following is suggested:

   a. Transfer 0, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, and 2.0 ml of stock solution to separate 100 ml volumetric flasks. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. The concentrations of these working standards are 0, 1, 5, 10, 15, and 20 mg Pb/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 10, 15, and 20 mg standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

   b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

   Note: The absorbance from the blank (b), will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 283.3 nanometers
217.0 nanometers (more sensitive)

Optimum Concentration Range: 1-20 mg/liter

Lower Detectable limit: 0.1 mg/liter Fuel: Acetylene

Oxidant: Air

Type of flame: Oxidizing

This method is especially sensitive to turbulance in the flame. Special care should be taken to position the burner so that the light beam passes through the most

stable center portion of the flame. The absorbance should be maximized with a lead standard.

A general outline for instrument operation is given in Section 8.49. Follow the manufacturer's instructions for the Spectrophotometer being used.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a nonlinear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Graphite Furnace

Reagents

1. Lead Standard Stock Solution 1000 mg/liter stock solution may be purchased or prepared as follows: Dissolve 1.5985 g lead nitrate ($Pb(NO_3)_2$) analytical reagent grade, in about 200 ml distilled deionized water. Acidify with 10 ml conc HNO_3 and bring to volume in a 1 liter volumetric flask. 1 ml = 1 mg Pb.
2. Concentrated HNO_3
3. Lanthanum Nitrate Solution: Dissolve 58.64 g analytical reagent grade Lanthanum oxide ($La_2 O_3$) in 100 ml conc. HNO_3 and dilute to 1000 ml with distilled deionized water. 1 ml = 50 mg La.

Procedure

Sample Preparation

1. a. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml conc. HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, so that the sample does not boil. Cool, and add another 3 ml conc. HNO_3. Cover the beaker with a watch glass, and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 1 ml of 1:1 HNO_3 and warm the beaker just to dissolve any precipitates. Cool the beaker. Add 10 ml of Lanthanum nitrate

solution and bring to volume in a 100 ml volumetric flask using distilled deionized water.

2. If particulates such as silicates remain in the sample it must be centrifuged and the supernatant sampled.

3. Prepare working standards from the Stock solution. If it is desired to work in the optimum concentration range the following is suggested:

   a. Transfer 1 ml stock solution to a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml conc. HNO_3/liter. Concentration: 1000 ug/liter.

   b. Transfer 0, 0.5, 2.5, 5.0, 7.5, and 10 ml from (a) to separate 100 ml volumetric flasks. Add 10 ml Lanthanum Nitrate solution and bring to volume using distilled deionized water. The concentrations will be 0, 5, 25, 50, 75, and 100 ug/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 50, 75, and 100 ug standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Add 0.8 ml lanthanum nitrate solution and bring to volume with distilled deionized water.

   b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Add 0.8 ml lanthanum nitrate solution and bring to volume with distilled deionized water. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank (b), will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimium absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 283.3 nanometers
217.0 nanometers

Optimum concentration range: 5-100 ug/liter

Lower detection limit: 1 ug/liter.

Purge gas: Argon

Drying time and temp: 30 sec - 125°C

Ashing time and temp: 30 sec - 500°C

Atomizing time and temp: 10 sec - 2700°C

The 217.0 nanometer wavelength is more sensitive. The electrodeless discharge lamp has been reported helpful at this wavelength. The sample may also be successfully atomized at a lower temperature. (2400°C)

The conditions listed above are based on a 20 ul injection; continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard

Additions as defined in Section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a nonlinear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8.57

MERCURY

Scope and Application

The flameless, cold vapor, atomic absorption procedure is approved for use in determining the concentration of mercury in an Extraction Procedure Extract, a RCRA waste, or landfill leachate.

Precaution

The extreme toxicity of mercury is well known. Care should be taken in the handling of materials and to avoid breathing any vapors. A trap should be constructed to receive the exhaust gas.

Summary of Method

The sample is pretreated to break down organic mercury compounds, and the mercury is then reduced to the zero oxidation state. In this form it is swept from the solution by a purge gas and enters a glass or plastic absorption cell. This cell has been aligned with the light beam from the mercury hollow cathode lamp in the atomic absorption spectrophotometer, and the mercury absorption is proportional to the concentration.

Comments

1. The method is subject to interference from sulfide above 20 mg/l. Oxidation with potassium permanganate can be used to remove this interference.

2. Chloride containing wastes require excess permanganate for removal. Chlorine gas is generated and must be purged from the sample before analysis.
3. Copper may also interfere. It is expected that the Method of Standard Addition will compensate for this.
4. In this method it is possible that some organic substance will not be oxidized and will absorb at the given wavelength. In this case, a second sample can be prepared and analyzed without adding any stannous sulfate to reduce the mercury. The true mercury value can then be found from the difference.
5. Disposal of residues:

   The wastes from mercury analyses can be saved and treated to recover the mercury. (See "Disposal".) The contaminated mercury may be returned to the manufacturer for recycling.

Apparatus

1. An atomic absorption spectrophotometer with an open presentation area so that the cold vapor cell may be attached to it.
2. Absorption cell 10 cm. long and about 1" diameter; composed of glass or plexiglass and having quartz end windows.
3. Air pump capable of delivering 2 liters of air/minute with rotameter for monitoring air flow.
4. Tygon aeration tubing and glass tube with fritted end (coarse porosity glass).
5. Drying tube 6" x 3/4" dia. containing 20 grams magnesium perchlorate.

6. 60 W light bulb positioned to shine on the absorption cell so that the temperature is maintained 10°C above ambient. This prevents condensation by moisture. If the drying tube is used this may not be necessary.
7. Scrubber bottle containing a glass frit immersed in absorbing solution:
   a. 1 part 0.1 molar potassium permanganate to 1 part 10% sulfuric acid. or
   b. 3% potassium iodide solution containing 0.25% iodine.

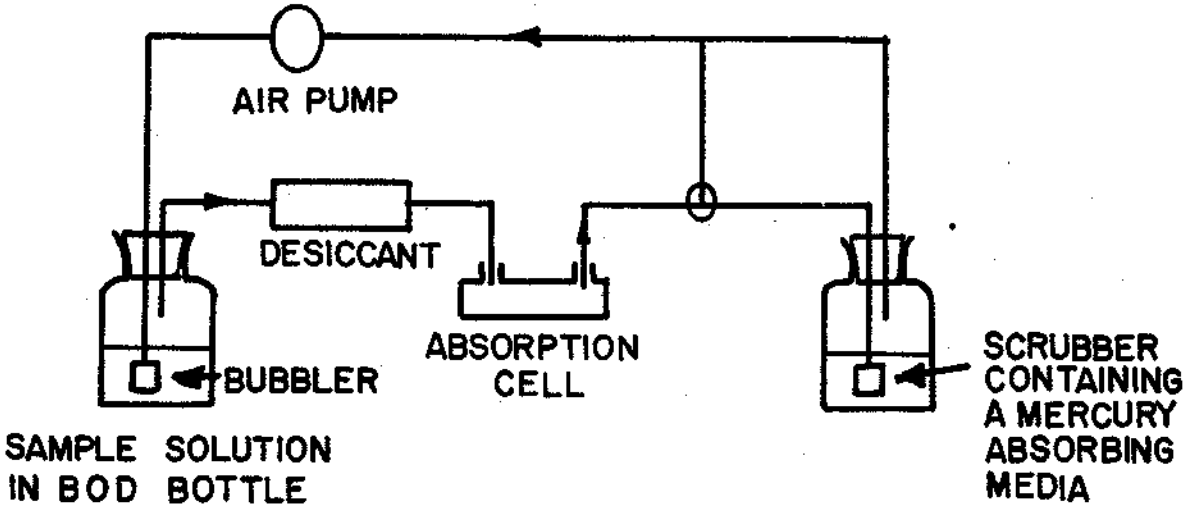


Figure 8.57-1
FLAMELESS MERCURY A.A. SET-UP

Procedure

1. Assemble equipment as in the diagram.
2. Set the wavelength at 253.7 nanometer.
3. Install the absorption cell and align it in the light beam using 2 cards, each having a 1" diameter hole. These are placed over the ends of the cell for ease in centering the beam.
4. Turn on the air and adjust flow rate to 1 liter/minute. and allow the air to flow continuously.
5. Follow manufacturer's instructions for instrument warm up and operation.
6. Prepare working standards from stock solution:
   To bracket the optimum concentration range (0.2-10 ug/liter) the following is suggested:
   a. Transfer 1 ml of stock solution to a 1 liter volumetric flask and bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. Concentration: 1000 ug/liter. (1 ml = 1 ug Hg)
   b. Transfer 0, 1, 2, 5, 8, and 10 ml from a. to separate 100 ml volumetric flasks and bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. The concentrations of these working standards will be 0, 10, 20, 50, 80 and 100 ug Hg/liter. (10 ml aliquots transferred for analysis will contain 0, 0.1, 0.2, 0.5, 0.8, and 1.0 ug Hg.)

Reagents

1. Sulfuric acid solution (0.5N):
   Dilute 14 ml concentrated H_2SO_4 to 1 liter with distilled deionized water.
2. Nitric Acid, concentrated
3. Stannous Sulfate solution:
   Add 25 grams $SnSO_4$ to 250 ml sulfuric acid solution (0.5N). This mixture should be stirred continuously during analysis.
4. Sodium chloride - Hydroxylamine sulfate solution:
   Dissolve 12 grams NaCl and 12 grams hydroxylamine sulfate in distilled deionized water and dilute to 100 ml.
5. Potassium Permanganate solution: (5% w/v)
   Dissolve 5g $KMnO_4$ in 100 ml distilled deionized water.
6. Potassium Persulfate solution: (5% w/v) Dissolve 5g $K_2S_2O_8$ in 100 ml distilled deionized water.
7. Mercury stock solution (1000 mg/liter):
   Dissolve 0.1354 grams mercuric chloride ($HgCl_2$) in distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/liter. Bring to volume in a 100 ml volumetric flask. (1 ml = 1 mg Hg.)

7. Standard Addition

   a. Take the 50, 80 and 100 ug standards and transfer quantitatively 25 ml from each into separate 50 ml volumetric flasks. Add to each 10 ml of the sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

   b. Add 10 ml of sample to a 50 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimium absorbance can be judged.

8. Treatment of sample and standards:

   a. Transfer a 10 ml aliquot to a 300 ml BOD bottle. Add distilled deionized water to make 100 ml. Add 5 ml sulfuric acid solution and 2.5 ml concentrated HNO_3. After mixing add 15 ml potassium permanganate solution. Additional permanganate may be required for some wastes. Shake and add enough so that the purple color persists for at least 15 minutes. Then add 8 ml potassium persulfate solution and heat for 2 hours in a water bath at 95°C. Cool. The sample is now fully oxidized.

b. During oxidation chlorides, if present, are converted to free chlorine which interferes in the analysis. Additionally any excess permanganate must be destroyed. Add 25 ml hydroxylamine sulfate solution and allow to stand for at least 30 seconds.

c. Purge the dead air space in the upper portion of the BOD bottle, add 5 ml well-mixed stannous sulfate solution, and immediately attach the bottle to the bubbler apparatus as in the diagram, thus forming a closed system. The pumps must run continuously. The absorbance will increase and reach a maximum within 30 seconds.

d. After about 1 minute, when measurement is complete, open the bypass valve and allow the gas to flow through the mercury trap. When absorbance returns to baseline remove the sample bottle and replace it with a BOD bottle containing distilled deionized water. Flush the system for a few minutes. Close the valve and run the next sample or standard.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the number of micrograms mercury are plotted according to the Method of Standard Addition as defined in Section 8.49. If the additions were made as suggested in the method, the extrapolated value will be the number of micrograms contained

in 2 ml of the sample. From this the concentration in the original sample can be calculated.

If the plot does not result in a straight line, a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution.

APPENDIX

DISPOSAL OF IONIC MERCURY IN SOLUTION

1. Bring the pH of the solution to neutral or basic by adding sodium carbonate. Sodium hydroxide may have to be added if neutralization cannot be achieved with sodium carbonate.
2. Add granular zinc or magnesium as follows: For every 100 grams of either mercurous or mercuric chloride present in the solution, add 110 grams zinc or 40 grams magnesium. This achieves a 4 molar excess.
3. Stir the solution for 24 hours in a hood. CAUTION: Hydrogen gas will be released during this process.
4. After 24 hours the solid material (mercury amalgam) will have separated. Decant and discard the supernatant liquid to the sewer.
5. Quantitatively transfer the solid material to a convenient container and allow to dry.

The following companies are among those that have recycled mercury in the past:

These companies may be able to supply a steel flask of 76 lbs. capacity which can be used for storage and shipment of contaminated metal.

1) Bethlehem Apparatus Co., Inc.
   Front and Depot Sts.
   Hellertown, PA 18055 Tel: (215) 838-7034

2) Goldsmith Division, National Lead Co.
111 North Wabash
Chicago, Ill. 60602 Tel: (312) 726-0232

3) Wood Ridge Chemical Corp.
Park Place East
Wood Ridge, N.J. 07075 Tel: (201) 939-4600

4) Quicksilver Products, Inc.
350 Brannon Street
San Francisco, Cal. 94107 Tel: (415) 781-1988

Method 8.58

NICKEL

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved methods for determining the concentration of nickel in a waste or Extraction Procedure Extract.

Summary of Methods

A sample is digested using nitric acid and the concentration of nickel is measured using either a flame or graphite furnace equipped atomic absorption spectrophotometer. The flame method is most accurate when employed with solutions containing 0.3-5 mg Ni/liter, while the graphite furnace procedure is best suited for solutions containing 5-100 mg/Ni liter.

Direct Aspiration

Reagents

1. Air, cleaned and dried through a suitable filter to remove oil, water and other foreign substances. The source may be a compressor or a cylinder of industrial grade compressed air.
2. Acetylene should be of high purity. Acetone, which is always present in acetylene cylinders, can be prevented from entering and damaging the burner head by replacing a cylinder when its pressure has fallen to 7 kg/cm^2 (100 psig) acetylene.
3. Nitric acid, concentrated
4. Nickel Standard Stock solution, (1000 mg/liter): Dissolve 4.9532 g nickel nitrate hexahydrate ($Ni(NO_3) \cdot 6H_2O$), analytical reagent grade, in distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HN_3/liter. Bring to volume in a 1 liter volumetric flask using the same water. (1 ml = 1 mg Ni)

Procedure

Sample Preparation

1. a. Transfer 100 gms (or in the case of EP extracts and 100 ml) of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml concentrated HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, so that the sample does not boil. Cool, and add another 3 ml concentrated HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as

to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 5 ml of 1:1 HNO_3 and warm the beaker in order to dissolve any precipitates.

b. Cool and bring to 100 ml with distilled deionized water.

2. If particulates such as silicates remain in the sample, it must be centrifuged and the supernatant aspirated.

3. Prepare working standards from stock solution. If it is desired to work in the optimum concentration range, the following is suggested:

   a. Transfer 10 ml stock solution to a 100 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/liter. Concentration: 100 mg/liter.

   b. Transfer 0, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, and 5.0 ml solution from a) to separate 100 ml volumetric flasks. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml HNO_3/liter. The concentrations of these standards will be 0, 0.5, 1, 2, 4 and 5 mg Ni/liter.

Standard Addition

1. a. Take the 2, 4 and 5 mg/liter standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing

5 ml HNO_3 per liter.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 5 ml HNO_3/liter. This is the blank.

Note: The absorbance from the blank will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorbance from the spiked standard will be 1/2 that produced by the standard plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind, the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 232.0 nanometers (352.4 nm may be used. It is less susceptible to interference, but is somewhat less sensitive.)

Optimum Concentration Range: 0.3-5 mg/liter

Lower Detection Limit: 0.04 mg/liter

Fuel: Acetylene

Oxidant: Air

Type of Flame: Oxidizing

A general outline for instrument operation is given in section 8.49. Follow the manufacturer's instructions for the Spectrophotometer being used.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted accordng to the Method of Standard

Additions as defined in section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line, a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents, if there is some knowledge about the waste.

Graphite Furnace

Reagents

Prepare working standards and blank to bracket the range 5-100 mg Ni/liter by making appropriate dilutions of the standards described in the direct aspiration method.

Procedure

The Sample is digested, standard additions are prepared, and the analysis conducted as described under the direct aspiration method.

Instrument Operation

Wave length: 232.0 nanometers

Optimum Concentration Range: 5-100 ug/liter

Lower Detection Limit: 1.0 ug/liter

Purge Gas: Argon or nitrogen

Drying Time and Temp: 30 sec at 125° C

Ashing Time and Temp: 30 sec at 900° C

Atomizing Time and Temp: 10 sec at 2700° C

These conditions are based on a 20 ul injection, continuous flow purge gas, and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

Method 8.59

SELENIUM

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved methods for determining the concentration of selenium in a waste or an Extraction Procedure Extract. While both methods are generally aceptable for RCRA type samples, the graphite furnace method is simpler to use than the hydride. However it is sensitive to chloride interference when the concentration is greater than 800 mg/liter. The presence of sulfate in concentrations greater than 200 mg/liter will also interfere. If it does not exceed 2000 mg/liter the sulfate can be suppressed. The hydride method requires greater preparation and is sensitive to high concentrations of chromium, copper, mercury, silver cobalt and molybdenum.

Summary of Methods

In the furnace method the sample is digested using nitric acid and hydrogen peroxide. The method is most accurate for solutions containing 5 - 100 ug Selenium/liter.

In the gaseous hydride method the sample is digested using nitric and sulfuric acids. The selenium is then reduced from the +4 to the +2 oxidation state with stannous chloride, and converted to the hydride SeH_3, using zinc metal. The hydride is swept into an argon entrained hydrogen flame for analysis.

It is most accurate when employed for solutions containing 2 - 20 ug Selenium/liter. However high concentrations of chromium, copper, mercury, silver, cobalt and molybdenum can interfere in the analysis.

Graphite Furnace Method

Reagents

1. Standard Stock Solution

   1000 ug/liter solution may be purchased, or prepared as follows:

   Dissolve 0.3453g of selenous acid (assay 94.6% H_2SeO_3) in distilled deionized water. Add to a 200 ml volumetric flask and bring to volume (1 ml = 1 mg Se).

2. Nickel Nitrate Solution, 5%

   Dissolve 24.780g of ACS reagent grade $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ in distilled deionized water and make up to 100 ml.

3. Nickel Nitrate Solution, 1%

   Dilute 20 ml of the 5% solution to 100 ml with distilled deionized water.

4. 30% Hydrogen Peroxide

5. Sodium Hydroxide

6. Concentrated Nitric Acid

Procedure

1. Sample Preparation

   a. Transfer 100 gms(or in the case of EP extracts 100 ml) of well-mixed sample to a 250 ml beaker

and add 2 ml of 30% H_2O_2 and 1 ml of concentrated HNO_3. Heat on a hot plate for 1 hour at 95°C or until the volume is less than 50 ml.

b. If particulate material remains in the sample after oxidation, add additional HNO_3 and H_2O_2 and digest until no changes are noted in the amount of particulate matter remaining.

c. At this point cool and bring to 50 ml with distilled deionized water. The mixture should be centrifuged and only the supernatant used for the remaining steps of the analysis.

d. Transfer quantitatively 25 ml of this solution into a 50 ml volumetric flask. Add 5 ml of 1% nickel nitrate solution and bring to 50 ml with distilled deionized water.

Note: If sulfate is present at concentrations of more than 200 mg/l add 10 ml of 5% nickel nitrate solution instead of 5 ml of 1% solution.

2. Prepare standards from stock solution. The following provides standards in the optimum working range:

a. Pipet 1 ml stock solution into a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HNO_3 per liter. The concentration of this solution is 1000 ug Se/liter (1 ml = 1 ug Se)

b. Prepare 6 working standards by transferring 0, 1.0, 2.5, 5.0, 7.5 and 10.0 ml from a. into 100 ml volumetric flasks. Add 1 ml concentrated HNO_3, 2 ml 30% H_2O_2

and 2 ml 5% nickel nitrate solution. Bring to volume with distilled deionized water. The concentrations of these working standards are 0, 10, 25, 50, 75, and 100 ug Se/liter. They are ready for injection.

Note: If sulfate is present in the sample at concentrations of more than 200 mg/l add 20 ml of 5% nickel nitrate solution instead of 2 ml before bringing to volume.

3. Standard Addition

   a. Take the 50, 75 and 100 ug/liter standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Add 0.3 ml of 1% nickel nitrate solution and 0.3 ml H_2O_2 solution. Bring to volume with distilled deionized water.

   b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Add 0.3 ml of 1% nickel nitrate solution and 0.3 ml H_2O_2 solution. Bring to volume with distilled deionized water. This is the blank.

      Note: that the absorbance from the blank will be 1/5 that producd by the prepared sample. The absorbance from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards alone plus the contribution from 1/5 of the prepared sample. Keeping these in mind, the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 196.0 nanometers

Optimum Concentration Range: 5 - 100 ug/liter

Lower Detection Limit: 2 ug/liter

Drying Time and Temperature: 30 seconds at 125°C

Ashing Time and Temperature: 30 seconds at 1,200°C

Atomizing Time and Temperature: 10 seconds at 2,700°C

Pure Gas: Argon

These conditions are based on a 20 ul injection, continuous flow purge gas, and non-pyrolytic graphite in a Perkin Elmer Model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

Quantification

The absorbance of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line, non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or additon of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Gaseous Hydride Method

Reagents

1. Stannous Chloride Solution: Dissolve 100g $SnCl_2$ in 100 ml concentrated HCl.
2. Zinc slurry: Add 50g zinc metal dust (200 mesh) to to 100 ml deionized distilled water.
3. Diluent: Add 100 ml 18N H_2SO_4 and 400 ml concentrated HCl to 400 ml deionized distilled water in a 1-liter volumetric flask and bring to volume with deionized distilled water.
4. Standard Stock Solution: 1000 mg/liter solution may be purchased, or prepared as follows: Dissolve 0.3453g of selenious acid (assay 94.6% of H_2SeO_3) in distilled deionized water. Add to a 200 ml volumetric flask and bring to volume (1 ml = 1 mg Se).

Apparatus

1. Atomic Absorption Spectrophotometer with Boling Burner.
2. Flow Meter, capable of measuring 1 l/min, such as that used for auxiliary argon.[1]
3. Medicine Dropper, capable of delivering 1.5 ml, fitted into a size "0" rubber stopper.
4. Reaction Flask, a pear-shaped vessel with side arm and 50 ml capacity, both arms having ♥ 14/20 joint.[2]
5. Special Gas Inlet-Outlet Tube, constructed from a micro cold finger condenser[3] by cutting off the portion below the ♥ 14/20 ground glass joint.

---

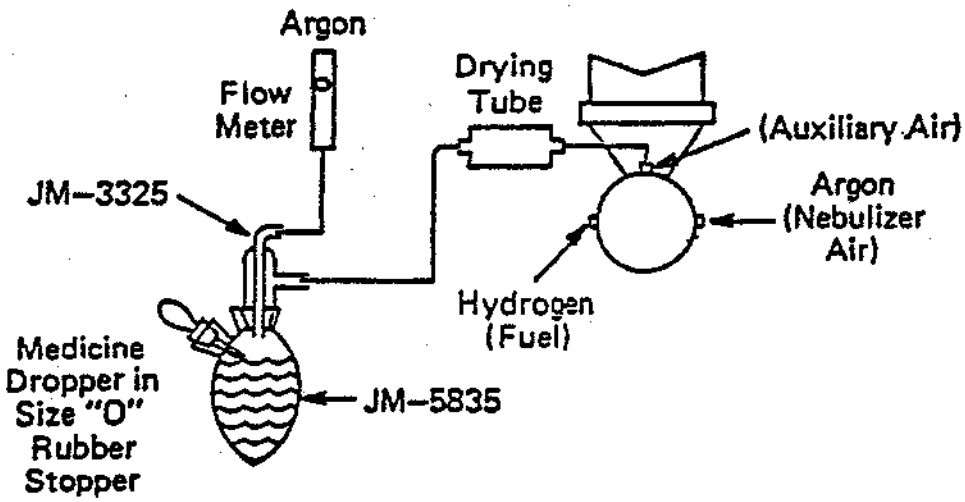
[1] Gilmont No. 12 or equivalent

[2] Scientific Glass JM-5835 or equivalent

[3] Scientific Glass JM-5325 or equivalent

6. Magnetic Stirrer, strong enough to homogenize the zinc slurry.
7. Drying Tube, 100-mm-long polyethylene tube filled with glass wool to keep particulate matter out of the burner.

Apparatus Set-Up



Connect the apparatus with the burner as shown above. Connect the outlet of the reaction vessel to the auxiliary oxidant input of the burner with tygon tubing. Connect the inlet of the reaction vessel to the outlet side of the auxiliary oxident (argon supply) control valve of the instrument.

Procedure

1. Sample Preparation

   To a 50 gm sample (or in the case of EP extracts a 50 ml sample) add 10 ml concentrated HNO_3 and 12 ml of 18 N H_2SO_4. Evaporate the sample on a hot plate until white SO_3 fumes are observed (a volume of about 20 ml). Do not let it char. If it chars, stop the digestion, cool and add additional HNO_3. Maintain an excess of HNO_3 (evidence of brown fumes) and do not let the solution darken, because selenium may be reduced and lost. When the sample remains colorless or straw yellow during evolution of SO_3 fumes, the digestion is complete.

   Cool the sample, add about 25 ml distilled deionized water and again evaporate to SO_3 fumes just to expel oxides of nitrogen. Cool. Add 40 ml of concentrated HCl and bring to a volume of 100 ml with distilled deionized water.

2. Prepare working standards from the standard stock solution. The following provides standards in the optimum working range:

   a. Pipet 1 ml stock solution into a 1 liter volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml concentrated HNO_3/liter. The concentration of this solution is 1 mg Se/liter. (1 ml = 1 ug Se)

   b. Prepare 6 working standards by transferring 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 and 2.5 ml from a. into 100 ml volumetric

flasks. Bring to volume with diluent. The concentrations of these working standards are 0, 5, 10, 15, 20 and 25 ug Se/liter.

3. Standard Additions

   a. Take the 15, 20, and 25 ug standards and transfer quantitatively 25 ml from each into separate 50 ml volumetric flasks. Add to each 10 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3/liter.

   b. Add 10 ml of prepared sample to a 50 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 1.5 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Instrument Operation

Fuel: Argon-hydrogen flame

Wavelength: 196.0 nanometers

Optimum Concentration Range: 2-20 ug Se/liter

Lower Detection Limit: 2 ug/liter

Turn on the argon and adjust the flow rate to about 8 liters/minute with auxiliary argon flow at 1 liter/min.

Turn on the hydrogen, adjust flow rate to about 7 liters/minute and ignite. The flame is colorless. The hand may be passed 1 ft. above the burner to detect heat, in order to insure ignition.

Follow the instructions given with the atomic absorption spectrophotometer.

Treatment of Samples and Standards

Transfer a 25-ml portion of the digested sample or standard to the reaction vessel. Add 0.5 ml $SnCl_2$ solution. Allow at least 10 minutes for the metal to be reduced to its lowest oxidation state. Attach the reaction vessel to the special gas inlet-outlet glassware. Fill the medicine dropper with 1.50 ml zinc slurry that has been kept in suspension with the magnetic stirrer. Firmly insert the stopper containing the medicine droppper into the side neck of the reaction vessel. Squeeze the bulb to introduce the zinc slurry into the sample or standard solution. The metal hydride will produce a peak almost immediately. When the recorder pen returns part way to the base line, remove the reaction vessel.

Quantification

The spiked samples and blank vs. concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions, as defined in section 8.49. The extrapolated value will be 1/10 the concentration of the original sample due to a dilution during preparation.

If the plot does not result in a straight line, a non-linear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Method 8.60

SILVER

Scope and Application

The following atomic absorption procedures are approved methods for determining the concentration of Silver in a waste or an Extraction Procedure Extract.

Summary of Method

The sample is digested using nitric and/or hydrochloric acids and the concentration of silver measured using either a flame or graphite furnace equipped atomic absorption spectrophotometer. The flame method is most accurate when employed with solutions containing 0.1 - 4 mg Ag/liter, while the graphite furnace procedure is best suited for solutions containing 1 - 25 ug Ag/liter.

Precaution

Silver in concentrations of 0.4 to 1 mg/liter can cause damage to liver, kidneys and spleen. Natural drinking waters do not generally contain more than 2 ug/liter.

Comments

1. Silver samples and silver nitrate standards should not be stored. Silver is light-sensitive and has a tendency to plate out on the container walls. Discard solutions after use.

2. The use of hydrochloric acid is avoided to prevent precipitation of silver chloride.

3. If plating out or AgCl formation is suspected it can be

redissolved by addition of cyanogen iodide. However, this can only be done after digestion to prevent formation of toxic hydrogen cyanide under acid conditions.

Direct Aspiration

Reagents

1. Air, cleaned and dried through a suitable filter to remove oil, water, and other foreign substances. The source may be a compressor or a cylinder of industrial grade compressed air.
2. Acetylene should be of high purity. Acetone, which is always present in acetylene cylinders, can be prevented from entering and damaging the burner head by replacing a cylinder when its pressure has fallen to 7 kg/cm^2 (100 psig) acetylene.
3. Concentrated Nitric Acid (HNO_3), Ultrex grade.
4. Concentrated Ammonium hydroxide (NH_4OH)
5. Silver Standard Stock Solution; (1000 mg/liter): Dissolve 0.7874 g anhydrous silver nitrate ($AgNO_3$) analytical reagent grade, in deionized distilled water. Add 5 ml conc HNO_3 and bring to volume in a 500 ml volumetric flask. 1 ml = 1 mg Ag.
6. Iodine solution, IN: Dissolve 20 grams potassium iodide, (KI), analytical reagent grade, in 50 ml distilled deionized water. Add 12.7 grams iodine (I_2), analytical reagent grade, and dilute to 100 ml. Place in a brown bottle.

7. Cyanogen Iodide solution:

   To 50 ml deionized distilled water add 4.0 ml concentrated NH_4OH, 6.5 grams KCN, and 5.0 ml of Iodine solution prepared in 6). Mix and dilute to 100 ml with deionized distilled water. Do not keep longer than 2 weeks.

Procedure

Samples should be analyzed immediately after collection:

Sample Preparation

1. a. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml beaker. Add 3 ml conc HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness, cautiously, in order to keep the sample from boiling. Cool, and add another 3 ml conc HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Heat so as to produce a gentle refluxing. Continue adding 3 ml portions of HNO_3 until the sample is light in color and no longer changes in color. Evaporate to near dryness and cool. Add 2 ml of 1:1 HNO_3 and warm the beaker just to dissolve the precipitates. Cool the liquid.

   b. If it is suspected that silver chloride has formed or silver has plated out, add about 80 ml distilled deionized water. Make the solution basic (pH above 7) by addition of ammonium hydroxide. Rinse the pH meter electrodes into the solution with distilled deionized water. Add 1 ml cyanogen iodide. Mix and allow to stand for 1 hour.

c. Transfer quantitatively to a 100 ml volumetric flask and bring to volume with distilled deionized water.

3. If there are particulates such as silicates remaining in the sample it must be centrifuged and only the supernatant aspirated.

4. Prepare working standards from stock solution. To bracket the optimum concentration range the following is suggested:

a. Transfer 10 ml stock solution to a 100 ml volumetric flask and bring to volume with distilled deionized water containing 10 ml HNO_3/liter. Concentration: 100 mg/liter.

Note: If, in the sample preparation, it was necessary to add cyanogen iodide to insure redissolving of precipitated silver, then the standards must be treated in the same manner. Do not add acidified water in step 4. a. Transfer 10 ml of stock solution to a small beaker. Add distilled deionized water to make about 80 ml. Make the solution basic (pH above 7) with ammonium hydroxide. Rinse the pH meter electrodes into the solution with distilled deionized water. Add 1 ml cyanogen iodide and allow to stand 1 hour. Transfer quantitatively to a 100 ml volumetric flask and bring to volume with distilled deionized water.

b. Transfer 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 and 4.0 ml from a. to separate 100 ml volumetric flasks. Bring to volume with distilled deionized water containing 10 ml HNO_3/liter. The concentrations of these working standards will be 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, and 4.0 mg Ag/liter.

Note: If a. was treated with cyanogen iodide these working standards must be brought to volume with distilled deionized water made basic with ammonium hydroxide and containing 10 ml cyanogen iodide/liter.

5. Standard Addition

a. Take the 2, 3, and 4 mg standards and pipet 5 ml from each into separate 10 ml volumetric flasks. Add to each 2 ml of the prepared sample. Bring to volume with distilled deionized water containing 10 ml HNO_3/liter.

b. Add 2 ml of prepared sample to a 10 ml volumetric flask. Bring to volume with distilled deionized water containing 10 ml HNO_3 per liter. This is the blank.

Note: For a sample treated with cyanogen iodide these standard additions are brought to volume with distilled deionized water made basic with ammonium hydroxide and containing 10 ml cyanogen iodide/liter.

Note: The absorbance from the blank b. will be 1/5 that produced by the prepared sample. The absorption from the spiked standards will be 1/2 that produced by the standards plus the contribution from 1/5 of the prepared

sample. Keeping these in mind the correct dilutions to produce optimum absorbance can be judged.

Instrument Operation

Wavelength: 328.1 nanometers

Optimum Concentration Range: 0.1-4 mg/liter

Lower Detection Limit: 0.01 mg/liter

Fuel: Acetylene

Oxidant: Air

Type of flame: oxidizing

A general outline for instrument operation is given in section 8.49. Follow the manufacturer's instructions for the model being used.

Quantification

The absorbances of spiked samples and blank vs. the concentrations are plotted according to the Method of Standard Additions as defined in section 8.49. The extrapolated value will be 1/5 the concentration of the original sample.

If the plot does not result in a straight line a nonlinear interference is present. This can sometimes be overcome by dilution, or addition of other reagents if there is some knowledge about the waste.

Records

It is recommended that recorder outputs chart be retained as a permanent record of the results and test conditions.

Method 8.55

CYANIDE

Scope and Application

The following procedure can be used to determine the concentration of inorganic cyanide in a waste or leachate.

Inorganic cyanide may be present as either a simple soluble salt (e.g., NaCN) or complex radical (e.g., $K_3(Fe(CN)_6)$). These metal complexes have varying tendencies to dissociate and form toxic hydrogen cyanide in the presence of acids. It is such soluble cyanides that this method will address.

This method shall not be used to determine the "reactive" cyanide content of wastes containing iron-cyanide complexes.

Summary

The waste is divided into two parts. One is chlorinated to destroy susceptible complexes. Each part is then distilled to remove interferences and analyzed for cyanide. The fraction amenable to chlorination is determined by the difference in values.

During the distillation, cyanide is converted to hydrogen cyanide vapor which is trapped in a scrubber containing sodium hydroxide solution. This solution is then titrated with standard silver nitrate.

Interferences

1. Sulfides interfere with the titration. They may be precipitated with cadmium.
2. Fatty acids form soaps under alkaline titration conditions and interfere. They may be extracted with a suitable solvent.
3. Oxidizing agents may decompose the cyanide. They may be treated with ascorbic acid.
4. Thiocyanate presence will interfere by distilling over in the procedure. This can be prevented by addition of magnesium chloride.
5. Aldehydes and ketones may convert cyanide to cyanohydrin under the acid distillation conditions.

Reagents

1. Calcium Hypochlorite solution: Dissolve 5 g of hypochlorite ($Ca(OCl)_2$) in 100 ml of distilled water.
2. Sodium Hydroxide solution (1.25N): Dissolve 50 g of sodium hydroxide (NaOH) in distilled water and dilute to 1 liter.
3. Ascorbic acid: crystals.
4. Potassium Iodide-starch paper.
5. Lead acetate paper
6. Cadmium carbonate (powdered)
7. Hexane
8. Acetic acid solution (1 + 9)

9. Concentrated H_2SO_4

10. Silver Nitrate Standard solution (0.0192N):

    Dry 5g $AgNO_3$ crystals to constant weight at 40°C. Weigh out 3.2647 grams and dissolve in distilled water. Dilute 1000ml. (1ml = 1mg CN)

11. Rhodanine Indicator solution:

    Dissolve 20mg p-dimethyl-amino-benzalrhodanine in 100ml acetone.

12. Magnesium Chloride solution:

    Weigh 510g $MgCl_2.6H_2O$ into a 1 liter volumetric flask. Dissolve and bring to volume with distilled water.

Apparatus:

1. Microburet, 5.0 ml, for titration.

2. Flasks, condenser, and tubing are needed as shown in the diagram. The boiling flask should be of 1 liter size with inlet tube and provision for a condenser. The gas absorber may be a Fisher-Milligan scrubber. Assemble as shown in the diagram.

Procedure

1. Test and treat the sample as follows if it is known or suspected that interferences are present:

   a. Sulfides:

      If a drop of the distillate on lead acetate test paper indicates the presence of sulfides, treat 25 ml more of the sample than that required for the cyanide determination with powdered cadmium carbonate. Yellow cadmium sulfide precipitates if the sample contains sulfide. Repeat this operation until a drop of the treated sample solution does not darken the lead acetate test paper. Filter the solution through a dry filter paper into a dry beaker, and from the filtrate, measure the sample to use for analysis. Avoid a large excess of cadmium and a long contact time in order to minimize a loss by complexation or occlusion of cyanide on the precipitated material. Sulfides should be removed prior to preservation with sodium hydroxide.

   b. Fatty acids:

      1. Acidify the sample with acetic acid (1 + 9) to pH 6.0 to 7.0.

Caution: This operation must be performed in the hood and the sample left there until it can be made alkaline again after the extraction has been performed.

2. Extract with iso-octane, hexane, or chloroform (preference in order named) with a solvent volume equal to 20% of the sample volume. One extraction is usually adequate to reduce the fatty acids below the interference level. Avoid multiple extractions or a long contact time at low pH in order to keep the loss of HCN at a minimum. When the extraction is completed, immediately raise the pH of the sample to above 12 with NaOH solution.

c. Oxidizing agents:

1. Test a drop of the sample with potassium iodide-starch test paper (KI-starch paper); a blue color indicates the need for treatment. Add ascorbic acid, a few crystals at a time, until a drop of sample produces no color on the indicator paper. Then add an additional 0.6 g of ascorbic acid for each liter of sample volume.

2. Take two sample aliquots. To one 500 ml aliquot or a volume diluted to 500 ml, add calcium hypochlorite solution dropwise while agitating and maintaining the pH between 11 and 12 with sodium hydroxide solution (1.25N).

Caution: The initial reaction product of alkaline chlorination is the very toxic gas cyanogen chloride; therefore, this reaction should be performed in a hood.

For convenience, the sample may be agitated in a 1 liter beaker by means of a magnetic stirring device.

3. Test for residual chlorine with KI-starch paper and maintain this excess for one hour, continuing agitation. A

distinct blue color on the test paper indicates a sufficient chlorine level. If necessary, add additional hypochlorite solution.

4. After one hour, add 0.5 g portions of ascorbic acid until KI-starch paper shows no residual chlorine. Add an additional 0.5 g of ascorbic acid to insure the presence of excess reducing agent.

   Both the chlorinated and unchlorinated aliquots are now separately distilled as follows:

5. Place 500 ml of sample, or an aliquot diluted to 500 ml in the 1 liter boiling flask. Add 50 ml of sodium hydroxide (1.25N) to the absorbing tube and dilute if necessary with distilled water to obtain an adequate depth of liquid in the absorber. Connect the boiling flask, condenser, absorber and trap in the train.

6. Start a slow stream of air entering the boiling flask by adjusting the vacuum source. Adjust the vacuum so that approximately one bubble of air per second enters the boiling flask through the air inlet tube.

Caution: The bubble rate will not remain constant after the reagents have been added and while heat is being applied to the flask. It will be necessary to readjust the air rate occasionally to prevent the solution in the boiling flask from backing up into the air inlet tube.

7. Slowly add 25 ml conc. sulfuric acid through the air inlet tube. Rinse the tube with distilled water and allow the air flow to mix the flask contents for 3 min. Pour 20ml of magnesium chloride solution into the air inlet and wash down with a stream of water.
8. Heat the solution to boiling, taking care to prevent the solution from backing up into and overflowing from the air inlet tube. Reflux for one hour. Turn off heat and continue the airflow for at least 15 minutes. After cooling the boiling flask, disconnect absorber and close off the vacuum source.
9. Drain the solution from the absorber into a 250 ml volumetric flask and bring up to volume with distilled water washings from the absorber tube.
10. Titration:
    a. Add the solution or an aliquot diluted to 250 ml to a 500 ml erlenmeyer flask. Add 10-12 drops Rhodanine indicator.

Titrate with standard silver nitrate to the first change in color from yellow to brownish-pink. Titrate a distilled water blank using the same amount of sodium hydroxide and indicator as in the sample.

The analyst should familiarize himself with the end point of the titration and the amount of indicator to be used before actually titrating the samples. A 5 or 10 ml microburet

may be conveniently used to obtain precise titration.

b. Titrate a blank using distilled water.

Calculation:

a. $CN, mg/l = \frac{(A - B)1,000}{ml\ orig.\ sample} \times \frac{250}{ml\ of\ aliquot\ titrated}$

where:

A = volume of $AgNO_3$ for titration of sample.

B = volume of $AgNO_3$ for titration of blank.

b. Cyanide amenable to chlorination:

$CN, mg/l = A - B$

A = mg/l total cyanide in unchlorinated aliquot

B = mg/l total cyanide in chlorinated aliquot

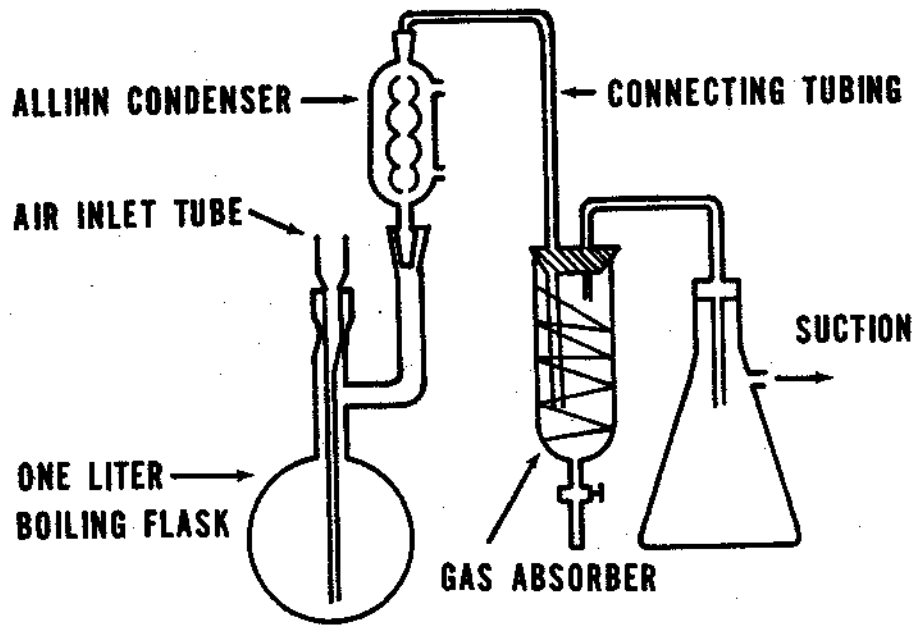


Figure 8.55-1
APPARATUS FOR CYANIDE DISTILLATION

METHOD 8.80

DIRECT INJECTION

Direct injection is the simplest and most precise technique for introducing a liquid into a measurement instrument since transfer losses are eliminated. Samples are introduced into the gas chromatograph by injection through the injection port, into the liquid chromatograph using either the injection port or sample loop, or into the atomic absorbtion spectrometer by aspiration into the flame or injection into the graphite furnace.

Direct injection should only be used with liquids free of particulate matter and in the case of the gas chromatograph also free of non-volatile species (e.g., lipids, polymers) in order to prevent column degradation.

When using direct injection of wastes caution must be exercised to prevent column or detector overload. To insure that valid results are obtained the analyst should initially conduct range finding experiments to insure that the sample matrix is free enough from interfering species so that the contaminant of interest can be determined if present in the sample at a levl of 1 ug/gm of sample level. If such sensitivity cannot be obtained, then additional sample cleanup (e.g., column chromatography, liquid-liquid extraction, exclusion chromatography) must first be carried out.

Method 8.82

HEADSPACE METHOD

Scope and Application

This method provides a procedure for the extraction of volatile organic compounds in pastes and solids. The static headspace technique is a simple method which allows large numbers of samples to be analyzed in a relatively short period of time. Because of the large variability and complicated matrices of waste samples in the solid and paste forms, detection limits for this method may vary widely among samples. The method works best for compounds with boiling points less than 125°C. Due to their low solubility, low molecular weight compounds can only be detected at high concentrations or at reduced pressure.

The sensitivity of this method will depend on the equilibria of the various compounds between the vapor and dissolved phases.

Static Headspace Technique

Summary of Method

The waste is collected in sealed glass containers and allowed to equilibrate at 90°C. A sample of the headspace gas is withdrawn with a gas tight syringe for analysis by the appropriate gas chromatographic method.

Apparatus

1. Gas-tight syringe - 5-cc.
2. Head space standard solutions - Prepare two standard solutions of the compounds being determined at the 50-ng/ul and

250-ng/ul concentrations. Standard solutions should be prepared using methanol, methane, or other appropriate solvent. The standard solutions should be stored at less than 0°C, then allowed to warm to room temperature before dosing. Fresh standards should be prepared weekly. Procedures for preparing standards are outlined in the Purge and Trap Procedure of this manual (Method 8.83).

3. Vials, 125 ml "Hypo-Vials" (Pierce Chemical Co., #12995), or equivalent.
4. Septa, "Tuf-Bond" (Pierce #12720), or equivalent.
5. Seals, aluminum, (Pierce #13214), or equivalent.
6. Crimper, hand, (Pierce #13212), or equivalent.

Procedure

1. Place 10.0-g each of the well-mixed waste sample into five separate 125-ml septum seal vials.
2. Dose one sample vial through the septum with 200-ul of the 50-ng/ul standard methanol solution. Dose a second vial with 200-ul of the 250-ng/ul standard.
3. Place the two dosed sample vials and one non-dosed sample into a 90°C water bath for 1 hour. Store the two remaining samples near 4°C for possible future analyses.
4. While maintaining the sample at 90°C, withdraw 2.0-ml of the head gas with a gas tight syringe and analyze by injecting into a GC, operating under the appropriate conditions for the GC measurement method being used. Analyze all three samples in exactly the same manner. Subtract the peak areas of compounds found in the undosed sample from the corresponding compounds contained in the dosed samples.

If a positive response is noted then the waste has not been demonstrated to be free of the contaminant of interest and is thus not fundamentally different than the listed waste. If no response is noted then the required sensitivity lug/gm sample) of the procedure must be confirmed using spiked samples.

Note: Standard quality assurance protocols should be employed, including blanks, duplicates, and dosed samples, as described in Section 10.

Bibliography

1. "Interim Methods for the Sampling and Analyses of Priority Pollutants in Sediments and Fish Tissue," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268 [1980].

2. "Master Scheme for the Analysis of Organic Compounds in Water, Part I: State-of-the-Art Review of Analytical Operations," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Research Laboratory, Athens, Georgia 30605.

3. "An EPA Manual for Organic Analysis Using Gas Chromatography - Mass Spectrometry," W.L. Budde and J.W. Eichelberger, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring Support Laboratory, Cincinnati, Ohio, 1979, EPA/600/8-79/006, Order Number PB-297164.

Method 8.83

PURGE AND TRAP METHOD

Scope and Application

This method covers a procedure for the extraction of purgeable organic compounds from aqueous liquids and free flowing paste samples prior to gas chromatographic analysis.

The success of the extraction depends on partitioning the compounds between the sample phase and gaseous headspace phases. This partitioning is a function of temperature, interfacial area, the volatility of the species being analyzed for, its solubility in the liquid being purged, and the volatility of the waste matrix. For highly volatile matrices, direct injection preceded by dilution, if necessary, should be used. For pastes, dilution of the sample until it becomes free flowing is used to insure adequate interfacial area. The success of this method also depends on the level of interferences in the sample; results may vary due to the large variability and complicated matrices of solid waste samples.

Summary of Method

An inert gas is bubbled through the sample contained in a specially-designed purging chamber. This purging transfers the volatile compounds from the liquid phase to the vapor phase. The gaseous effluent is then swept through a short sorbent tube where the organic compounds are trapped. After purging is completed, the trap is heated and backflushed to

desorb the compounds into a gas chromatograph for subsequent identification and measurement.

Apparatus

1. Vial, with cap--40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry vial at 105°C for one hour before use.
2. Septum, Teflon faced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash and dry at 105°C for one hour before use.
3. Purge and Trap Device; The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: a purging device, a trap, and a desorber. The complete device is available commercially from several vendors or can be constructed in the laboratory according to the specifications of Bellar and Lichtenberg (1). The sorbent trap consists of a 1/8 in. O.D. (0.105 in. I.D.) x 25 cm long stainless steel tube packed with the appropriate absorbent as described in Table 8.83-1 (See Figures 8.83-1 through 8.83-4). 10-cm traps may be used providing that the recoveries are demonstrated to be comparable to the 25-cm traps.

Reagents

1. Trap Materials, see Table 8.83-1.
2. Activated carbon Filtrasorb 200 (Calgon Corp.) or equivalent
3. Organic-free water

Organic-free water is defined as water free of interferences when employed in the purge and trap procedure. It is generated by passing distilled or deionized water through a carbon filter bed containing activated carbon. A water system (Millipore Super-Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water. Organic-free water may also be prepared by boiling deionized distilled water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90°C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle equipped with a Teflon seal.

Procedures

1. Assemble the purge and trap device (see Figures 8.83-1 through 8.83-4). Purge parameters to be used depend on the compounds being analyzed for; see Table 8.83-1. Pack the trap as shown in Figure 8.83-2 and condition overnight at a nominal 180°C by backflushing with an inert gas flow of at least 20 ml/min. Daily, prior to use, condition the traps for 10 minutes by backflushing at 180°C.
2. Remove standards and samples from cold storage (approximately an hour prior to an analysis) and bring to room temperature by placing in a warm water bath at 20-25°C.
3. Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate according to Table 8.83-1.

4. Attach the trap inlet to the purging device, and set the device to the purge mode. Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

5. Remove the plunger from a 5 ml syringe and attach a closed syringe valve. Open the sample bottle (or standard) and carefully pour the sample into the syringe barrel until it overflows.

   Note: For pastes it may be necessary to dilute the sample by adding a non-volatile solvent to the sample. In such cases diluting can be performed in the purging device.

6. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Since this process of taking an aliquot destroys the validity of the sample for future analysis, the analyst should fill a second syringe at this time to protect against possible loss of data.

7. Add 5.0 ml of the spiking solution through the valve bore, then close the valve.

8. Attach the syringe-valve assembly to the syringe valve on the purging device. Open the syringe valve and inject the sample into the purging chamber. Close both valves and purge the sample for the time specified in Table 8.83-1. If method 8.02 will be used for analysis of the sample, dry the trap by maintaining a flow rate of 40 ml/minute dry purge for 6 minutes.

9. Attach the trap to the chromatograph, and adjust the device to the desorb mode. Introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to the backflush temperature indicated in Table 8.83-1, while backflushing the trap with an inert carrier gas at 20 to 60 ml/minute for 4 minutes. If rapid heating cannot be achieved, the gas chromatographic column must be used as a secondary trap by cooling it to 30°C (or subambient, if problems persist) instead of the initial program temperature of 45 or 50°C.

10. While the trap is being desorbed into the gas chromatograph, clean the purging chamber. After the purging device has been emptied, continue to allow the purge gas to vent through the chamber until the frit is dry, and ready for the next sample. After desorbing the sample for four minutes, recondition the trap by returning the purge and trap device to the purge mode. Wait 15 seconds then close the syringe valve on the purging device to begin gas flow through the trap. Maintain the trap temperature at 180°C. After approximately seven minutes, turn off the trap heater and open the syringe valve to stop the gas flow through the trap. When cool, the trap is ready for the next sample.

Note: If this bake out step is omitted when using GC/MS as the measurement technique, the amount of water entering the GC/MS system will progressively increase causing deterioration and potential shut down of the system.

11. The analysis of blanks is most important in the purge and trap technique since the purging device and the trap can become contaminated by residues from very concentrated samples or by vapors in the laboratory. Prepare blanks by filling a sample bottle with organic-free water. Blanks should be sealed, stored at 4°C, and analyzed with each group of samples.

References

1. "Determining Volatile Organics at Microgram-per-liter Levels by Gas Chromatography," T.A. Bellar and J.J. Lichtenberg, Journal. AWWA, 66, 739-744, Dec. 1974.

Table 8.83-1

PURGE AND TRAP PARAMETERS

Analysis Method*	8.01	8.02	8.03	8.24
Purge Gas	Nitrogen or Helium	Nitrogen or Helium	Helium	Nitrogen or Helium
Purge Gas Flow Rate (ml/min)	40	40	20 + 1	40
Purge Time (minutes)	11.0	12.0	30.0	12.0
Purge Temperature (°C)	180°	180°	170°	180°
Desorbtion Gas Flow Rate (ml/min)	20	20	20	20
Sorbants To Be Used in Packing Tube	A	B	C	D
		Porous polymer packing, 60/80 mesh, chromatographic grade Tenax GC (2,6-Diphenylene Oxide).		
	A	Three percent OV-1 on Chromosorb-W, 60/80 mesh.		
		Silica gel, 35-60 mesh Davison grade-15 or equivalent.		
		Coconut charcoal, 6/10 mesh, Barnaby Chaney C.A. - 580-26 lot # M - 2649 or equivalent.		
		Porous polymer packing, 60/80 mesh chromatographic grade Tenax GC (2,6-Diphenylene Oxide).		
	B	Three percent OV-1 on Chromosorb-W, 60/80 mesh.		
		Silica gel, 35-60 mesh, Davison grade-15 or equivalent.		
		Porous polymer packing, 50/80 mesh,		
	C	chromatographic grade Tenax GC (2,6-Diphenylene Oxide).		

	Three percent OV-1 on Chromosorb-W, 60/80 mesh. Silica gel, 35-60 mesh, Davison grade-15 or equivalent.
	Porous polymer packing, 60/80 mesh, chromatographic grade Tenax GC (2,6-Diphenylene Oxide).
D	Three percent OV-1 on Chromosorb-W, 60/80 mesh. Silica gel, 35-60 mesh, Davison grade-15 or equivalent.

*Measurement method to be employed for identification and quantification

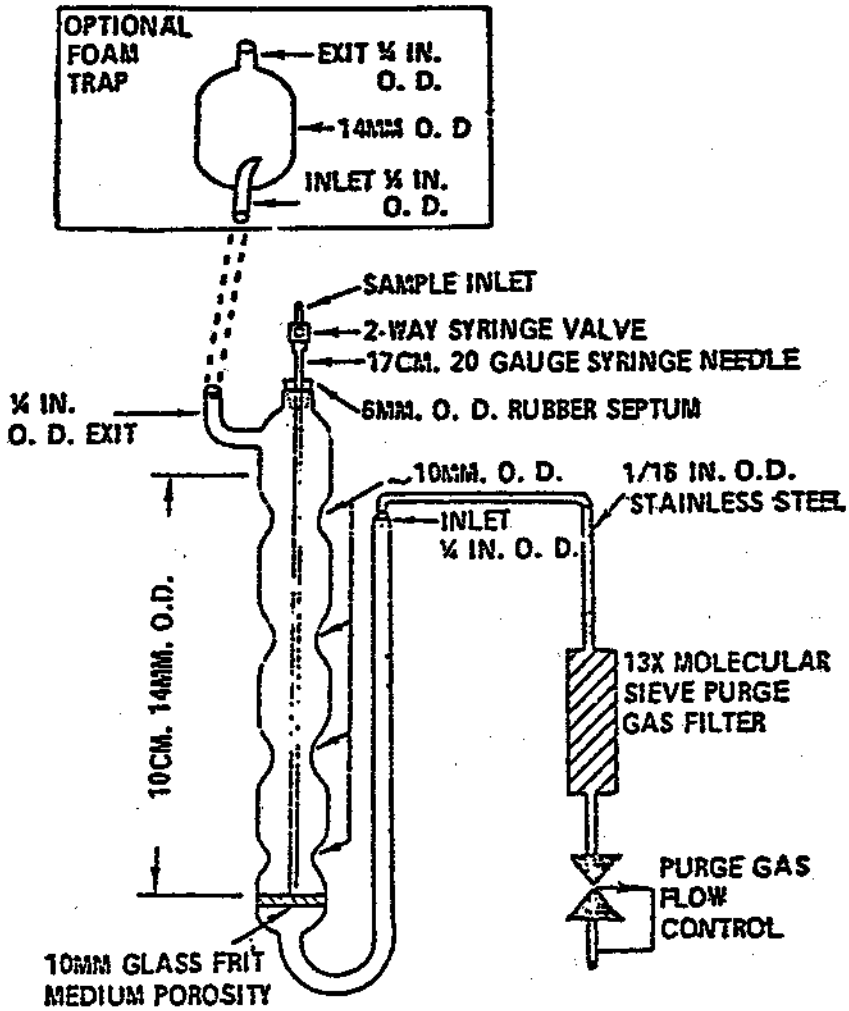


Figure 8.83-1
PURGING DEVICE

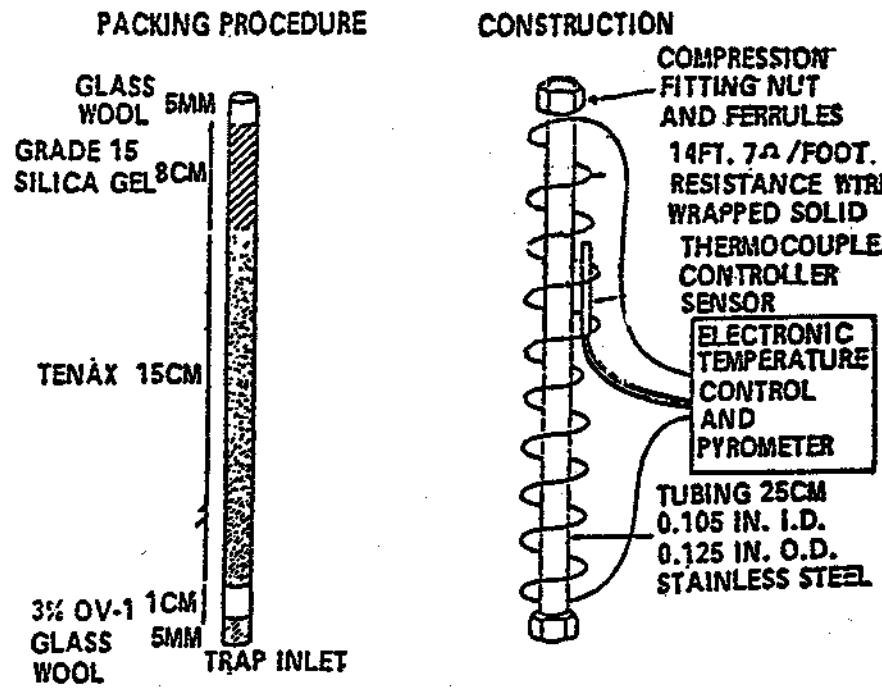


Figure 8.83-2
TRAP PACKINGS AND CONSTRUCTION
TO INCLUDE DESORB CAPABILITY

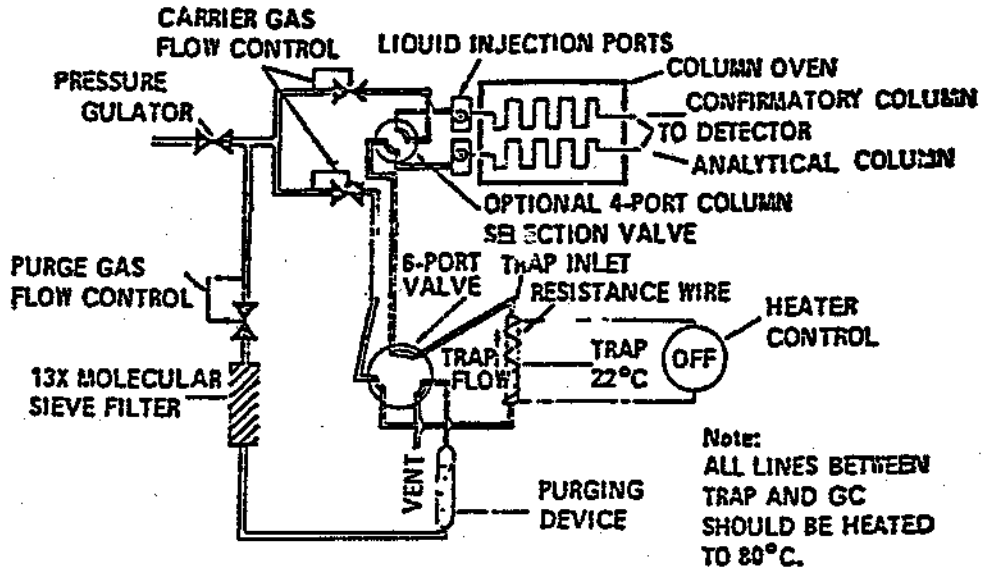


Figure 8.83-3
SCHEMATIC OF PURGE AND TRAP DEVICE-PURGE MODE

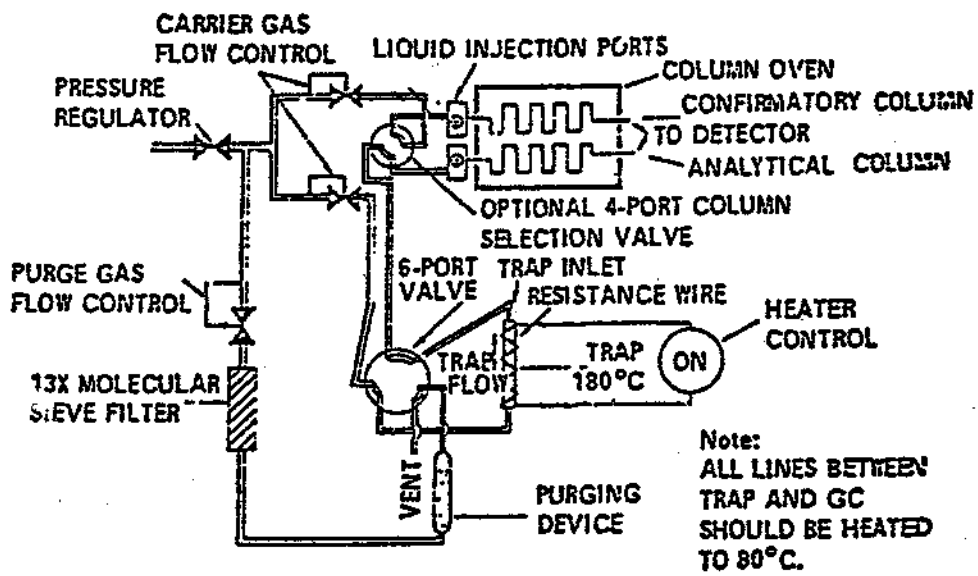


Figure 8.83-4
SCHEMATIC OF PURGE AND TRAP DEVICE DESORB MODE

Method 8.84

SHAKE OUT PROCEDURE

Introduction

This procedure provides a method for treating liquid wastes not soluble in the extraction solvent in order to extract the organic species prior to measurement by chromatography or, if necessary, further clean-up.

Summary of Method

Samples are made acid or alkaline, if necessary, then extracted three times, with the appropriate solvent using vigorous agitation. After the combined extracts are dried with anhydrous sodium sulfate, they are concentrated in a Kuderna-Danish Apparatus.

Apparatus

1. Separatory funnel - 250 ml, with Teflon stopcock.
2. Drying column - 20 mm ID Pyrex chromatographic column with coarse frit.
3. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus. [Kontes K-570000 or equivalent.]
4. Boiling chips - solvent extracted, approximately 10/40 mesh.
5. Water bath - Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control ($\pm$ 2° C). The bath should be used in a hood.

Reagents

1. Sodium hydroxide, (ACS) 10 N in distilled water.

2. Sulfuric acid, (1+1), Mix equal volumes of concentrated H_2SO_4 (ACS) with distilled water.
3. Methylene chloride, acetone, 2-propanol, hexane, toluene-Pesticide quality or equivalent.
4. Sodium sulfate (ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400° C for four hours in a shallow tray).

Procedure

1. Transfer 50 gms of sample to the separatory funnel.
2. Adjust the pH of the sample to that indicated in Table 8.84-1.
3. Add 50 ml of the appropriate extraction solvent (see Table 8.84-1).
4. Seal and shake the separatory funnel for 60 seconds with periodic venting to release vapor pressure.
5. Allow the phases to separate for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation.
6. Collect the extract and then repeat the extraction two more times using fresh portions of solvent.
7. Combine the three extracts and discard the now extracted waste.

8. Filter the extract and then dry it by passing it through a drying column containing 10 cm of anhydrous sodium sulfate.
9. Transfer the dried extract to the K-D apparatus. Add 1-2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml extraction solvent to the top. Place the K-D apparatus on a hot water bath (60-65° C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15-20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.
10. Transfer to 10 ml volumetric flask and dilute to volume.

Table 8.84-1

EXTRACTION CONDITIONS

Compound	Extraction pH	Extraction Solvent
Acetonitrile	NA	NA
Acrolein	NA	NA
Acrylamide	NA	NA
Acrylonitrile	NA	NA
Benzene	NA	NA
Benzo(a)anthracene	5-9	Methylene Chloride
Benzo(a)pyrene	> 11	Methylene Chloride
Benzotrichloride	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Benzyl chloride	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Benzo(b)fluoranthene	5-9	Methylene Chloride
Bis(2-chloroethoxy-methane)	NA	NA
Bis(2-chloroethyl)ether	NA	NA
Bis(2-chloroisopropyl) ether	NA	NA
Carbon disulfide	NA	NA
Carbon tetrachloride	NA	NA
Chlordane	5-9 or >11	Methylene Chloride
Chlorinated dibenzo dioxins	6-8	Methylene Chloride
Chlorinated biphenyls	5-9 or >11	Methylene Chloride
Chloroacetaldehyde	NA	NA
Chlorobenzene	NA	NA

NA = Method not applicable to analysis for this compound.

EXTRACTION CONDITIONS cont. (2)

Compound	Extraction pH	Extraction Solvent
2-Chlorophenol	12	Methylene Chloride
Chrysene	5-9	Methylene Chloride
Creosote	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Cresol(s)	12	Methylene Chloride
Cresylic acid(s)	12	Methylene Chloride
Dichlorobenzene(a)	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Dichloroethane(s)	NA	NA
Dichloromethane	NA	NA
Dichlorophenoxy-acetic acid	> 7 or > 11	Ethyl Ether or Methylene Chloride
Dichloropropanol	5-9 or > 11	Methylene Chloride
2,4-Dimethylphenol	12	Methylene Chloride
Dinitrobenzene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
4,6-Dinitro-O-cresol	12	Methylene Chloride
2,4-Dinitrotoluene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Endrin	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Ethyl Ether	NA	NA
Formaldehyde	NA	NA
Formic Acid	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Heptachlor	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Hexachlorobenzene		
Hexachlorobutadiene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Hexachloroethane	5-9 or > 11	Methylene Chloride

EXTRACTION CONDITIONS cont. (3)

Compound	Extraction pH	Extraction Solvent
Hexachlorocyclo-pentadiene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Lindane	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Maleic anhydride	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Methanol	NA	NA
Methomyl	6.5 - 7.5	Methylene Chloride
Methyl ethyl ketone	> 11	Methylene Chloride
Methyl isobutyl ketone	> 11	Methylene Chloride
Naphthalene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Napthoquinone	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Nitrobenzene	5-9	Methylene Chloride
4-Nitrophenol	12	Methylene Chloride
Paraldehyde (trimer of acetaldehyde	NA	NA
Pentachlorophenol	12	Methylene Chloride
Phenol	12	Methylene Chloride
Phorate	6-8	Methylene Chloride
Phosphorodithioic acid esters	5-9	Methylene Chloride
Phthalic anhydride	5-9 or > 11	Methylene Chloride
2-Picoline	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Pyridine	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Tetrachlorobenzene(s)	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Tetrachloroethane(s)	NA	NA

EXTRACTION CONDITIONS cont. (4)

Compound	Extraction pH	Extraction Solvent
Tetrachloroethene	NA	NA
Tetrachlorophenol	12	Methylene Chloride
Toluene	NA	NA
Toluenediamine	> 11	Methylene Chloride
Toluene diisocyanate(s)	59	Methylene Chloride
Toxaphene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Trichloroethane	NA	NA
Trichloroethene(s)	NA	NA
Trichlorofluoromethane	NA	NA
Trichlorophenol(s)	12	Methylene Chloride
2,4,5-TP(Silvex)	<7 or > 11	Ethyl Ether or Methylene Chloride
Trichloropropane	NA	NA
Vinyl chloride	NA	NA
Vinylidene chloride	NA	NA
Xylene	NA	NA

Method 8.85

SONICATION METHOD

Scope and Application

This method covers a procedure for the extraction of non-volatile and semi-volatile organic compounds from solids. The sonication produces solid disruption to ensure intimate contact of the sample matrix with the extraction solvent.[1]

Summary of Method

A weighed sample of the solid waste is ground, mixed with the extraction medium, then dispersed into the solvent using sonication. The resulting solution may then be cleaned up further or analyzed directly using the appropriate technique (Methods 8.24 through 8.25).

Apparatus

1. Apparatus for Grinding.*†

   The necessity for grinding and the choice of grinding apparatus will depend on the physical and chemical characteristics of the solid waste material in question. Any of

---

[1] The high energy vibrations produced by this method may produce artifacts and may drive off some semi-volatile compounds.

* Grinding is only necessary if the waste cannot either pass through a 1-mm standard seive or be extracted through a 1-mm diameter hole.

† Specific equipment listed in this method are for descriptive purposes only. Equivalent equipment is available from other manufactures and laboratory supply companies.

the following grinders, or their equivalent, would be suitable:

a. Fisher Mortar Model 155 Grinder or equivalent. Fisher Scientific Co., Catalogue Number 8-323. This grinder handles all except gummy, fibrous or oily materials.

Sonication

For purposes of solid waste dispersion, ultra-sonication must be performed by use of a horn-type sonicator. The following equipment or its equivalent is suitable.

a. Sonifer/Cell disruptor, model W-350, Ultrasonics Inc.

b. Sonic Dismembrator model 300, Fisher Scientific Co., Catalogue Number 15-338-40.

With either apparatus a sonicator probe with a titanium tip must be used.

Reagents

1. Any solvent appropriate for GC or GC/MS analysis. Choice of solvent will depend on the substances being analyzed for. The solvent of choice should be appropriate for the method of measurement to be used and which will give an analyte to solvent partition coefficient of at least 1 to 1000.
2. Sodium sulfate, (ACS) Granular anhydrous (purified by heating at 400° C for 4 hours in a shallow tray).

Procedure

1. Grind, or otherwise subdivide the waste, in a manner such that it either passes through a 1-mm seive or can be extruded through a 1-mm hole. Introduce sufficient sample

into the grinding apparatus to yield at least 10 gms after grinding.

2. Weigh 10.0 gm of suitably dispersed material into a 75 ml glass flask, add 30 ml of an appropriate solvent. Sonicate with agitation for approximately 15 minutes. Filter the resulting suspension. Reextract the solid residue with an additional 30 ml portion of solvent. Repeat the extraction a third time so as to sonicate for a total of 45 minutes. Solvent of choice should be one with properties which allow for efficient GC, LC, or GC/MS analysis, and which has an analyte to solvent partition coefficient on the order of 1 to 1000.
3. After the extraction is complete, filter the extract and dry it by passing it through a 4-inch column of sodium sulfate which has been washed with the extracting solvent. Collect the dried extract in a 500-ml Kuderna-Danish (K-D) flask fitted with a 10 ml graduated concentrator tube and a 3 ball Snyder column. Wash the extractor flask and sodium sulfate column with 100-125 ml of the extracting solvent. If the extract is expected to contain no interfering organics (therefore requiring no clean-up step), it may be concentrated using the K-D apparatus and analyzed by the appropriate gas or liquid chromatographic technique. If further clean-up is required proceed accordingly (see Section 9 of this manual) after concentration of the extract.

4. Heat the K-D apparatus on a steam bath until the liquid level in the collection tube is below 5 ml. Turn off the heat and allow K-D to cool. Transfer to 10 ml volumetric flask and adjust volume to 10 ml.

Method 8.86

SOXHLET EXTRACTION METHOD

Scope and Application

This method provides a procedure for the extraction of semi-volatile and nonvolatile organic compounds from waste materials which are in a "solid" state, prior to analysis by the appropriate gas chromatographic or liquid chromatographic technique.

Summary of Method

The solid sample is mixed with anhydrous sodium sulfate, placed in an extraction thimble or between two plugs of glass wool and extracted using an appropriate solvent in a Soxhlet extractor. The extract is then concentrated, and may either be cleaned up further, or analyzed directly by the appropriate measurement technique (Methods 8.04 through 8.25).

Apparatus

1. Soxhlet extractor - 40 mm ID, with 500-ml round bottom flask.
2. Kuderna-Danish Apparatus [Kontes K-570000 or equivalent] with 3-ball Snyder column.
3. Chromatographic column--Pyrex, 20 mm ID, approximately 400 mm long, with coarse fritted plate on bottom and an appropriate packing medium.

Reagents

1. An appropriate solvent or solvent mixture yielding no measurable residue on evaporation.

2. Anhydrous granular sodium sulfate, ACS (purified by heating at 400° C for 4 hours in a shallow tray).

Procedure

1. Blend 10 grams of the solid sample with an equal weight of anhydrous sodium sulfate and place in either a glass or paper extraction thimble.
2. Place the sample in the extractor thimble. (If any problems are encountered in using the thimble, e.g., if the sample clogs the thimble, an alternative to the thimble would be to place a plug of glass wool in the extraction chamber, transfer the sample into the chamber, then cover the sample with another plug of glass wool.)
3. Place 300 ml of the solvent into a 500-ml roundbottom flask containing a boiling stone; attach the flask to the extractor, and extract the solids for 16 hours.
4. After the extraction is complete, cool the extract; then filter the extract and dry it by passing it through a 4-inch column of sodium sulfate which has been washed with the extracting solvent. Collect the dried extract in a 500-ml Kuderna-Danish (K-D) flask fitted with a 10ml graduated concentrator tube. Wash the extractor flask and sodium sulfate column with 100-125 ml of the extracting solvent. If the extract is expected to contain no interfering organics (therefore requiring no clean-up step), it may be concentrated using the K-D apparatus and analyzed by the appropriate gas or liquid chromatographic technique. If further clean-up is required proceed accordingly (see Section 9 of this manual) after concentration of the extract.

5. Add 1-2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml solvent to the top. Place the K-D apparatus on a steam or hot water bath so that the concentrator tube and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in hot water or vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15-20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.
6. Transfer to 10 ml volumetric flask and adjust volume to 10 ml.

References

1. "Interim Methods for the Sampling and Analysis of Priority Pollutants in Sediments and Fish Tissue", U.S. Environmental Protection Agency; Environmental Monitoring and Support Laboratory; Cincinnati, Ohio 45268.

2. "Recovery of Organic Compounds from Environmentally Contaminated Bottom Materials", T. Bellar, J. Lichtenberg, S. Lonneman; U.S. Environmental Protection Agency; Environmental Monitoring and Support Laboratory; Cincinnati, OH 45268.

Method 9.01

LIQUID - LIQUID EXTRACTION

Introduction

The following procedure provides a method of sample clean-up to be used when interferences prevent direct chromatographic measurement of the compound being analyzed for. The method makes use of the differential solubility of the compounds of interest and interfering species.

Summary of Method

Removal of interferences is accomplished by a series of liquid-liquid extractions conducted at different pHs and with a variety of solvents.

Apparatus

1. Separatory funnel with Teflon stopcock.
2. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus [Kontes-K-570000 or equivalent] equipped with a three ball Snyder column.
3. Boiling chips - solvent extracted, approximately 10/40 mesh.
4. Drying column - 20 mm I.D. Pyrex chromatographic column with coarse frit.
5. Water or steam bath.

Reagents

1. Sodium hydroxide-(ACS) 10 N in distilled water.
2. Sulfuric acid-(1 + 1) Mix equal volumes of concentrated H_2SO_4 (ACS) with distilled water.

3. Methylene chloride, acetone, 2-propanol, hexane, toluene-Pesticide quality or equivalent.
4. Sodium sulfate-(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).
5. Distilled Water

Procedure

1. Place 10 gms of the extract or organic liquid waste to be cleaned up into the separatory funnel.
2. Add 20 ml of the solvent indicated in Table 9.01-1.
3. Add 20 ml of distilled water and adjust the pH to 12-13 with sodium hydroxide. Partition the sample into the solvent and aqueous phases by shaking the funnel for one minute with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation layer.
4. Separate the aqueous phase and transfer to a 125 ml Erlenmeyer flask.
5. Reextract the solvent layer twice more with 20 ml portions of distilled water at pH 12-13. Combine aqueous extract.
6. At this point the species being analyzed for will be in either the organic or aqueous phase (See Table 9.01-1). If in the aqueous phase discard the organic phase and proceed to

step 7. If in the organic phase discard the aqueous phase and proceed to step 12.

7. Transfer the aqueous phase to a clean separatory funnel.

8. Adjust the aqueous layer to a pH of 1-2 with sulfuric acid.

9. Add 20 ml of solvent to the funnel and shake for two minutes. Allow the solvent to separate from the aqueous phase and collect the solvent in a 100 ml Erlenmeyer flask.

10. Add a second 20 ml volume of solvent to the separatory funnel and reextract at pH 1-2 a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

11. Perform a third extraction in the same manner.

12. Pour the combined organic extracts through a drying column containing 10 cm of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a Kuderna-Danish (K-D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20 ml of solvent to complete the quantitive transfer.

13. Add 1-2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml solvent to the top. Place the K-D apparatus on a steam or hot water bath so that the concentrator tube and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in hot water or vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete

the concentration in 15-20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.

14. If the appropriate analytical solvent is the same as that used for the above extraction then transfer extract to 10 ml volumetric flask and adjust volume to 10 ml. If a different solvent is to be used for sample measurement proceed as in step 15 where 2 propanol is used for illustrative purposes. Other solvents should be used as appropriate.

15. Increase the temperature of the hot water bath to 95-100°C. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1-2 ml of 2-propanol. Note: A 5-ml syringe is recommended for this operation. Attach a micro-Snyder column to the concentrator tube and prewet the column by adding about 0.5 ml 2-propanol to the top. Place the micro K-D apparatus on the water bath so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete concentration in 5-10 minutes. At the proper rate of distillation, the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of the liquid reaches 2.5 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10

minutes while cooling. Add an additional 2 ml of 2-propanol through the top of the micro-Snyder column and resume concentrating as before. When the apparent volume of liquid reaches 0.5 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a minimum amount of 2-propanol. Transfer to a 10 ml volumetric flask and adjust the extract volume to 10 ml. Store in refrigerator, if further processing will not be performed immediately. If the sample extract requires no further cleanup, proceed with gas chromatographic analysis. If the sample requires further cleanup, proceed as appropriate.

Table 9.01-1

APPROPRIATE CLEAN-UP SOLVENT AND STEP 6 PHASE

Compound Being Analyzed For	Solvent	Step 6 Phase
Benzo(a)anthracene	Dichloromethane	Solvent
Benzo(a)pyrene	Dichloromethane	Solvent
Benzotrichloride	Dichloromethane	Solvent
Benzyl chloride	Dichloromethane	Solvent
Benzo(b)fluoranthene	Dichloromethane	Solvent
Chlordane	Dichloromethane	Solvent
Chlorinated dibenzodioxins	Dichloromethane	Solvent
2-Chlorophenol	Dichloromethane	Aqueous
Chrysene	Dichloromethane	Solvent
Creosote	Dichloromethane	Solvent
Cresol(s)	Dichloromethane	Aqueous
Cresylic acid(s)	Dichloromethane	Aqueous
Dichlorobenzene(s)	Dichloromethane	Solvent
Dichlorophenoxy-acetic acid	Ethyl ether	Aqueous
Dichloropropanol	Dichloromethane	Solvent
2,4-Dimethylphenol	Dichloromethane	Aqueous
Dinitrobenzene	Dichloromethane	Solvent
4,6-Dinitro-o-cresol	Dichloromethane	Aqueous
2,4-Dinitrotoluene	Dichloromethane	Solvent

Table 9.01-1 (cont.)

APPROPRIATE CLEAN-UP SOLVENT AND STEP 6 PHASE

Compound Being Analyzed For	Solvent	Step 6 Phase
Endrin	Dichloromethane	Solvent
Heptachlor	Dichloromethane	Solvent
Hexachlorobenzene	Dichloromethane	Solvent
Hexachlorobutadiene	Dichloromethane	Solvent
Hexachloroethane	Dichloromethane	Solvent
Hexachlorocyclopentadiene	Dichloromethane	Solvent
Lindane	Dichloromethane	Solvent
Maleic anhydride	Dichloromethane	Solvent
Methomyl	Dichloromethane	Solvent
Napthalene	Dichloromethane	Solvent
Napthoquinone	Dichloromethane	Solvent
Nitrobenzene	Dichloromethane	Solvent
4-Nitrophenol	Dichloromethane	Aqueous
Pentachlorophenol	Dichloromethane	Aqueous
Phenol	Dichloromethane	Aqueous
Phorate	Dichloromethane	Aqueous
Phosphorodithioic acid esters	Dichloromethane	Solvent
Phthalic anhydride	Dichloromethane	Solvent
2-Picoline	Dichloromethane	Solvent

Table 9.01-1 (cont.)

APPROPRIATE CLEAN-UP SOLVENT AND STEP 6 PHASE

Compound Being Analyzed For	Solvent	Step 6 Phase
Pyridine	Dichloromethane	Solvent
Tetrachlorobenzene(s)	Dichloromethane	Solvent
Tetrachlorophenol	Dichloromethane	Aqueous
Toluenediamine	Dichloromethane	Solvent
Toxaphene	Dichloromethane	Solvent
Trichlorophenol(s)	Dichloromethane	Aqueous
2,4,5-TP (Silvex)	Ethyl ether	Aqueous

Section 10.0

QUALITY CONTROL, QUALITY ASSURANCE

INTRODUCTION

The procedures and methods that make up the body of this manual outline how to test for hazardous characteristics in solid wastes. If performed by qualified analysts the Agency feels that the procedures and methods will give a true verdict of the wastes being tested.

Yet, the described techniques are only valuable if they are performed with proper care. Unless the stated criteria of the quality controls and assurances called for in every technique are met the derived data will be of little value to either the Agency or the generator.

Section 10 is meant to give guidance to qualified analysts who will be testing solid wastes for hazardous characteristics. Since it was developed for use in the testing of dilute aqueous samples, it is not to be followed exactly. Rather it should be used as a guideline that outlines acceptable quality control procedures.

In the hands of a qualified analyst Section 10 can be used as a yardstick to compare the acceptability of data derived by generators of solid wastes. In future editions of this manual EPA will provide more specific quality assurance and control criteria for use in solid waste testing programs.

EPA-600/4-79-019

HANDBOOK FOR ANALYTICAL QUALITY CONTROL IN WATER AND WASTEWATER LABORATORIES

March 1979

ENVIRONMENTAL MONITORING AND SUPPORT LABORATORY
U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY
OFFICE OF RESEARCH AND DEVELOPMENT
CINCINNATI, OHIO 45268

DISCLAIMER

The mention of trade names or commercial products in this handbook is for illustration purposes and does not constitute endorsement or recommendation for use by the U.S. Environmental Protection Agency.

ABSTRACT

One of the fundamental responsibilities of water and wastewater management is the establishment of continuing programs to insure the reliability and validity of analytical laboratory and field data gathered in water treatment and wastewater pollution control activities.

This handbook is addressed to laboratory directors, leaders of field investigations, and other personnel who bear responsibility for water and wastewater data. Subject matter of the handbook is concerned primarily with quality control (QC) for chemical and biological tests and measurements. Chapters are also included on QC aspects of sampling, microbiology, biology, radiochemistry, and safety as they relate to water and wastewater pollution control. Sufficient information is offered to allow the reader to inaugurate or reinforce programs of analytical QC that emphasize early recognition, prevention, and correction of factors leading to breakdowns in the validity of water and wastewater pollution control data.

ACKNOWLEDGMENTS

This handbook was prepared by the Environmental Monitoring and Support Laboratory (EMSL) of the United States Environmental Protection Agency. The contributions of the following individuals in preparing the handbook are gratefully acknowledged:

J. B. Anderson
D. G. Ballinger
E. L. Berg
R. L. Booth
R. H. Bordner
P. W. Britton
J. F. Kopp
H. L. Krieger
J. J. Lichtenberg
L. B. Lobring
J. E. Longbottom
C. I. Weber
J. A. Winter

Technical editing and preparation of the final manuscript were performed under contract to John F. Holman & Co. Inc., 1346 Connecticut Avenue, N.W., Washington, D.C. 20036.

Inquiries regarding material contained in the handbook should be made to Environmental Protection Agency, Environmental Research Center, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268.

TABLE OF CONTENTS

		Page
	PREFACE	iii
	ACKNOWLEDGMENTS	v
Chapter		
1	IMPORTANCE OF QUALITY CONTROL	1-1
	1.1 General	1-1
	1.2 Quality Assurance Programs	1-1
	1.3 Analytical Methods	1-2
	1.4 Reference	1-4
2	LABORATORY SERVICES	2-1
	2.1 General	2-1
	2.2 Distilled Water	2-1
	2.3 Compressed Air	2-5
	2.4 Vacuum	2-5
	2.5 Hood System	2-5
	2.6 Electrical Services	2-6
	2.7 References	2-6
3	INSTRUMENT SELECTION	3-1
	3.1 Introduction	3-1
	3.2 Analytical Balances	3-1
	3.3 pH/Selective-Ion Meters	3-3
	3.4 Conductivity Meters	3-6
	3.5 Turbidimeters (Nephelometers)	3-7
	3.6 Spectrometers	3-8
	3.7 Organic Carbon Analyzers	3-13
	3.8 Gas Chromatographs	3-14
	3.9 References	3-14
4	GLASSWARE	4-1
	4.1 General	4-1
	4.2 Types of Glassware	4-2
	4.3 Volumetric Analyses	4-3
	4.4 Federal Specifications for Volumetric Glassware	4-4
	4.5 Cleaning of Glass and Porcelain	4-5
	4.6 Special Cleaning Requirements	4-6
	4.7 Disposable Glassware	4-7
	4.8 Specialized Glassware	4-7
	4.9 Fritted Ware	4-8
	4.10 References	4-9
5	REAGENTS, SOLVENTS, AND GASES	5-1
	5.1 Introduction	5-1
	5.2 Reagent Quality	5-1

5.3 Elimination of Determinate Errors 5-4
5.4 References 5-4

6 QUALITY CONTROL FOR ANALYTICAL PERFORMANCE 6-1
6.1 Introduction 6-1
6.2 The Industrial Approach to QC 6-1
6.3 Applying Control Charts in Environmental Laboratories 6-2
6.4 Recommended Laboratory Quality Assurance Program 6-9
6.5 Outline of a Comprehensive Quality Assurance Program 6-10
6.6 Related Topics 6-13
6.7 References 6-13

7 DATA HANDLING AND REPORTING 7-1
7.1 Introduction 7-1
7.2 The Analytical Value 7-1
7.3 Glossary of Statistical Terms 7-3
7.4 Report Forms 7-5
7.5 References 7-11

8 SPECIAL REQUIREMENTS FOR TRACE ORGANIC ANALYSIS . . . 8-1
8.1 Introduction 8-1
8.2 Sampling and Sample Handling 8-1
8.3 Extract Handling 8-4
8.4 Supplies and Reagents 8-5
8.5 Quality Assurance 8-7
8.6 References 8-10

9 SKILLS AND TRAINING 9-1
9.1 General 9-1
9.2 Skills 9-2
9.3 Training 9-4

10 WATER AND WASTEWATER SAMPLING 10-1
10.1 Introduction 10-1
10.2 Areas of Sampling 10-2
10.3 References 10-6

11 RADIOCHEMISTRY 11-1
11.1 Introduction 11-1
11.2 Sample Collection 11-1
11.3 Laboratory Practices 11-2
11.4 Quality Control 11-4
11.5 References 11-5

12 MICROBIOLOGY 12-1
12.1 Background 12-1
12.2 Specific Needs in Microbiology 12-1
12.3 Intralaboratory Quality Control 12-2
12.4 Interlaboratory Quality Control 12-2
12.5 Development of a Formal Quality Assurance Program 12-3
12.6 Documentation of a Quality Assurance Program 12-3

12.7 Chain-of-Custody Procedures for Microbiological Samples 12-3
12.8 References 12-10

13 AQUATIC BIOLOGY 13-1
13.1 Summary of General Guidelines 13-1
13.2 Discussion 13-2
13.3 Reference 13-4

14 LABORATORY SAFETY 14-1
14.1 Law and Authority for Safety and Health 14-1
14.2 EPA Policy on Laboratory Safety 14-5
14.3 Laboratory Safety Practices 14-7
14.4 Report of Unsafe or Unhealthful Condition 14-15
14.5 References 14-15

Appendix A—Suggested Checklist for the Safety Evaluation of EPA Laboratory Areas A-1

LIST OF FIGURES

Figure No.		Page
4-1	Example of Markings on Glassware	4-5
6-1	Essentials of a Control Chart	6-2
6-2	Shewhart Control Chart for Percent Recovery Data	6-5
6-3	Procedure for Evaluating QC Data From a Monitoring Study	6-12
7-1	Example of Bench Sheet	7-8
7-2	Example of Summary Data Sheet	7-9
7-3	Example of STORET Report Form	7-10
7-4	Flow Chart of the Sequence of Events During a Controlled Series of Laboratory Measurements	7-12
12-1	Example of Chain-of-Custody Sample Tag (*a*) Front, (*b*) Back	12-5
12-2	Example of a Sample Log Sheet	12-6
12-3	Example of a Chain-of-Custody Record	12-7
14-1	Health and Safety Inspection Checklist	14-8
14-2	Report of Unhealthful or Unsafe Condition	14-16
14-3	Notice of Unhealthful or Unsafe Condition	14-17

LIST OF TABLES

Table No.		Page
2-1	Water Purity	2-1
2-2	Requirements for Reagent Water	2-2
2-3	Comparison of Distillates From Glass and Metal Stills	2-3
3-1	Performance Characteristics of Typical pH/Selective-Ion Meter	3-5
3-2	Electrical Conductivity of Potassium Chloride Reference Solutions	3-7
4-1	Tolerances for Volumetric Glassware	4-4
4-2	Fritted Ware Porosity	4-8
6-1	Analyses of Total Phosphate-Phosphorus Standards, in Milligrams Per Liter of Total PO_4-P	6-4
6-2	Estimates of the Range ($R = \|A - B\|$) and the Industrial Statistic ($I = \|A - B\|/(A + B)$) of Three Different Parameters for Various Concentration Ranges	6-7
6-3	Shewhart Upper Control Limits UCL and Critical Range R_c Values for the Differences Between Duplicate Analyses Within Specific Concentration Ranges for Three Parameters	6-8
6-4	Critical Range Values for Varying Concentration Levels	6-9
9-1	Skill-Time Rating of Standard Analytical Operations	9-3

10-1 Guidance for Water/Wastewater Sampling 10-2

11-1 Sample Handling, Preservation, Methodology, and Major Instrumentation Required 11-2

Chapter 1

IMPORTANCE OF QUALITY CONTROL

1.1 General

The analytical laboratory provides qualitative and quantitative data for use in decision-making. To be valuable, the data must accurately describe the characteristics and concentrations of constituents in the samples submitted to the laboratory. In many cases, because they lead to faulty interpretations, approximate or incorrect results are worse than no result at all.

Ambient water quality standards for pH, dissolved oxygen, heavy metals, and pesticides are set to establish satisfactory conditions for drinking water, fishing, irrigation, power generation, or other water uses. The laboratory data define whether conditions are being met and whether the water can be used for its intended purposes. In wastewater analyses, the laboratory data identify the characteristics of the treatment plant influent and the final load imposed upon receiving water resources, as well as the effectiveness of steps in the treatment process. Decisions on process changes, plant modifications, or the construction of new facilities may be based upon the results of water laboratory analyses. The financial implications of such decisions suggest that extreme care be taken in analysis.

Effective research in water pollution control also depends upon a valid laboratory data base, which in turn may contribute to sound evaluations of both the progress of the research itself and the viability of available water pollution-control alternatives.

The analytical data from water and wastewater laboratories may also be used to determine the extent of compliance of a polluting industry with discharge or surface water standards. If the laboratory results indicate a violation of a standard, remedial action is required by the responsible parties. Both legal and social pressures can be brought to bear to protect the environment. The analyst should realize not only that he has considerable responsibility for providing reliable laboratory descriptions of the samples at issue, but also that his professional competence, the validity of the procedures used, and the resulting values reported may be challenged (perhaps in court). For the analyst to meet such challenges, he should support the laboratory data with an adequate documentation program that provides valid records of the control measures applied to all factors bearing on the final results of investigations.

1.2 Quality Assurance Programs

Because of the importance of laboratory analyses in determining practical courses of action that may be followed, quality assurance programs to insure the reliability of the water and wastewater data are essential. Although all analysts practice quality control (QC) in amounts depending upon their training, professional pride, and the importance of their particular projects, under actual working conditions sufficiently detailed QC may be neglected. An established, routine, quality assurance program applied to each analytical test can relieve analysts of the necessity of originating individual QC efforts.

Quality assurance programs have two primary functions in the laboratory. First, the programs should continually monitor the reliability (accuracy and precision) of the results reported; i.e., they should continually provide answers to the question "How good (accurate and precise) are the results obtained?" This function is the *determination* of quality. The second function is the *control* of quality (to meet the program requirements for reliability). As an example of the distinction between the two functions, the processing of spiked samples may be a determination of measurement quality, but the use of analytical grade reagents is a control measure.

Each analytical method has a rigid protocol. Similarly, QC associated with a test must include definite required steps for monitoring the test and insuring that its results are correct. The steps in QC vary with the type of analysis. For example, in a titration, standardization of the titrant on a frequent basis is an element of QC. In any instrumental method, calibration and checking out of instrumental response are also QC functions. All of the experimental variables that affect the final results should be considered, evaluated, and controlled.

In summary, laboratory data, in quantitative terms, e.g., in milligrams per liter, are reported by the analyst. These values are interpreted by industrial plant engineers to show compliance or noncompliance with permits for discharge, by state pollution control agencies to define the need for additional sampling and analysis to confirm violations, or by EPA to demonstrate that prescribed waste treatment was sufficient to protect the surface waters affected by the discharge.

This handbook discusses the basic factors of water and wastewater measurements that determine the value of analytical results and provides recommendations for the control of these factors to insure that analytical results are the best possible. Quality assurance programs initiated from, and based upon, these recommendations should increase confidence in the reliability of the reported analytical results.

Because ultimately a laboratory director must assume full responsibility for the reliability of the analytical results submitted, the laboratory director must also assume full responsibility in both design and implementation for the corresponding quality assurance program.

1.3 Analytical Methods

Many analytical methods for common water pollutants have been in use for many years and are used in most environmental laboratories. Examples are tests for chloride, nitrate, pH, specific conductance, and dissolved oxygen. Widespread use of an analytical method in water and wastewater testing usually indicates that the method is reliable, and therefore tends to support the validity of the reported test results. Conversely, the use of little-known analytical techniques forces the water and wastewater data user to rely on the judgment of the laboratory analyst, who must then defend his choice of analytical technique as well as his conclusions. Present Federal regulations, notably section 304(h) of Public Law 92-500 (Federal Water Pollution Control Amendments of 1977) and the Interim Drinking Water Regulations specifically require the use of EPA-approved methods of analysis.

Uniformity of methodology within a single laboratory as well as among a group of cooperating laboratories is required to remove methodology as a variable when there are many data users. Uniformity of methodology is particularly important when several

laboratories provide data to a common data bank (such as STORET*) or cooperate in joint field surveys. A lack of uniformity of methodology may raise doubts as to the validity of the reported results. If the same constituents are measured by different analytical procedures within a single laboratory, or by a different procedure in different laboratories, it may be asked which procedure is superior, why the superior method is not used throughout, and what effects the various methods and procedures have on the data values and their interpretations.

Physical and chemical measurement methods used in water or wastewater laboratories should be selected by the following criteria:

a. The selected methods should measure desired constituents of water samples in the presence of normal interferences with sufficient precision and accuracy to meet the water data needs.

b. The selected procedures should use equipment and skills ordinarily available in the average water pollution control laboratory or water supply laboratory.

c. The selected methods should be sufficiently tested to have established their validity.

d. The selected methods should be sufficiently rapid to permit repetitive routine use in the examination of large numbers of water samples.

The restriction to the use of EPA methods in all laboratories providing data to EPA permits the combination of data from different EPA programs and supports the validity of decisions made by EPA.

Regardless of which analytical methods are used in a laboratory, the methodology should be carefully documented. In some reports it is stated that a standard method from an authoritative reference (such as ref. 1) was used throughout an investigation, when close examination has indicated, however, that this was not strictly true. Standard methods may be modified or entirely replaced because of recent advances in the state of the art or personal preferences of the laboratory staff. Documentation of measurement procedures used in arriving at laboratory data should be clear, honest, and adequately referenced; and the procedures should be applied exactly as documented.

Reviewers can apply the associated precision and accuracy of each specific method when interpreting the laboratory results. If the accuracy and precision of the analytical methodology are unknown or uncertain, the data user may have to establish the reliability of the result he or she is interpreting before proceeding with the interpretation.

The necessarily strict adherence to accepted methods in water and wastewater analyses should not stifle investigations leading to improvements in analytical procedures. Even with accepted and documented procedures, occasions arise when the procedures must be modified; e.g., to eliminate unusual interferences, or to yield increased sensitivities. When a

*STORET is the acronym used to identify the computer-oriented U.S. Environmental Protection Agency water quality control information system; STORET stands for STOrage and RETrieval of data and information.

modification of a procedure is necessary, it should be carefully formulated. Data should then be assembled using both the original and the modified procedures to show the superiority of the latter. Such results can be brought to the attention of the organizations responsible for standardization of procedures. To increase the benefit, the modified procedures should be written in a standard format for routine use as applicable. The standard format usually includes scope and application, principle, equipment, reagents, procedure, calculation of results, and expected precision and accuracy.

Responsibility for the results obtained from use of a nonstandard procedure (i.e., one that has not become accepted through wide use) rests with the analyst and his supervisor.

In field operations, because it may be difficult to transport samples to the laboratory, or to examine large numbers of samples (e.g., for gross characteristics), the use of rapid field methods yielding approximate answers is sometimes required. Such methods should be used only with a clear understanding that the results obtained are not as reliable as those obtained from standard laboratory procedures. The fact that such methods have been used should be documented, and the results should not be reported in the same context with more reliable analytical information. When only approximate values are available, perhaps obtained for screening purposes in the field only, the data user would then be so informed.

1.4 Reference

1. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, American Public Health Association, New York (1975).

Chapter 2

LABORATORY SERVICES

2.1 General

Quality control of water and wastewater laboratory analyses involves consideration and control of the many variables that affect the production of reliable data. The quality of the laboratory services available to the analyst must be included among these variables. An abundant supply of distilled water, free from interferences and other undesirable contaminants, is an absolute necessity. An adequate source of clean, dry, compressed air is needed. Electrical power for routine laboratory use and voltage-regulated sources for delicate electronic instrumentation must be provided. This chapter, therefore, will be devoted to describing methods of maintaining the quality of these services, as used in water and wastewater laboratory operations.

2.2 Distilled Water

Distilled or demineralized water is used in the laboratory for dilution, preparation of reagent solutions, and final rinsing of glassware. Ordinary distilled water is usually not pure. It may be contaminated by dissolved gases and by materials leached from the container in which it has been stored. Volatile organics distilled over from the feed water may be present, and nonvolatile impurities may occasionally be carried over by the steam, in the form of a spray. The concentration of these contaminants is usually quite small, and distilled water is used for many analyses without further purification. However, it is highly important that the still, storage tank, and any associated piping be carefully selected, installed, and maintained in such a way as to insure minimum contamination.

Water purity has been defined in many different ways, but one generally accepted definition states that high-purity water is water that has been distilled or deionized, or both, so that it will have a specific resistance of 500,000 Ω or greater (or a conductivity less than 2.0 μmho/cm). This definition is satisfactory as a base to work from, but for more critical requirements, the breakdown shown in table 2-1 has been suggested to express degrees of purity (1).

Table 2-1
WATER PURITY

Degree of Purity	Maximum Conductivity (μmho/cm)	Approximate Concentration of Electrolyte (mg/l)
Pure	10	2-5
Very Pure	1	0.2-0.5
Ultrapure	0.1	0.01-0.02
Theoretically Pure	0.055	0.00

The American Society for Testing and Materials (ASTM) specifies four different grades of water for use in methods of chemical analysis and physical testing. The method of preparation of the various grades of reagent water determines the limits of impurities. The various types of reagent water and ASTM requirements are listed in table 2-2.

Type I grade water is prepared by the distillation of feed water having a maximum conductivity of 20 μmho/cm at 25°C followed by polishing with a mixed bed of ion-exchange materials and a 0.2-μm membrane filter.

Type II grade water is prepared by using a still designed to produce a distillate having a conductivity of less than 1.0 μmho/cm at 25°C. This may be accomplished by double distillation or the use of a still incorporating special baffling and degassing features.

Type III grade water is prepared by distillation, ion exchange, or reverse osmosis, followed by polishing with the 0.45-μm membrane filter.

Type IV grade water is prepared by distillation, ion exchange, reverse osmosis, or electrodialysis.

Properly designed metal stills from reputable manufacturers offer convenient and reliable sources of distilled water. These stills are usually constructed of copper, brass, and bronze. All surfaces that contact the distillate should be heavily coated with pure tin to prevent metallic contamination. The metal storage tank should be of sturdy construction with a tight-fitting cover, and have a filter in the air vent to remove airborne dust, gases, and fumes.

For special purposes, an all-glass distillation unit may be preferable to the metal still. These stills are usually smaller, and of more limited capacity than the metal stills. An actual comparison in which the distillates from an all-glass still and a metal still were analyzed spectrographically for certain trace metal contaminants is given in table 2-3. It can be seen that the all-glass still produced a product that had substantially lower contamination from zinc, copper, and lead.

All stills require periodic cleaning to remove solids that have been deposited from the feed water. Hard water and high-dissolved-solids content promote scale formation in the

Table 2-2
REQUIREMENTS FOR REAGENT WATER

Grade of Water	Maximum Total Matter (mg/l)	Maximum Electrical Conductivity at 25°C (μmho/cm)	Minimum Electrical Resistivity* at 25°C (MΩ · cm)	pH at 25°C	Minimum Color Retention Time of $KMnO_4$ (min)
Type I	0.1	0.06	16.67	–	60
Type II	0.1	1.0	1.0	–	60
Type III	1.0	1.0	1.0	6.2-7.5	10
Type IV	2.0	5.0	0.2	5.0-8.0	10

*See reference 2.

Table 2-3
COMPARISON OF DISTILLATES FROM GLASS AND METAL STILLS

Source	Element and Concentration (μg/l)							
	Zn	B	Fe	Mn	Al	Cu	Ni	Pb
All-Glass Still	<1	12	1	<1	<5	5	<2	<2
Metal Still	9	13	2	<1	<5	11	<2	26

evaporator, and cleaning frequency will thus depend on the quality of the feed water. The boiler of an all-glass still should be drained daily and refilled with clean water. Buildup of scale is easily detected, and the boiler and condenser coils should be cleaned at frequent intervals. Metal stills usually incorporate a constant bleeder device that retards scale formation to some extent. Nevertheless, these units should be dismantled and cleaned at regular intervals. Cleaning should always be in accordance with the manufacturer's instructions.

Pretreatment of the incoming feed water will often improve still performance and raise the quality of the distillate. For example, preliminary softening of hard water removes calcium and magnesium prior to distillation. This reduces scale formation in the boiler and condenser, thereby reducing maintenance service. These softeners employ the ion-exchange principle using a sodium chloride cycle, and are relatively inexpensive to operate. A carbon filtration system, installed at the feed-water intake, will remove organic materials that might subsequently be carried over in the distillate. If trace concentrations of ions are a major concern, the distillate may be passed through a mixed-bed ion exchanger.

At least two commercially manufactured systems are available for production of high-purity water by ion exchange. The Millipore Super-Q System (Millipore Corp., Bedford, Mass.) consists essentially of disposable cartridges for prefiltration, organic absorption, deionization, and Millipore filtration. The company claims it can produce 10-MΩ water, containing no particulate matter larger than 0.45 μm in size, from tap water, at the rate of 20 gal/h. Continental Water Conditioning Corp., El Paso, Tex., advertises a system that can be tailored to the needs of the customer. Performance specifications include minimum flow rates of 45 gal/h and total dissolved solids of less than 0.1 mg/l when required.

Specific conductance is a rapid and simple measurement for determining the inorganic quality of distilled water. Stills of the types previously discussed are capable of producing a distillate with a specific conductance of less than 2.0 μmho/cm at 25°C. This is equivalent to 0.5 to 1.0 mg/l of ionized material. Frequent checks should be made to determine that optimum performance is being maintained. A purity meter installed between the still and the storage reservoir will monitor the conductivity of the distillate, in terms of the equivalent in milligrams per liter of sodium chloride. If the reading on the meter begins to rise above the present limit of conductivity, effective action should be taken to eliminate the source of contamination. Organic quality is more difficult to monitor, but the total organic carbon determination is a simple and rapid test of organic contaminants.

A piping system for delivering distilled water to the area of use within the laboratory is a convenient feature. In this case, special care should be taken that the quality of the water is not degraded between the still and the point of use. Piping may be of tin, tin-lined brass, stainless steel, plastic, or chemically resistant glass, depending on the quality of the water desired, its intended use, and on available funds. Tin is best, but is also very expensive. As a compromise, plastic pipe or glass pipe with Teflon* O-rings at all connecting joints is satisfactory for most purposes. The glass pipe has an obvious advantage when freedom from trace amounts of organic materials is important.

When there is no piped-in supply, distilled water will probably be transported to the laboratory and stored in polyethylene or glass bottles of about 5-gal capacity. If stored in glass containers, distilled water will gradually leach the more soluble materials from the glass and cause an increase in dissolved solids. On the other hand, polyethylene bottles contain organic plasticizers, and traces of these materials may be leached from the container walls. These are of little consequence, except in some organic analyses. Rubber stoppers often used in storage containers contain leachable materials, including significant quantities of zinc. This is usually no problem, because the water is not in direct contact with the stopper. However, the analyst should be aware of the potential for contamination, especially when the supply is not replenished by frequent use.

The delivery tube may consist of a piece of glass tubing that extends almost to the bottom of the bottle, and that is bent downward above the bottle neck, with a 3- to 4-ft piece of flexible tubing attached for mobility. Vinyl tubing is preferable to latex rubber, because it is less leachable; however, a short piece of latex tubing may be required at the outlet for better control of the pinchcock. The vent tube in the stopper should be protected against the entrance of dust.

Ordinary distilled water is quite adequate for many analyses, including the determination of major cations and anions. Certain needs may require the use of double- or even triple-distilled water. Redistillation from an alkaline permanganate solution can be used to obtain a water with low organic background. When determining trace organics by solvent extraction and gas chromatography, distilled water with sufficiently low background may be extremely difficult to obtain. In this case, preextraction of the water with the solvent used in the respective analysis may be helpful in eliminating undesirable peaks in the blank. Certain analyses require special treatment or conditioning of the distilled water, and these will now be discussed.

2.2.1 Ammonia-Free Water

Removal of ammonia can be accomplished by shaking ordinary distilled water with a strong cation exchanger, or by passing distilled water through a column of such material. For limited volumes of ammonia-free water, use of the Quikpure (Box 254, Chicago, Ill.) 500-ml bottle is highly recommended. The ion-free water described in section 2.2.3 is also suitable for use in the determination of ammonia.

2.2.2 Carbon-Dioxide-Free Water

Carbon-dioxide-free water may be prepared by boiling distilled water for 15 min and cooling to room temperature. As an alternative, distilled water may be vigorously aerated with a

*Trademark of E. I. duPont de Nemours & Co.

stream of inert gas for a period sufficient to achieve saturation and CO_2 removal. Nitrogen is most frequently used. The final pH of the water should lie between 6.2 and 7.2. It is not advisable to store CO_2-free water for extended periods.

2.2.3 Ion-Free Water

A multipurpose high purity water, free from trace amounts of the common ions, may be conveniently prepared by slowly passing distilled water through an ion-exchange column containing one part of a strongly acidic cation-exchange resin in the hydroxyl form. Resins of a quality suitable for analytical work must be used. Ion-exchange cartridges of the research grade, available from scientific supply houses, have been found satisfactory. By using a fresh column and high-quality distilled water, a water corresponding to the ASTM designation for type I reagent water (2) (maximum 0.1 mg/l of total matter and maximum conductivity of 0.06 mho/cm) can be obtained. This water is suitable for use in the determination of ammonia, trace metals, and low concentrations of most cations and anions. It is not suited to some organic analyses, however, because this treatment adds organic contaminants to the water by contact with the ion-exchange materials.

2.3 Compressed Air

The quality of compressed air required in the laboratory is usually very high, and special attention should be given to producing and maintaining clean air until it reaches the outlet. Oil, water, and dirt are undesirable contaminants in compressed air, and it is important to install equipment that generates dry, oil-free air. When pressures of less than 50 psi are required, a rotary-type compressor, using a water seal and no oil, eliminates any addition of oil that would subsequently have to be removed from the system. Large, horizontal, water-cooled compressors will usually be used when higher pressures are required.

Compression heats air, thus increasing its tendency to retain moisture. An aftercooler is therefore necessary to remove water. Absorption filters should be used at the compressor to prevent moisture from entering the piping system. Galvanized steel pipe with threaded, malleable-iron fittings, or solder-joint copper tubing should be used for piping the air to the laboratory.

When the compressed air entering the laboratory is of low quality, an efficient filter should be installed between the outlet and the point of use to trap oil, moisture, and other contaminants. As an alternative, high-quality compressed air of the dry grade is commercially available in cylinders when no other source exists.

2.4 Vacuum

A source of vacuum in the chemical laboratory, while not an absolute necessity, can be a most useful item. While used primarily as an aid in filtration, it is also sometimes used in pipetting and in speeding up the drying of pipets.

2.5 Hood System

An efficient hood system is a requirement for all laboratories. In addition to removing the various toxic and hazardous fumes that may be generated when using organic solvents, or that may be formed during an acid digestion step, a hood system may also be used to remove toxic gases that may be formed during atomic absorption analyses or other

reactions. A regular fume hood should have a face velocity of 100 ft/min (linear) with the sash fully open.

2.6 Electrical Services

An adequate electrical system is indispensable to the modern laboratory. This involves having both 115- and 230-V sources in sufficient capacity for the type of work that must be done. Requirements for satisfactory lighting, proper functioning of sensitive instruments, and operation of high-current devices must be considered. Any specialized equipment may present unusual demands on the electrical supply.

Because of the special type of work, requirements for a laboratory lighting system are quite different from those in other areas. Accurate readings of glassware graduations, balance verniers, and other measuring lines must be made. Titration endpoints, sometimes involving subtle changes in color or shading, must be observed. Levels of illumination, brightness, glare, and location of light sources should be controlled to facilitate ease in making these measurements and to provide maximum comfort for the employees.

Such instruments as spectrophotometers, flame photometers, atomic absorption equipment, emission spectrographs, and gas chromatographs have complicated electronic circuits that require relatively constant voltage to maintain stable, drift-free instrument operation. If the voltage of these circuits varies, there is a resulting change in resistance, temperature, current, efficiency, light output, and component life. These characteristics are interrelated, and one cannot be changed without affecting the others. Voltage regulation is therefore necessary to eliminate these conditions.

Many instruments have built-in voltage regulators that perform this function satisfactorily. In the absence of these, a small, portable, constant-voltage transformer should be placed in the circuit between the electrical outlet and the instrument. Such units are available from Sola Basic Industries, Elk Grove Village, Ill., and are capable of supplying a constant output of 118 V from an input that varies between 95 and 130 V. When requirements are more stringent, special transformer-regulated circuits can be used to supply constant voltage. Only the instrument receiving the regulated voltage should be operated from such a circuit at any given time. These lines are in addition to, and separate from, the ordinary circuits used for operation of equipment with less critical requirements.

Electrical heating devices provide desirable heat sources, and should offer continuously variable temperature control. Hot plates and muffle furnaces wired for 230-V current will probably give better service than those that operate on 115 V, especially if the lower voltage circuit is only marginally adequate. Water baths and laboratory ovens with maximum operating temperatures of about 200°C perform well at 115 V. Care must be taken to ground all equipment that could constitute a shock hazard. The three-pronged plugs that incorporate grounds are best for this purpose.

2.7 References

1. Applebaum, S. B., and Crits, G. J., "Producing High Purity Water," Industrial Water Engineering (Sept./Oct. 1964).
2. "Water," Part 31 of 1977 Book of ASTM Standards, p. 20, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1977).

Chapter 3

INSTRUMENT SELECTION

3.1 Introduction

The modern analytical laboratory depends very heavily upon instrumentation. This statement may be completely obvious, but it should be remembered that the exceptional emphasis on electronic equipment has really begun since the development of the transistor and the computer. To a certain extent, analytical instrumentation is always in the development stage, with manufacturers continually redesigning and upgrading their products, striving for miniaturization, better durability and sensitivity, and improved automation. For laboratory supervisors and staff members the net result is a bewildering stream of advertising brochures, announcements, and catalogs of newly available equipment. Consequently, the selection of analytical equipment is always difficult.

The instruments commonly used in water and wastewater analysis include the following:

Analytical balance
pH/selective-ion meter
Conductivity meter
Turbidimeter
Spectrometers (visible, ultraviolet (UV), infrared (IR), and atomic absorption (AA))
Total carbon analyzer
Gas chromatograph (GC)
Gas chromatograph/mass spectrometer (GC/MS)
Temperature devices (such as ovens and water baths)
Recorders

These devices represent basic equipment used in routine work and should be the subject of careful consideration before purchase. Further, their operation and maintenance ought to be primary considerations in sustained production of satisfactory data. Obviously, fundamental understanding of instrument design will assist the analyst in the correct use of instruments and in some cases will aid in detecting instrumental failures. Calibration of all laboratory instruments with primary standards is encouraged whenever practical. This normally involves a National Bureau of Standards standard reference material or calibration and certification procedures. Calibration checks with secondary standards, made in each laboratory or available from private sources, are encouraged on a frequent basis if not required by the analytical method each time an analysis is made.

In the pages that follow an attempt is made to discuss basic instrument design and to offer some remarks about desirable instrumental features.

3.2 Analytical Balances

The most important piece of equipment in any analytical laboratory is the analytical balance. The degree of accuracy of the balance is reflected in the accuracy of all data related to weight-prepared standards. Although the balance should therefore be the most protected and cared-for instrument in the laboratory, proper care of the balance is frequently overlooked.

There are many fine balances on the market designed to meet a variety of needs. Types of balances include top-loading, two-pan, microanalytical, electroanalytical, semianalytical, analytical, and other special-purpose instruments. Each type of balance has its own place in the scheme of laboratory operation, but analytical single-pan balances are by far the most important in the production of reliable data.

Single-pan analytical balances range in capacity from the 20-g to the popular 200-g models with sensitivities from 0.01 to 1 mg. Features of single-pan balances may include mechanical and electronic switching of weights, digital readout, automatic zeroing of the empty balance, and automatic preweighing and taring capabilities. Even with all the design improvements, however, modern analytical balances are still fragile instruments, the operation of which is subject to shock, temperature, and humidity changes, to mishandling, and to various other insults. Some of the precautions to be observed in maintaining and prolonging the dependable life of a balance are as follows:

a. Analytical balances should be mounted on a heavy, shockproof table, preferably one with an adequately large working surface and with a suitable drawer for storage of balance accessories. The balance level should be checked frequently and adjusted when necessary.

b. Balances should be located away from laboratory traffic and protected from sudden drafts and humidity changes.

c. Balance temperatures should be equilibrated with room temperature; this is especially important if building heat is shut off or reduced during nonworking hours.

d. When the balance is not in use, the beam should be raised from the knife edges, the weights returned to the beam, objects such as the weighing dish removed from the pan, and the weighing compartment closed.

e. Special precautions should be taken to avoid spillage of corrosive chemicals on the pan or inside the balance case; the interior of the balance housing should be kept scrupulously clean.

f. Balances should be checked and adjusted periodically by a company service man or balance consultant; if service is not available locally, the manufacturer's instructions should be followed as closely as possible. Service contracts, including an automatic preventive maintenance schedule, are encouraged.

g. The balance should be operated at all times according to the manufacturer's instructions.

Standardized weights to be used in checking balance accuracy, traceable to the National Bureau of Standards, may be purchased from various supply houses. A complete set of directions for checking the performance of a balance is contained in part 41 of ASTM Standards (1).

Because all analytical balances of the 200-g capacity suitable for water and wastewater laboratories have about the same design specifications with reference to sensitivity, precision, convenience, and price, it is safe to assume that there is no clear preference for a certain model, and selection can be made on the basis of availability of service.

3.3 pH/Selective-Ion Meters

The concept of pH as a means of expressing the degree of *effective* acidity or alkalinity instead of *total* acidity or alkalinity was developed in 1909 by Sorenson (2). It was not until about 1940 that commercial instruments were developed for routine laboratory measurement of pH.

A basic meter consists of a voltage source, amplifier, and scale or digital readout device. Certain additional refinements produce varying performance characteristics between models. Some models incorporate expanded scales for increased readability, solid state circuitry for operating stability and extreme accuracy, and temperature and slope adjustment to correct for asymmetric potential of glass electrodes. Other features are scales that facilitate use of selective-ion electrodes, recorder output, and interfacing with complex data-handling systems.

In routine pH measurements the glass electrode is used as the indicator and the calomel electrode as the reference. Glass electrodes have a very fast response time in highly buffered solutions. However, accurate readings are obtained slowly in poorly buffered samples, and particularly so when changing from buffered to unbuffered samples. Electrodes, both glass and calomel, should be well rinsed with distilled water after each reading, and should be rinsed with, or dipped several times into, the next test sample before the final reading is taken. Weakly buffered samples should be stirred during measurement. When not in use, glass electrodes should not be allowed to become dry, but should be immersed in an appropriate solution consistent with the manufacturer's instructions. The first steps in calibrating an instrument are to immerse the glass and calomel electrodes into a buffer of known pH, set the meter to the pH of the buffer, and adjust the proper controls to bring the circuit into balance. The temperature-compensating dial should be set at the temperature of the buffer solution. For best accuracy, the instrument should be calibrated against two buffers that bracket the expected pH of the samples.

The presence of a faulty electrode is indicated by failure to obtain a reasonably correct value for the pH of the second reference buffer solution after the meter has been standardized with the first reference buffer solution. A cracked glass electrode will often yield pH readings that are essentially the same for both standards. The response of electrodes may also be impaired by failure to maintain the KCl level in the calomel electrode, by improper electrode maintenance, or by certain materials such as oily substances and precipitates that may coat the electrode surface. Faulty electrodes can often be restored to normal by an appropriate cleaning procedure. Complete and detailed cleaning methods are given in part 31 of ASTM Standards (3), and are also usually supplied by the electrode manufacturer.

Because of the asymmetric potential of the glass electrode, most pH meters are built with a slope adjustment that enables the analyst to correct for slight electrode errors observed during calibration with two different pH buffers. Exact details of slope adjustment and slope check may vary with different models of instruments. The slope adjustment must be made whenever electrodes are changed, subjected to vigorous cleaning, or refilled with fresh electrolyte. The slope adjustment feature is highly desirable and recommended for consideration when purchasing a new meter.

Most pH meters now available are built with transistorized circuits rather than vacuum tubes, which greatly reduces the warmup time and increases the stability of the meters.

Also, many instruments are designed with a switching circuit so that the entire conventional 0 to 14 scale of pH may be used to read a single pH unit with a corresponding increase in accuracy.

This expanded-scale feature is of definite value when the meter is used for potentiometric titrations and selective-ion work. It is of dubious value, however, in routine analyses, because pH readings more precise than ±0.1 are seldom required. Primary standard buffer salts are available from the National Bureau of Standards* and should be used in situations where extreme accuracy is necessary. Preparation of reference solutions from these salts requires some special precautions and handling (3,4) such as the use of low-conductivity dilution water, drying ovens, and carbon-dioxide-free purge gas. These solutions should be replaced at least once each month.

Secondary standard buffers may be prepared from NBS salts or purchased as solutions from commercial vendors. Routine use of these commercially available solutions, which have been validated by comparison to NBS standards, is recommended.

The electrometric measurement of pH varies with temperature because of two effects. The first effect is the change in electrode output with temperature. This interference can be controlled by use of instruments having temperature compensation or by calibrating the instrument system including the electrode at the temperature of the samples. The second effect is the change of pH of the sample with temperature. This error is sample dependent and cannot be controlled; it should therefore be noted by reporting both the pH and temperature at the time of analysis.

Typical characteristics of a conventional expanded-scale meter are shown in table 3-1.

3.3.1 pH Electrodes

A wide variety of special- and general-purpose pH electrodes are now available to meet all applications in the general analytical laboratory. A survey through any laboratory supply catalog may confuse more than clarify the selection process. A rugged, full-range, glass- or plastic-bodied combination electrode is a good choice for routine use. An added convenience is an electrode that contains solid geltype filling materials not requiring the normal maintenance of an electrode containing liquid filling solutions.

3.3.2 Selective-Ion Electrodes

Electrodes have been developed to measure almost every common inorganic ion normally measured in the water and wastewater laboratory. Application of these electrodes has progressed at a much slower pace and currently only three are approved for EPA monitoring applications.

Reference 5 includes methods for use of fluoride, ammonia, and dissolved oxygen electrodes. Various techniques for use of these and other electrodes are reviewed in references 6 through 9. A major problem in measuring the total parameter with electrodes is that of relating the ion activity to ion concentration. Because the electrodes only measure

*NBS, Office of Standard Reference Materials, Institute for Materials Research, Washington, D.C. 20234.

Table 3-1
PERFORMANCE CHARACTERISTICS OF TYPICAL pH/SELECTIVE-ION METERS

Scale	Range		Smallest Scale Division		Accuracy		Reproducibility		Temperature Compensation[1] (°C)	Input Impedance (Ω)	Power Requirements	
	(pH)	(mV)	(pH)	(mV)	(pH)	(mV)	(pH)	(mV)			(V)	(Hz)
Normal	0-14	±1,400	0.1	10	±0.05	±5	±0.02	±2	0-100	>10	[2]115/220	50/60
Expanded	0-1	±100	.005	.5	±0.002	([3])	±0.002	±0.2	0-100	>10	[2]115/220	50/60

[1]Manual or automatic.
[2]May also be powered by self-contained batteries.
[3]±2 percent of reading.

activity, the challenge is to put all of the parameters of interest into the same measurable ionic form and then to modify the activity to be proportional to the concentration. The technique of known addition (spiking of samples) is recommended when unproven electrode methods are being used or when sample matrix problems are suspected or not controlled by prior distillation or separation techniques.

3.4 Conductivity Meters

Solutions of electrolytes conduct an electric current by the migration of ions under the influence of an electric field. For a constant applied EMF, the current flowing between opposing electrodes immersed in the electrolyte will vary inversely with the resistance of the solution. The reciprocal of the resistance is called conductance and is expressed in reciprocal ohms (mhos). For natural water samples where the resistance is high, the usual reporting unit is micromhos.

Most conductivity meters on the market today use a cathode-ray tube, commonly known as the "magic eye," for indicating solution conductivity. A stepping switch for varying resistances in steps of 10X facilitates reading conductivities from about 0.1 to about 250,000 μmho. The sensing element for a conductivity measurement is the conductivity cell, which normally consists of two thin plates of platinized metal, rigidly supported with a very precise parallel spacing. For protection, the plates are mounted inside a glass tube with openings in the side walls and submersible end for access of sample. Variations in designs have included use of hard rubber and plastics for protection of the cell plates. Glass may be preferable, in that the plates may be visually observed for cleanliness and possible damage, but the more durable encasements have the advantage of greater protection and reduced cell breakage. Selection of various cell designs is normally based on personal preference with consideration of sample type and durability requirements.

In routine use, cells should be frequently examined to insure that (a) the platinized coating of plates is intact; (b) plates are not coated with suspended matter; (c) plates are not bent, distorted, or misalined; and (d) lead wires are properly spaced.

Temperature has a pronounced effect on the conductance of solutions, and must be corrected for when results are reported. The specified temperature for reporting data used by most analytical groups (and all EPA laboratories) is 25°C. Data correction may be accomplished by adjusting sample temperatures to 25°C, or by use of mathematical or electronic adjustment.

Instrumental troubles are seldom encountered with conductivity meters because of the design simplicity. When troubles occur, they are usually in the cell, and for most accurate work the following procedures should be used:

a. Standardize the cell and establish a cell factor by measuring the conductivity of a standard potassium chloride solution (standard conductivity tables may be found in various handbooks).

b. Rinse the cell by repeated immersion in distilled water.

c. Again, immerse the cell in the sample several times before obtaining a reading.

d. If the meter is equipped with a magic eye, determine the maximum width of the shadow at least twice, once by approaching the endpoint from a low reading upward, and once from a high reading downward.

Because the cell constants are subject to slow change even under ideal conditions, and sometimes to more rapid change under adverse conditions, it is recommended that the cell constant be periodically established. Table 3-2 can be used for this operation.

For instruments reading in mhos, the cell constant is calculated as follows:

$$L = \frac{K_1 + K_2}{10^6 K_x}$$

where

L = cell constant

K_1 = conductivity, in micromhos per centimeter, of the KCl solution at the temperature of measurement

K_2 = conductivity, in micromhos per centimeter, of the KCl solution at the same temperature as the distilled water used to prepare the reference solution

K_x = measured conductance, in mhos

Many different manufacturers produce conductivity meters that perform well on water and wastewater samples. Selection should be made consistent with sampling requirements, availability of service and sales, and individual personal preference.

3.5 Turbidimeters (Nephelometers)

Many different instrument designs have been used for the optical measurement of turbidity by measurement of either transmission or reflection of light. An equal or even greater

Table 3-2
ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF POTASSIUM CHLORIDE REFERENCE SOLUTIONS

Solution	Normality	Method of Preparation	Temperature (°C)	Conductivity (μmho/cm)
A	0.1	7.4365 g/l KCl at 20°C	0	7,138
			18	11,167
			25	12,856
B	0.01	0.7440 g/l KCl at 20°C	0	773
			18	1,220
			25	1,408
C	0.001	Dilute 100 ml of B to 1.0 l at 20°C	25	147

number of materials have been used or proposed as calibration standards. As described in reference 10, EPA has standardized on the instrument design and the standard turbidity suspension of Formazin for instrument calibration.

Both the analyst and the user of turbidity data should keep in mind that a turbidity measurement is not a substitute for particle weight or residue analysis. Turbidity instruments can be calibrated to give gravimetric data on specific sample types, but the influence of particle geometry, specific gravity, refractive index, and color make estimates of total weight impractical on a variety of sample types.

For production of data with maximum accuracy and precision, the following precautions should be observed:

a. Protect the sample cuvette from scratches and fingerprints.

b. Use a constant orientation of the sample cuvette while calibrating the instrument and analyzing samples.

c. Use a well-mixed sample in the sample cuvette; do not take readings until finely dispersed bubbles have disappeared.

d. Dilute samples containing excess turbidity to some value below 40 nephelometric turbidity units (NTU); take reading; and multiply results by correct dilution factor.

3.6 Spectrometers

Because a large portion of routine quantitative measurements are performed colorimetrically, the spectrometer or filter photometer is usually the workhorse of any analytical laboratory. Indeed, the versatility of such instruments and the number of demands imposed upon them have resulted in a variety of designs and price ranges. Systematic listing and detailed discussion of all instrumental types are beyond the scope of this chapter; however, ultraviolet, visible, infrared, and atomic absorption instruments will be discussed.

A spectrometer is an instrument for measuring the amount of light or radiant energy transmitted through a solution or solid material as a function of wavelength. A spectrometer differs from a filter photometer in that it uses continuously variable, and more nearly monochromatic, bands of light. Because filter photometers lack the versatility of spectrometers, they are used most profitably where standard methodologies are used for routine analysis.

The essential parts of a spectrometer include the following:

a. A source of radiant energy

b. Monochromator or other device for isolating narrow spectral bands of light

c. Cells (cuvettes) or sample holders for containing samples under investigation

d. A photodetector (a device to detect and measure the radiant energy passing through the sample)

Each of the essential features listed, especially the monochromator and the photodetector system, varies in design principles from one instrument to another. Some of the characteristics of the commonly used Perkin-Elmer model 124 double-beam grating spectrometer are the following:

Light source	
Visible region	Tungsten
Lamp UV region	Deuterium lamp
Wavelength accuracy	±0.5 nm
Spectral bandwidth	0.5, 1.0, and 2.0 nm
Photometric presentation	
Linear transmittance	0 to 100 percent
Linear absorbance	0 to 1*A* or 0 to 2*A*
Photodetector R-136	190 to 800 nm
Sample cells	1.0 to 10 cm

3.6.1 Visible Range

Desirable features on a visible-range spectrometer are determined by the anticipated use of the instrument. Simple, limited programs requiring use of only a few parameters can probably be supported by inexpensive but reliable filter photometers. On the other hand, if the laboratory programs require a wide variety of measurements on diverse samples at low concentrations, more versatile instruments may be needed. One of the prime considerations is adaptability to various sample cell sizes from 1.0 to 10.0 cm.

3.6.2 Ultraviolet Range

A UV spectrometer is similar in design to a visible-range instrument except for differences in the light source and in the optics. The UV light source is a hydrogen- or deuterium-discharge lamp, which emits radiation in the UV portion of the spectrum, generally from about 200 nm to the low-visible-wavelength region. The optical system and sample cells must be constructed of UV-transparent material, which is usually quartz. A grating used in a UV system may be specially cut (blazed) in the UV region for greater sensitivity.

3.6.3 Infrared Range

A number of instrumental modifications are required in the construction of spectrometers for measurements in the IR region because materials such as glass and quartz absorb IR radiant energy, and ordinary photocells do not respond to it. Most IR spectrometers use front-surfaced mirrors to eliminate the necessity for the transmission of radiant energy through quartz, glass, or other lens materials. These mirrors are usually parabolic to focus the diffuse IR energy. Such instruments must be protected from high humidities and water vapor to avoid deterioration of the optical system and the presence of extraneous absorption bands in the IR.

The energy or light source for an IR instrument may be a Nernst glower or a Globar. Each of these sources has certain characteristics that recommend it for use, but the more rugged Globar is more commonly used because it also has a more stable emission. The receiving or detection unit may be a thermocouple, bolometer, thermistor, or photoconductor cell. The type of analysis being performed dictates the degree of sophistication required in the IR instrumentation selected to acquire usable data.

3.6.4 Proper Use of Spectrometers

The spectrometer manufacturer's instructions for proper use should be followed in all cases. Several safeguards against misuse of the instruments, however, are mandatory.

Instruments should be checked for wavelength alinement. If a particular colored solution is to be used at a closely specified wavelength, considerable loss of sensitivity can be encountered if the wavelength control is misalined. In visible-range instruments, an excellent reference point is the maximum absorption for a diluted solution of potassium permanganate, which has dual peaks at 526 and 546 nm. On inexpensive instruments with less resolution the permanganate peak appears at 525 to 550 nm as a single, flat-topped peak.

For both UV and IR instruments, standard absorption curves for many organic materials have been published so that reference material for standard peaks is easily available. Standard films of styrene and other transparent plastics are available for IR wavelength checks. A very good discussion of factors that affect the proper performance of spectrometers and standard reference materials available to calibrate them can be found in publications of the National Bureau of Standards.* Use of certified standards is encouraged whenever practical.

Too much emphasis cannot be placed on care of absorption cells. All absorption cells should be kept scrupulously clean, free of scratches, fingerprints, smudges, and evaporated film residues. Matched cells should be checked to see that they are equivalent, and any differences should be accounted for during use or in the final data. Directions for cleaning cells are given in chapter 4.

Generally speaking, trained technicians may operate any of the spectrometers successfully; however, because interpretation of data from both the UV and IR instruments is becoming increasingly complex, mere compliance with the operations manual may not be sufficient for completely accomplishing the special techniques of sample preparation, instrument operation, and interpretation of absorption curves.

3.6.5 Atomic Absorption

There are a number of differences in the basic design and accessories for atomic absorption (AA) equipment that require consideration before purchase and during subsequent use. These choices concern the light sources, nebulizer burners, optical systems, readout devices, and mode conversions. Because some of these choices are not readily obvious, the purchaser or user must be familiar with the types and numbers of samples to be analyzed and the

*NBS, Office of Standard Reference Materials, Institute for Materials Research, Washington, D.C. 20234.

specific elements to be measured before making the choice. For a program analyzing a wide variety of samples for a number of elements at varying concentrations, an instrument of maximum versatility would be best. Most of the discussion that follows applies to use of instrumentation in absorption, emission, or fluorescence modes.

3.6.5.1 Lamps

Hollow-cathode (HC) lamps or electrodeless-discharge lamps (EDL) are available for over 70 elements with single-element or multielement capability. Multielement lamps are considerably cheaper per element than single-element lamps, but the savings may not be realized if the lamps are not used strategically, because all the elements in the cathode deteriorate when the lamp is used, regardless of which element is measured. The deterioration phenomena result from the different volatilities of metals used in the cathode. One metal volatilizes (sputters) more rapidly than the others and redeposits upon an area of the other cathode metals. Thus, with continual use, a drift in signal will be noted with at least one metal increasing and the other (or others) decreasing. If one can ignore the dubious cost savings of multielement lamps, use of single-element lamps could result in more precise and accurate data.

The line intensities of one element in a multielement HC lamp will usually be less than those of a lamp containing a pure cathode of the same element because this element must share the discharge energy with the other elements present. However, this reduction should not affect the output by a factor of more than one-sixth to one-half, depending on the particular combination and the number of elements combined. The output can be even greater in some multielement lamps because alloying may permit a higher operating current than for the case of the pure cathode. All HC lamps have life expectancies that are related to the volatility of the cathode metal, and for this reason the manufacturer's recommendations for operating should be closely followed.

Recent improvements in design and manufacture of HC lamps and EDLs have resulted in lamps with more constant output and longer life. Under normal conditions an HC lamp may be expected to operate satisfactorily for several years. HC lamps used to be guaranteed for a certain minimum ampere-hour period, but this has been changed to a 90-day warranty. It is good practice to date newly purchased lamps and to inspect them immediately upon receipt. The operating current and voltage indicated on the lamp should not be exceeded during use. An increase in background noise or a loss of sensitivity are signs of lamp deterioration.

A basic design feature of AA spectrometers is the convenience of the HC lamp changeover system. Some instruments provide for as many as six lamps in a rotating turret, all electronically stabilized and ready for use by simply rotating the lamp turret. Other instruments provide for use of only one lamp at a time in the lamp housing, and require manual removal and replacement whenever more than one element is to be measured. A quick-changeover system enables frequent lamp changes during the period of operation. If necessary lamp changes are infrequent, however, multilamp mounts do not represent a great convenience.

After the proper lamp has been selected, the HC current should be adjusted according to the manufacturer's recommendations and allowed to electronically stabilize (warm up) before use. During this 15-min period, the monochromator may be positioned at the correct wavelength, and the proper slit width may be selected. For those instruments employing a multilamp turret, a warmup current is provided to those lamps not in use, thereby

minimizing the warmup period after the turret is rotated. In a single-lamp instrument, the instability exhibited during warmup is minimized by the use of a double-beam optical system.

3.6.5.2 Burner Types

The most difficult and inefficient step in the AA process is converting the metal in the sample from an ion or a molecule to the neutral atomic state. It is the function of the atomizer/burner to produce the desired neutral atomic condition of the elements. With minor modifications burners are the same as those used for flame photometry.

Basically there are two different types of burners. They are the total-consumption, or surface-mix burner, and the laminar-flow or premix burner. There are many variations of these two basic types, such as the Boling, the high-solids, the turbulent-flow, the triflame, the nitrous oxide burners, and many others. As one might expect, there are many similarities among the various burners, the different names resulting from the different manufacturers. The element being determined and the type of sample solution dictate the type of burner to be used. Generally, all types and makes of burner can be adjusted laterally, rotationally, and vertically for selection of the most sensitive area of the flame for the specific element sought.

Nonflame techniques have gained wide acceptance in AA analysis because of the extreme sensitivity and the capability to directly introduce very diverse sample matrices. These systems, which replace the conventional flame burner, come in various designs using electrical resistance to produce temperatures as high as 3,500°C.

3.6.5.3 Single- and Double- (Split-) Beam Instruments

There is a great deal of existing uncertainty among instrument users about the relative merits of single- and double-beam instruments. Neither system is appropriate for all cases.

With a single-beam instrument the light beam from the source passes directly through the flame to the detector. In a double-beam system the light from the source is divided by a beam splitter into two paths. One path, the reference beam, goes directly to the detector. The second path, the sample beam, goes through the flame to the detector. The chopper alternately reflects and passes each beam, creating two equal beams falling alternately upon the detector. If the beams are equal, they cancel the alternate impulses reaching the detector, and no signal is generated. If the beams are different, the resulting imbalance causes the detector to generate a signal that is amplified and measured. The difference between the reference and sample beams is then determined as a direct function of absorbed light. The advantages of the double-beam design are that any variations in the source are of reduced importance, and smaller dependence is placed upon the stability of the power supply. Conversely, stabilization of the power supply can eliminate the apparent need for the split-beam system. Furthermore, the beam splitter requires additional mirrors or optical accessories that cause some loss of radiant energy.

A single-beam system does not monitor source variations, but offers certain other advantages. It allows use of low-intensity lamps, smaller slit settings, and smaller gain. As a consequence, the single-beam instrument, properly designed, is capable of operating with lower noise and better signal-to-noise ratio, and therefore with better precision and improved sensitivity. Because the simplified optical system conserves radiant energy,

especially in the shorter wavelengths, it facilitates operation in the low-wavelength range. With this advantage, it should be possible to obtain better sensitivity for those elements with a strong resonance line below 350 nm and particularly those below 300 nm. Background correction techniques are also available in single-beam systems.

Double-beam instruments, however, offer the opportunity to perform more sophisticated techniques like background correction, two-channel multielement analysis, use of internal standards, and element rationing. If one of these techniques is necessary, a double-beam instrument must be considered.

3.6.5.4 Readout Devices

Readout devices in even the lower cost AA instruments include digital concentration display. Using high-speed digital electronics, data-handling techniques encompass multiple calibration standards, regression analysis to characterize the calibration curves, mean variance and standard deviation statistical programs for sample calculations, and various forms of printout reports in addition to recorder output. Choice of a readout system is predicated largely upon laboratory needs and availability of budget. In general, any step toward automation is desirable, but the degree of automation should be compatible with the laboratory program.

3.6.5.5 Miscellaneous Accessories

A number of instruments contain a mode selector, making an instrument usable for either absorption or emission. The conversion to emission may be a desirable feature because certain elements are more amenable to analysis by this method. Some models offer an option of atomic fluorescence and can also be used as a UV/visible spectrometer.

Automatic sample changers are offered for almost all instruments on the market, and as has been previously stated, any automation feature is desirable. However, unless a laboratory program performs a large number of repetitious measurements daily, an automatic sample changer is not required. As a practical measure, other commonly used sample-changing devices, although not expressly designed for AA use, can be interfaced with most AA instruments.

3.7 Organic Carbon Analyzers

A number of instruments designed to measure total organic carbon (TOC) in waters and wastes have appeared on the market in the past several years. The first of these units involved pyrolysis followed by IR measurement of the carbon dioxide formed. Sample injection of 20 to 200 μl in a carrier gas of air or oxygen was performed with a syringe. Combustion at 800°C to 900°C followed by IR analysis was performed automatically with final output on an analog recorder. Systems using these principles are still produced and represent a large part of the TOC market.

Other techniques of TOC analysis that modify every phase of the original TOC instruments have been introduced. Sample presentation in small metallic boats and purging of CO_2 from solution are two new techniques. Wet chemical oxidation, either external to the instrument or within the instrument, using various oxidants including ultraviolet irradiation is now in wide use. Measurement of the CO_2 by reduction to methane (CH_4) and quantitation with a flame ionization detector are also available. Various methods of data handling are now used,

ranging from recorder output to direct readings and printouts of concentration. Techniques are also available for measuring materials like soil and sludges, and also the volatile component of the TOC. Sensitivity on some systems has been extended down to the microgram per liter level. The major problems associated with TOC measurements are interference from forms of inorganic carbon and the difficulty of obtaining a representative sample in the presence of particulate matter. Each system has its own procedure for sample pretreatment or for accounting for these problems. When choosing a TOC instrument, consideration should be given to the types of samples to be analyzed, the expected concentration range, and the forms of carbon to be measured.

3.8 Gas Chromatographs

Because GC's are available from a large number of manufacturers, selection of a particular manufacturer may be based on convenience. No single multipurpose GC instrument permits analysis of a wide range of compounds. In this case, a GC/MS could be considered (11). If, however, relatively few types of environmentally significant compounds are being surveyed, an inexpensive system equipped with a glass-lined injection port, electrolytic conductivity detector, and analog recorder is a good choice. A review of the organic methods (12) to be used will give the analyst all the necessary information on the specific instrument, apparatus, and materials necessary for each type or class of compounds. A discussion of various quality control considerations in GC analysis is given in chapter 8 of this manual.

Data handling requirements vary widely, and the need to automate GC data collection is determined by the extent of the sample load. In a routine monitoring laboratory, GC systems incorporating their own microprocessers and report generating capabilities would be useful in solving this problem. Because such systems greatly increase the cost, the overall economy of this choice must be considered.

3.9 References

1. "Single Arm Balances Testing," Part 41 of 1976 Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1976).
2. Sorenson, S. P. L., Biochem. Z., *21*, 201 (1909).
3. "pH of Water and Wastewater," from Part 31 of 1976 Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1976).
4. Catalog of NBS Standard Reference Materials, NBS Special Publication 260, National Bureau of Standards (1975-76).
5. Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, U.S. EPA, Office of Research and Development, EMSL, Cincinnati (1978).
6. Rechnitz, G. A., "Ion-Selective Electrodes," Chem. Eng. News (June 12, 1967), p. 146.
7. Riseman, Jean M., "Measurement of Inorganic Water Pollutants by Specific Ion Electrode," American Laboratory (July 1969), p. 32.
8. Koryta, Jiri, "Theory and Application of Ion-Selective Electrodes," Anal. Chim. Acta, *61*, 329-411 (1972).
9. Covington, A. L., "Ion-Selective Electrodes," CRC Critical Review in Anal. Chem. (Jan. 1974), pp. 355-406.
10. Black, A. P., and Hannah, S. A., "Measurement of Low Turbidities," J. Am. Water Works Assoc., *57*, 901 (1965).
11. EPA GC/MS Procedural Manual, Budde, W. L., and Eichelberger, J. W., Editors, 1st Edition, Vol. 1, U.S. EPA, Office of Research and Development, EMSL, Cincinnati (in press).

12. Methods for Organic Analysis of Water and Wastes, U.S. EPA, EMSL, Environmental Research Center, Cincinnati (in preparation).

Chapter 4

GLASSWARE

4.1 General

The measurement of trace constituents in water demands methods capable of maximum sensitivity. This is especially true for metals and trace organics such as pesticides, as well as for the determination of ammonia and phosphorus. In addition to sensitive methods, however, there are other areas that require special consideration. One such area is that of the cleanliness of laboratory glassware. Obviously, the very sensitive analytical systems are more sensitive to errors resulting from the improper use or choice of apparatus, as well as to contamination effects due to an improper method of cleaning the apparatus. The purpose of this chapter is to discuss the kinds of glassware available, the use of volumetric ware, and various cleaning requirements.

4.2 Types of Glassware

Laboratory vessels serve three functions: storage of reagents, measurement of solution volumes, and confinement of reactions. For special purposes, vessels made from materials such as porcelain, nickel, iron, aluminum, platinum, stainless steel, and plastic may be employed to advantage. Glass, however, is the most widely used material of construction. There are many grades and types of glassware from which to choose, ranging from student grade to others possessing specific properties such as super strength, low boron content, and resistance to thermal shock or alkali. Soft glass containers are not recommended for general use, especially for storage of reagents because of the possibility of dissolving of the glass (or of some of the constituents of the glass). The mainstay of the modern analytical laboratory is a highly resistant borosilicate glass, such as that manufactured by Corning Glass Works under the name "Pyrex" or by Kimble Glass Co. as "Kimax." This glassware is satisfactory for all analyses included in reference 1.

Depending on the particular manufacturer, various trade names are used for specific brands possessing special properties such as resistance to heat, shock, and alkalies. Examples of some of these special brands follow:

a. Kimax- or Pyrex-brand glass is a relatively inert all-purpose borosilicate glass.

b. Vycor-brand glass is a silica glass (96 percent) made to withstand continuous temperatures up to 900°C and can be down-shocked in ice water without breakage.

c. Corning-brand glass is claimed to be 50 times more resistant to alkalies than conventional ware and practically boron-free (maximum 0.2 percent).

d. Ray-Sorb- or Low-Actinic-brand glass is used when the reagents or materials are light sensitive.

e. Corex-brand labware is harder than conventional borosilicates and therefore better able to resist clouding and scratching.

The use of plastic vessels, containers, and other apparatus made of Teflon, polyethylene, polystyrene, and polypropylene has increased markedly over recent years. Some of these

materials, such as Teflon, are quite expensive; however, Teflon stopcock plugs have practically replaced glass plugs in burets, separatory funnels, etc., because lubrication to avoid sticking or "freezing" is not required. Polypropylene, a methylpentene polymer, is available as laboratory bottles, graduates, beakers, and even volumetric flasks. It is crystal clear, shatterproof, autoclavable, and chemically resistant.

The following are some points to consider in choosing glassware or plasticware:

a. The special types of glass listed above, other than Pyrex or Kimax, generally are not required to perform the analyses given in "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes" (1).

b. Unless instructed otherwise, borosilicate or polyethylene bottles may be used for the storage of reagents and standard solutions.

c. Dilute metal solutions are prone to plate out on container walls over long periods of storage. Thus, dilute metal standard solutions must be prepared fresh at the time of analysis.

d. For some operations, disposable glassware is entirely satisfactory. One example is the use of disposable test tubes as sample containers for use with the Technicon automatic sampler.

e. Plastic bottles of polyethylene and Teflon have been found satisfactory for the shipment of water samples. Strong mineral acids (such as sulfuric acid) and organic solvents will readily attack polyethylene and are to be avoided.

f. Borosilicate glassware is not completely inert, particularly to alkalies; therefore, standard solutions of silica, boron, and the alkali metals are usually stored in polyethylene bottles.

For additional information the reader is referred to the catalogs of the various glass and plastic manufacturers. These catalogs contain a wealth of information such as specific properties, uses, and sizes.

4.3 Volumetric Analyses

By common usage, accurately calibrated glassware for precise measurements of volume has become known as volumetric glassware. This group includes volumetric flasks, volumetric pipets, and accurately calibrated burets. Less accurate types of glassware including graduated cylinders and serological and measuring pipets also have specific uses in the analytical laboratory when exact volumes are unnecessary.

The precision of volumetric work depends in part upon the accuracy with which volumes of solutions can be measured. There are certain sources of error that must be carefully considered. The volumetric apparatus must be read correctly; that is, the bottom of the meniscus should be tangent to the calibration mark. There are other sources of error, however, such as changes in temperature, which result in changes in the actual capacity of glass apparatus and in the volume of the solutions. The capacity of an ordinary glass flask of 1000-ml volume increases 0.025 ml/deg with rise in temperature, but if the flask is made of borosilicate glass, the increase is much less. One thousand milliliters of water or of most 0.1*N* solutions increases in volume by approximately 0.20 ml/deg increase at room

temperature. Thus solutions must be measured at the temperature at which the apparatus was calibrated. This temperature (usually 20°C) will be indicated on all volumetric ware. There may also be errors of calibration of the apparatus; that is, the volume marked on the apparatus may not be the true volume. Such errors can be eliminated only by recalibrating the apparatus or by replacing it.

Volumetric apparatus is calibrated to contain or to deliver a definite volume of liquid. This will be indicated on the apparatus with the letters "TC" (to contain) or "TD" (to deliver). Volumetric flasks are calibrated to contain a given volume and are available in various shapes and sizes.

Volumetric pipets are calibrated to deliver a fixed volume. The usual capacities are 1 through 100 ml although micropipets are also available. Micropipets are most useful in furnace work and are available in sizes ranging from 1 to 100 μl.

In emptying volumetric pipets, they should be held in a vertical position and the outflow should be unrestricted. The tip of the pipet is kept in contact with the wall of the receiving vessel for a second or two after the free flow has stopped. *The liquid remaining in the tip is not removed*; this is most important.

Measuring and serological pipets should also be held in a vertical position for dispensing liquids; however, the tip of the pipet is only touched to the wet surface of the receiving vessel after the outflow has ceased. For those pipets where the small amount of liquid remaining in the tip is to be blown out and added, indication is made by a frosted band near the top.

Burets are used to deliver definite volumes. The more common types are usually of 25- or 50-ml capacity, graduated to tenths of a milliliter, and are provided with stopcocks. For precise analytical methods in microchemistry, microburets are also used. Microburets generally are of 5- or 10-ml capacity, graduated in divisions of hundredths of a milliliter. Automatic burets with reservoirs are also available ranging in capacity from 10 to 100 ml. Reservoir capacity ranges from 100 to 4,000 ml.

General rules in regard to the manipulation of a buret are as follows: Do not attempt to dry a buret that has been cleaned for use, but rinse it two or three times with a small volume of the solution with which it is to be filled. Do not allow alkaline solutions to stand in a buret because the glass will be attacked, and the stopcock, unless made of Teflon, will tend to freeze. A 50-ml buret should not be emptied faster than 0.7 ml/s, otherwise too much liquid will adhere to the walls and as the solution drains down, the meniscus will gradually rise, giving a high false reading. It should be emphasized that improper use or reading of burets can result in serious calculation errors.

In the case of all apparatus for delivering liquids, the glass must be absolutely clean so that the film of liquid never breaks at any point. Careful attention must be paid to this fact or the required amount of solution will not be delivered. The various cleaning agents and their use are described later.

4.4 Federal Specifications for Volumetric Glassware

Reference 2 contains a description of Federal specifications for volumetric glassware. The National Bureau of Standards no longer accepts stock quantities of volumetric apparatus

from manufacturers or dealers for certification and return for future sale to consumers. This certification service is still available, but apparatus will be tested only when submitted by the ultimate user, and then only after an agreement has been reached with the Bureau concerning the work to be done.

Consequently, the various glass manufacturers have discontinued the listing of NBS-certified ware. In its place catalog listings of volumetric glass apparatus that meet the Federal specifications are designated as class A and all such glassware is permanently marked with a large "A." These NBS specifications are listed in table 4-1. The glassware in question includes the usual burets, volumetric flasks, and volumetric pipets.

In addition to the "A" marking found on calibrated glassware and the temperature at which the calibration was made, other markings also appear. These include the type of glass, such

Table 4-1
TOLERANCES FOR VOLUMETRIC GLASSWARE[1]

Type of Glassware	Capacity[2] (ml)	Limit of Error (ml)
Graduated flask	25	0.03
	50	0.05
	100	0.08
	200	0.10
	250	0.11
	300	0.12
	500	0.15
	1,000	0.30
	2,000	0.50
Transfer pipet	2	0.006
	5	0.01
	10	0.02
	25	0.025
	30	0.03
	50	0.05
	100	0.08
	200	0.10
Buret[3]	5	0.01
	10	0.02
	30	0.03
	50	0.05
	100	0.10

[1] Abridged from reference 3.
[2] Less than and including.
[3] Limits of error are of total or partial capacity. Customary practice is to test the capacity at five intervals.

as Pyrex, Corex, or Kimax; the stock number of the particular item; and the capacity of the vessel. If the vessel contains a ground-glass connection, this will also be included along with the TD or TC symbol. An example of the markings usually found on volumetric ware is shown in figure 4-1. Class A glassware need not be recalibrated before use. However, if it should become necessary to calibrate a particular piece of glassware, directions may be found in texts (4) on quantitative analysis.

4.5 Cleaning of Glass and Porcelain

The method of cleaning should be adapted to both the substances that are to be removed, and the determination to be performed. Water-soluble substances are simply washed out with hot or cold water, and the vessel is finally rinsed with successive small amounts of distilled water. Other substances more difficult to remove may require the use of a detergent, organic solvent, dichromate cleaning solution, nitric acid, or aqua regia (25 percent by volume concentrated HNO_3 in concentrated HCl). In all cases it is good practice to rinse a vessel with tap water as soon as possible after use. Material allowed to dry on glassware is much more difficult to remove.

Volumetric glassware, especially burets, may be thoroughly cleaned by a mixture containing the following: 30 g of sodium hydroxide, 4 g of sodium hexametaphosphate (trade name, Calgon), 8 g of trisodium phosphate, and 1 l of water. A gram or two of sodium lauryl sulfate or other surfactant will improve its action in some cases. This solution should be used with a buret brush.

Dichromate cleaning solution (chromic acid) is a powerful cleaning agent; however, because of its destructive nature upon clothing and upon laboratory furniture, extreme care must be taken when using this mixture. If any of the solution is spilled, it must be cleaned up immediately. Chromic acid solution may be prepared in the laboratory by adding 1 l of concentrated sulfuric acid slowly, with stirring, to a 35-ml saturated sodium dichromate solution. This mixture must be allowed to stand for approximately 15 min in the vessel that is being cleaned and may then be returned to a storage bottle. Following the chromic acid wash, the vessels are rinsed thoroughly with tap water, then with small successive portions of distilled water. The analyst should be cautioned that when chromium is included in the

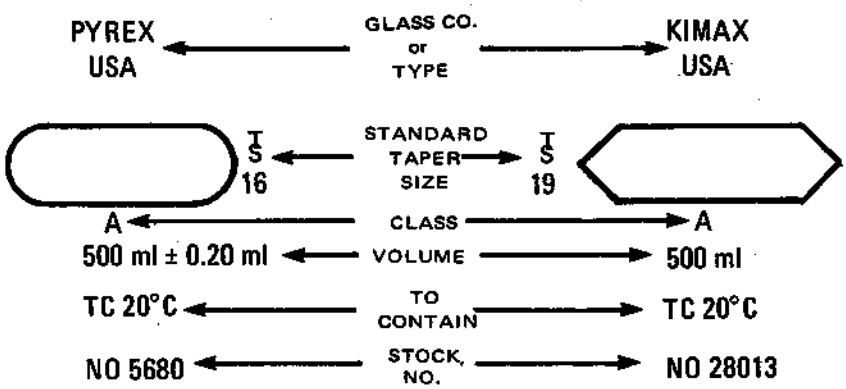


Figure 4-1. Example of markings on glassware.

scheme of analysis, it is imperative that the last traces of dichromate be removed from the apparatus. To this end, a substitute for dichromate cleaning solution, called Nochromix,* is available and may be used to advantage. Fuming nitric acid is another powerful cleaning agent, but is disagreeable to handle. As with dichromate, when the acid becomes dilute, the cleaning mixture is no longer effective. A mixture of concentrated sulfuric and fuming nitric acids is even more efficient but is also hazardous to use. A persistent greasy layer or spot may be removed by acetone or by allowing a warm solution of sodium hydroxide, about 1 g per 50 ml of water, to stand in the vessel for 10 to 15 min; after rinsing with water, dilute hydrochloric acid, and water again, the vessel is usually clean. Alcoholic potassium hydroxide is also effective in removing grease. To dry glass apparatus, rinse with acetone and blow or draw air through it.

4.6 Special Cleaning Requirements

Absorption cells, used in spectrophotometers, should be kept scrupulously clean, free of scratches, fingerprints, smudges, and evaporated film residues. The cells may be cleaned with detergent solutions for removal of organic residues, but should not be soaked for prolonged periods in caustic solutions because of the possibility of etching. Organic solvents may be used to rinse cells in which organic materials have been used. Nitric acid rinses are permissible, but dichromate solutions are not recommended because of the adsorptive properties of dichromate on glass. Rinsing and drying of cells with alcohol or acetone before storage is a preferred practice. Matched cells should be checked to see that they are equivalent by placing portions of the same solution in both cells and taking several readings of the transmittance (T, percent) or optical density (OD) values.

For certain determinations, especially trace metals, the glassware should also be rinsed with a 1:1 nitric acid-water mixture. This operation is followed by thoroughly rinsing with tap water and successive portions of distilled water. This may require as many as 12 to 15 rinses, especially if chromium is being determined. The nitric acid rinse is also especially important if lead is being determined.

Glassware to be used for phosphate determinations should not be washed with detergents containing phosphates. This glassware must be thoroughly rinsed with tap water and distilled water. For ammonia and Kjeldahl nitrogen, the glassware must be rinsed with ammonia-free water. (See ch. 2.)

Glassware to be used in the determination of trace organic constituents in water, such as chlorinated pesticides, should be as free as possible of organic contaminants. A chromic acid wash of at least 15 min is necessary to destroy these organic residues. Rinse thoroughly with tap water and, finally, with distilled water. Glassware may be dried for immediate use by rinsing with redistilled acetone. Otherwise glassware may be oven dried or drip dried. Glassware should be stored immediately after drying to prevent any accumulation of dust and stored inverted or with mouth of glassware covered with foil.

Bottles to be used for the collection of samples for organic analyses should be rinsed successively with chromic acid cleaning solution, tap water, distilled water, and, finally, several times with a redistilled solvent such as acetone, hexane, petroleum ether, or chloroform. Caps are washed with detergent, rinsed with tap water, distilled water, and

*Available from Godax Laboratories, 6 Varick Street, New York, N.Y. 10013.

solvent. Liners are treated in the same way as the bottles and are stored in a sealed container.

4.7 Disposable Glassware

When the risk of washing a pipet for reuse becomes too great, as in the case of use with toxic materials, or when the cost of washing glassware becomes prohibitive, disposable vessels may be the answer, provided they meet the necessary specification. Various types are available including bacteriological, serological, and microdilution pipets. Disposable glassware generally is made of soft glass although plastic vessels and pipets are also available.

4.8 Specialized Glassware

The use of vessels and glassware fitted with standard-taper, ground-glass, and ball-and-socket joints has increased because of certain advantages such as less leakage and fewer freezeups. Standard-taper, interchangeable ground joints save time and trouble in assembling apparatus. They are precision-ground with tested abrasives to insure an accurate fit and freedom from leakage. Ball and socket joints increase flexibility of operation and eliminate the need for exact alinements of apparatus. Symbols and their meaning as applied to standard joints, stoppers, and stopcocks are shown below.

4.8.1 Standard Taper (⧖)

The symbol ⧖ is used to designate interchangeable joints, stoppers, and stopcocks that comply with the requirements of reference 5. All mating parts are finished to a 1:10 taper.

The size of a particular piece appears after the appropriate symbol. Primarily because of greater variety of apparatus equipped with ⧖ fittings, a number of different types of identifications are used:

a. For joints—a two-part number as ⧖ 24/40, with 24 being the approximate diameter in millimeters at the large end of the taper and 40 the axial length of taper, also in millimeters

b. For stopcocks—a single number, as ⧖ 2, with 2 mm being the approximate diameter of the hole or holes through the plug

c. For bottles—a single number, as ⧖ 19, with 19 mm being the appropriate diameter at top of neck. However, there are differences in dimensions between the bottle and flask stoppers

d. For flasks and similar containers—a single number, as ⧖ 19, with 19 mm being the appropriate diameter of the opening at top of neck

4.8.2 Spherical Joints (§)

The designation § is for spherical (semiball) joints complying with reference 5. The complete designation of a spherical joint also consists of a two-part number, as 12/2, with 12 being the approximate diameter of the ball and 2 the bore of the ball and the socket, also in millimeters.

4.8.3 Product Standard (§)

The symbol § is used for stopcocks with Teflon plugs, the mating surfaces being finished to a 1:5 taper. As with ℨ stopcocks, a single number is used. Thus, § 2 means a Teflon stopcock with a hole of approximately 2-mm diameter in the plug.

4.9 Fritted Ware

For certain laboratory operations the use of fritted ware for filtration, gas dispersion, absorption, or extractions may be advantageous.

There are six different porosities of fritted ware available, depending on its intended use. Porosity is controlled in manufacture, and disks are individually tested and graded into these classifications. The extra-coarse and coarse porosities are held toward the maximum pore diameter as listed. The medium, fine, very fine, and ultrafine are held toward the minimum pore diameter as listed in table 4-2.

Pore sizes are determined by the method specified in reference 6.

4.9.1 Recommended Procedures for Maximum Filter Life

a. New Filters. Wash new filters by suction with hot hydrochloric acid, followed by a water rinse.

b. Pressure Limits. The maximum, safe, differential pressure on a disk is 15 lb/in^2.

c. Thermal Shock. Fritted ware has less resistance to thermal shock than nonporous glassware. Hence, excessive, rapid temperature changes and direct exposure to a flame should be avoided. Heating in a furnace to 500°C may be done safely, provided the heating and cooling are gradual. Dry ware may be brought to constant weight by heating at 105°C to 110°C.

Never subject a damp filter of ultrafine porosity to a sudden temperature change. Steam produced in the interior may cause cracking.

Table 4-2
FRITTED-WARE POROSITY

Porosity Grade	Designation	Pore Size (μm)	Principal Uses
Extra Coarse	EC	170-220	Coarse filtration; gas dispersion, washing, and absorption
Coarse	C	40-60	Coarse filtration; gas dispersion, washing, and absorption
Medium	M	10-15	Filtration and extraction
Fine	F	4-5.5	Filtration and extraction
Very Fine	VF	2-2.5	General bacterial filtration
Ultrafine	UF	0.9-1.4	General bacterial filtration

4.9.2 Cleaning of Used Filters

In many cases, precipitates can be removed by rinsing with water, passed through from the underside, with the pressure not exceeding 15 lb/in^2. The suggestions that follow will be helpful in dealing with material that will not be removed by such a reverse water-wash:

Material	*Removal Agent*
Albumen	Hot ammonia or hydrochloric acid
Aluminous and siliceous residues	Hydrofluoric acid (2 percent) followed by concentrated sulfuric acid; rinse immediately with water until no trace of acid can be detected.
Copper or iron oxides	Hot hydrochloric acid plus potassium chlorate
Fatty materials	Carbon tetrachloride
Mercuric sulfide	Hot aqua regia
Organic matter	Hot, concentrated cleaning solution, or hot, concentrated sulfuric acid with a few drops of sodium nitrite
Silver chloride	Ammonium or sodium hyposulfite

4.10 References

1. Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, U.S. EPA, Office of Research and Development, EMSL (1978).
2. Hughes, J. C., Testing of Glass Volumetric Apparatus, NBS Circular 602, National Bureau of Standards (1959).
3. Peffer, E. L., and Mulligan, G. C., Testing of Glass Volumetric Apparatus, NBS Circular 434, National Bureau of Standards (1941).
4. Willard, H. H., and Furman, N. H., Elementary Quantitative Analysis–Theory and Practice, D. Van Nostrand Co., Inc., New York (1947).
5. Interchangeable Ground Glass Joints, Commercial Standard CS-21-30, National Bureau of Standards (Aug. 25, 1930).
6. Maximum Pore Diameter and Permeability of Rigid Porous Filters for Laboratory Use, E-128, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1968).

Chapter 5

REAGENTS, SOLVENTS, AND GASES

5.1 Introduction

The objective of this chapter is to provide general information and suggestions that will serve to keep the analyst conscious of his responsibilities in analytical quality control, as they relate to reagents, solvents, and gases. While the material presented here will assist the analyst in producing high-quality data, it is by no means complete. It is incumbent on the analyst to obtain details of special precautions required to insure proper selection, preparation, and storage of reagents, solvents, and gases from the descriptions of individual methods.

5.2 Reagent Quality

Chemical reagents, solvents, and gases are available in a wide variety of grades of purity, ranging from technical grade to various ultrapure grades. The purity of these materials required in analytical chemistry varies with the type of analysis. The parameter being measured and the sensitivity and specificity of the detection system are important factors in determining the purity of the reagents required. For many analyses, including most inorganic analyses, analytical reagent grade is satisfactory. Other analyses, such as trace organic and radiological, frequently require special ultrapure reagents, solvents, and gases. In methods where the purity of reagents is not specified it is intended that analytical reagent grade be used. Reagents of lesser purity than that specified by the method should not be used. The labels on the container should be checked and the contents examined to verify that the purity of the reagents meets the needs of the particular method involved. The quality of reagents, solvents, and gases required for the various classes of analyses—inorganic, metals, radiological, and organic—are discussed in this section.

Reagents must always be prepared and standardized with the utmost of care and technique against reliable primary standards. They must be restandardized or prepared fresh as often as required by their stability. Stock and working standard solutions must be checked regularly for signs of deterioration; e.g., discoloration, formation of precipitates, and change of concentration. Standard solutions should be properly labeled as to compound, concentration, solvent, date, and preparer.

Primary standards must be obtained from a reliable source, pretreated (e.g., dried, under specified conditions), accurately prepared in calibrated volumetric glassware, and stored in containers that will not alter the reagent. A large number of primary standards are available from the National Bureau of Standards (NBS). A complete listing of available standards is given in reference 1. Primary standards may also be obtained from many chemical supply companies. Suppliers for special quality reagents, solvents, and gases are noted in later discussions of the various classes of analyses. Reagents and solvents of all grades are available from many chemical supply houses.

There is some confusion among chemists as to the definition of the terms "Analytical Reagent Grade," "Reagent Grade," and "ACS Analytical Reagent Grade." A review of the literature and chemical supply catalogs indicates that the three terms are synonymous. Hereafter, in this document, the term "Analytical Reagent Grade" (AR) will be used. It is

intended that AR-grade chemicals and solvents shall conform to the current specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society (2).

References 3 through 5 devote several chapters to problems related to preparation, standardization, and storage of reagents. The information provided therein is particularly appropriate to inorganic determinations. The type of volumetric glassware to be used, the effect of certain reagents on glassware, the effect of temperature on volumetric measurements, purity of reagents, absorption of gases and water vapor from the air, standardization of solutions, instability, and the need for frequent standardization of certain reagents are among the topics discussed. It is recommended that the analyst become thoroughly familiar with these publications.

5.2.1 General Inorganic Analyses

In general, AR-grade reagents and solvents are satisfactory for inorganic analyses. Primary standard reagents must, of course, be used for standardizing all volumetric solutions. Commercially prepared reagents and standard solutions are very convenient and may be used when it is demonstrated that they meet the method requirements. All prepared reagents must be checked for accuracy.

The individual methods specify the reagents that require frequent standardization, or other special treatment, and the analyst must follow through with these essential operations. To avoid waste, the analyst should prepare a limited volume of such reagents, depending on the quantity required over a given period of time. Examples and brief discussions of the kind of problems that occur are given in section 5.3.

As far as possible, distilled water used for preparation of reagent solutions must be free of measurable amounts of the constituent to be determined. Special requirements for distilled water are given in chapter 3 of this manual and in individual method descriptions.

Compressed gases, such as oxygen and nitrogen, used for total organic carbon determination may be of commercial grade.

5.2.2 Metals Analyses

All standards used for atomic absorption and emission spectroscopy should be of spectroquality. It is recommended that other reagents and solvents also be of spectroquality, although AR grade is sometimes satisfactory. Standards may be prepared by the analyst in the laboratory, or spectrographically standardized materials may be purchased commercially. Standards required for determination of metals in water are not generally available from the National Bureau of Standards.

Analytical-reagent-grade nitric and hydrochloric acids must be specially prepared by distillation in borosilicate glass and diluted with deionized distilled water. All other reagents and standards are also prepared in deionized water.

In general, fuel and oxidant gases used for atomic absorption can be of commercial grade. Air supplied by an ordinary laboratory compressor is quite satisfactory, if adequate pressure is maintained and necessary precautions are taken to filter oil, water, and possible trace metals from the line. For certain determinations such as aluminum, AR-grade nitrous oxide is required.

5.2.3 Radiological Analyses

The great sensitivity of radioactive counting instruments requires that scintillation-grade reagents and solvents, or equivalent, be used for all radioactivity determinations. Some of the reagents, for example, strontium carbonate and yttrium oxide carriers used for the determination of strontium-90 and yttrium-90, must be stable, that is, free of radioactivity. Barium sulfate, used for coprecipitation of radium, must be free from all traces of radium. These reagents and solvents are commercially available from chemical supply houses.

Calibrated standard sources of specific radioactive materials with known count and date of counting are available from various suppliers. No single company supplies all standards.

Gases used for radioactive counting must be of high purity and extra dry. Gases such as helium and air are aged for about 30 days to allow radioactive background to decay. All gases are checked for background before use. Some cylinders contain inherent radioactivity that is imparted to the gas. When this background is above normal, the gas should not be used for radioactivity determinations.

5.2.4 Organic Chemical Analyses

The minimum purity of reagents that can be used for organic analyses is AR grade. Reference-grade standards should be used whenever available. Special note should be taken of the assay of standard materials. Owing to the great sensitivity (nanogram and subnanogram quantities) of gas chromatography (GC), which is often used to quantitate organic results, much greater purity is frequently required (6). The specificity of some GC detectors requires that reagents and solvents be free of certain classes of compounds. For example, analyses by electron capture require that reagents and solvents be free of electronegative materials that would interfere with the determination of specific compounds in the sample. Similarly, use of the flame photometric detector requires that reagents and solvents be free from sulfur and phosphorus interference. Pesticide-quality solvents, available from several sources, are required when doing low-level work. AR-grade solvents are permissible when analyzing industrial waste samples.

However, the contents of each container must be checked to assure its suitability for the analyses. Similarly, all analytical reagents and other chemicals must also be checked routinely.

The quality of gases required for GC determinations varies somewhat with the type of detector. In general, the compressed gases are a prepurified dry grade. Grade A helium from the U.S. Bureau of Mines has always been satisfactory. The Dohrmann nitrogen detection system requires the use of ultrapure hydrogen for satisfactory results. Argon-methane used for electron-capture work should be oxygen free and should have an oxygen trap in the supply line. The use of molecular-sieve, carrier-gas filters and drying tubes is required on combustion gases and is recommended for use on all other gases. It is recommended that the analyst familiarize himself with an article by Burke (7) on practical aspects of GC.

All reagents, solvents, and adsorbents used for thin-layer chromatography must be checked to be certain that there are no impurities present that will react with the chromogenic reagent or otherwise interfere with subsequent qualitative or quantitative determinations. Glass-backed layers prepared in the laboratory or precoated layers supplied by a manufacturer may be used; however, precoated layers are more difficult to scrape. It is

recommended, therefore, that layers prepared in the laboratory be used when zones are to be scraped to recover isolated compounds. Plastic-backed layers are generally unsatisfactory for this type of analysis.

Adsorbents most commonly used for column chromatographic cleanup of sample extracts are Florisil,* silica gel, and alumina. These must be preactivated according to the method specifications and checked for interfering constituents.

5.3 Elimination of Determinate Errors

To produce high-quality analytical data, determinate errors must be eliminated or at least minimized. For purposes of this discussion, we assume that a competent analyst and reliable equipment in optimum operating condition are available. Thus, determinate errors that might result from an inexperienced or careless analyst and poor equipment are eliminated. The remaining sources of error are the reagents, solvents, and gases that are used throughout the analyses. The quality of these materials, even though they are AR grade or better, may vary from one source to another, from one lot to another, and even within the same lot. Therefore, the analyst must predetermine that all of these materials are free of interfering substances under the conditions of the analyses. To do this he must have a regular check program. Materials that do not meet requirements are replaced or purified so that they can be used.

5.3.1 Reagent Blank

The first step the analyst must take is to determine the background or blank of each of the reagents and solvents used in a given method of analysis. The conditions for determining the blank must be identical to those used throughout the analysis, including the detection system. If the reagents and solvents contain substances that interfere with a particular analysis, they should be treated so that they can be used, or satisfactory reagents and solvents must be found.

5.3.2 Method Blank

After determining the individual reagent or solvent blanks, the analyst must determine the method blank to see if the cumulative blank interferes with the analyses. The method blank is determined by following the procedure step by step, including all of the reagents and solvents, in the quantity required by the method. If the cumulative blank interferes with the determination, steps must be taken to eliminate or reduce the interference to a level that will permit this combination of solvents and reagents to be used. If the blank cannot be eliminated, the magnitude of the interference must be considered when calculating the concentration of specific constituents in the samples being analyzed.

A method blank should be determined whenever an analysis is made. The number of blanks to be run is determined by the method of analysis and the number of samples being analyzed at a given time. In some methods, such as the AutoAnalyzer procedures, the method blank is automatically and continuously compensated for because a continuous flow of the reagents passes through the detector. In other procedures, such as the gas chromatographic determination of pesticides, a method blank is run with each series of samples analyzed. Usually this is one blank for every nine samples.

*Trademark of Floridin Co.

5.3.3 Elimination of Interferences and Other Sources of Error

Procedures for eliminating or at least minimizing impurities that produce specific interferences or high general background vary with the reagent and method involved. These procedures may include the following: recrystallization, precipitation, distillation, washing with an appropriate solvent, or a combination of these. Examples of procedures used for various types of analyses are given below. For complete information, the analyst should consult the individual methods.

5.3.3.1 General Inorganic Analyses

Analytical-reagent-grade chemicals and solvents usually present no interference problems in inorganic analyses. However, some reagents do not always meet methods requirements. An example is potassium persulfate used in phosphorus and nitrogen determinations. This reagent is frequently contaminated with ammonia. Therefore, it is routinely purified by passing air through a heated water solution of the reagent. The purified potassium persulfate is recovered by recrystallization.

A problem more commonly encountered in inorganic analyses is the rapid deterioration of the standard reagents and other ingredients. To minimize or eliminate this problem, some reagents, for example, ferrous ammonium sulfate, must be standardized daily. Others, such as sodium thiosulfate used for dissolved oxygen determination, may require a substitute reagent such as phenylarsine oxide. Solid phenol, which readily oxidizes and acquires a reddish color, can be purified by distillation. Starch indicator used for idiometric titrations may be prepared for each use or preserved by refrigeration or by addition of zinc chloride or other suitable compounds.

5.3.3.2 Metals Analyses

In general, spectrograde chemicals, solvents, and gases present no interference problems in atomic absorption or emission spectrographic determinations. However, standards that do not meet the requirements of the method are sometimes obtained. Ordinarily, no effort is made to purify them. They are simply replaced by new reagents of sufficient purity. Some reagents may form precipitates on standing. Such reagents will reduce the accuracy of quantitative analyses and should not be used.

5.3.3.3 Radiological Analyses

In general, reagents that do not meet the purity requirements for radiological determinations are replaced with reagents that are satisfactory. However, in some instances (for example, barium sulfate used for coprecipitation of radium) it may be necessary to perform repeated recrystallization to remove all forms of radium, and reduce the background count to a usable level. In some instances, solvents that do not meet requirements may be distilled to produce adequate purity. In some cases, gases having background counts may be usable after aging as described earlier. If not, they should be replaced with gases that are satisfactory.

5.3.3.4 Organic Analyses

Many AR-grade chemicals and solvents, and at times pesticide-quality solvents, do not meet the specifications required for the determination of specific organic compounds. Impurities

that are considered trace, or insignificant, for many analytical uses are often present in greater quantities than the organic constituents being measured. Coupled with the several-hundred-fold concentration of the sample extract that is usually required, such impurities can cause very significant interferences in trace organic analyses. Reagents and solvents found to be unsatisfactory, under the conditions of the analyses, must be replaced or cleaned up so that they are usable. Some useful cleanup procedures are—

a. Washing the inorganic reagents with each solvent that the reagent contacts during the analysis

b. Washing the adsorbents, such as silica gel G and Florisil, with the solvents that are used for a specified column or thin-layer chromatographic procedure, or reactivating the Florisil by firing to 630°C

c. Preextracting distilled water with solvents used for the particular analysis involved

d. Preextracting aqueous reagent solutions with the solvents involved

e. Redistilling solvents in all-glass systems using an efficient fractionating column

f. Recrystallizing reagents and dyes used in colorimetric or thin-layer determinations

If the reagents and solvents thus produced are not of sufficient purity, they should be replaced.

Dirty gases (quality less than specified) are particularly troublesome in gas chromatographic analyses. They may reduce the sensitivity of the detector, and produce a high or noisy baseline. If this occurs, the cylinder should be replaced immediately. Similarly, if cylinders of compressed gases are completely emptied in use, the end volumes of the gas may produce a similar and often more severe effect. Oils and water may get into the system and foul the detector. When this occurs the system must be dismantled and cleaned. Overhaul of the detector may be required. To reduce chances of this, it is recommended that all gas cylinders be replaced when the pressure falls to 100 to 200 psi. Filter driers are of little help in coping with this type of contamination.

5.3.4 Storing and Maintaining Quality of Reagents and Solvents

Having performed the tasks of selecting, preparing, and verifying the suitability of reagents, solvents, and gases, the analyst must properly store them to prevent contamination and deterioration prior to their use. Borosilicate glass bottles with ground-glass stoppers are recommended for most standard solutions and solvents. Plastic containers such as polyethylene are recommended for alkaline solutions. Plastic containers must not be used for reagents or solvents intended for organic analyses. However, plastic containers may be used for reagents not involved with organic analyses if they maintain a constant volume, and if it is demonstrated that they do not produce interferences and do not absorb constituents of interest. It is important that all containers be properly cleaned and stored prior to use. (Refer to ch. 4 for details.)

Standard reagents and solvents must always be stored according to the manufacturer's directions. Reagents or solvents that are sensitive to the light should be stored in dark bottles and in a cool, dark place. It is particularly important to store materials used for

radiological determinations in dark bottles, because photoluminescence will produce high background if light-sensitive detectors are used for counting. Some reagents require refrigeration.

Adsorbents for thin-layer and column chromatography are stored in the containers that they are supplied in, or according to the requirements of individual methods. When new stock solutions are necessary, dilutions of the old and new standard should be compared to determine their accuracy.

The analyst should pay particular attention to the stability of the standard reagents. Standards should not be kept longer than recommended by the manufacturer or in the method. Some standards are susceptible to changes in normality because of absorption of gases or water vapor from the air. Provisions for minimizing this effect are given in reference 4.

The concentration of the standards will change as a result of evaporation of solvent. This is especially true of standards prepared in volatile organic solvents. Therefore, the reagent bottles should be kept stoppered, except when actually in use. The chemical composition of certain standards may change on standing. Certain pesticides, for instance, will degrade if prepared in acetone that contains small quantities of water. Thus, it is essential that working standards be frequently checked to determine changes in concentration or composition. Stock solutions should be checked before preparing new working standards from them.

5.4 References

1. Catalog of Standard Reference Materials, NBS Special Publication 260, National Bureau of Standards (June 1975).
2. "Reagent Chemicals," American Chemical Society Specifications, 5th Edition, American Chemical Society, Washington, D.C. (1974).
3. Manual on Industrial Water and Industrial Waste Water, 2nd Edition, ASTM Special Publication 148-H, American Society for Testing and Materials (1965), p. 869.
4. "Standard Methods for Preparation, Standardization, and Storage of Standard Solutions for Chemical Analysis," from Part 31 of 1976 Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1977).
5. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 13th Edition, American Public Health Association, New York (1971).
6. Methods for Organic Pesticides in Water and Wastewater, U.S. EPA, Environmental Research Center, Cincinnati (1971).
7. Burke, J., "Gas Chromatography for Pesticide Residue Analysis; Some Practical Aspects," J. Assoc. Off. Anal. Chem., *48*, 1037 (1965).

Chapter 6

QUALITY CONTROL FOR ANALYTICAL PERFORMANCE

6.1 Introduction

Previous chapters discussed basic elements of quality control (QC) pertaining to laboratory services, instrumentation, glassware, reagents, solvents, and gases; the reader should refer to the appropriate sections to determine necessary specifications and requirements for QC. Assuming that these basic variables are under QC, that approved methods are being used, and that the complete system is initially under QC, valid precision and accuracy data must initially be developed for each method and analyst. Then, to insure that valid data continue to be produced, systematic daily checks must show that the test results remain reproducible, and that the methodology is actually measuring the quantity in each sample. In addition, QC must begin with sample collection and must not end until the resulting data have been reported. QC of analytical performance within the laboratory is thus but one vital link in the dissemination of valid data to the public. Understanding and conscientious use of QC among all field sampling personnel, analytical personnel, and management personnel is imperative. Technical approaches are discussed in the following sections.

6.2 The Industrial Approach to QC

In the 1920's, Dr. Walter A. Shewhart of Bell Telephone Laboratories, Inc. developed the theory of control charts as a basic method for evaluating the quality of products from manufacturing processes. His book (1) on statistical QC grew out of this original work. Later, acceptance of his concepts and related statistical techniques within industry led to refined, quantitative evaluations of product quality in manufacturing. Dr. Shewhart's work on production processes assumed a uniform product manufactured in large numbers and inspected on a continuous basis through the periodic analysis of samples of n production units. The resulting data, $x_1, x_2, \ldots x_n$, were then used to estimate precision, as the standard deviation S or range R, and accuracy, as the arithmetic mean $\bar{X}$. These statistics were calculated as follows:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} X_i\right)^2 / n}{n-1}}$$

$R =$ the largest of the X_i − the smallest of the X_i

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}$$

These statistics were evaluated by plotting them on control charts developed from similar statistics taken while the process was under properly controlled operation. The elements common to such control charts are represented in figure 6-1. They include an expected value (the central line) and an acceptable range of occurrence (the region between upper and lower control limits).

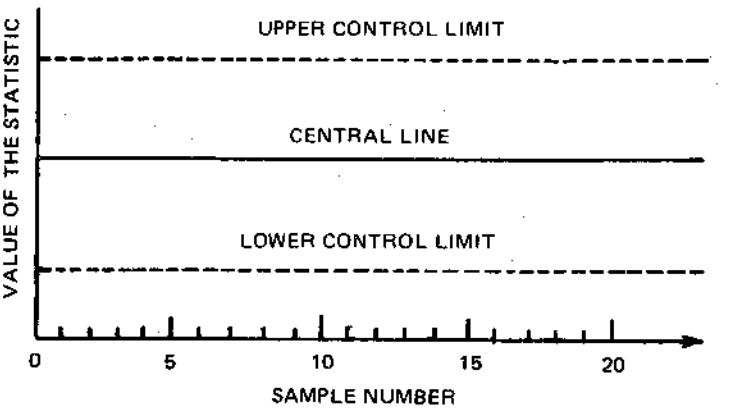


Figure 6-1. Essentials of a control chart.

There are many reference sources available that discuss in great detail the classic Shewhart control charts and related statistics that have since been developed for specific industrial applications (2-4). In addition, many authors have discussed applications of a related type of control chart called a cumulative-summation (cusum) chart (2,4). Rather than evaluating each sample independently, the cusum chart evaluates the cumulative trend of the statistics from a series of samples. Because each successive point is based upon a cumulative data trend, cusum charts are often considered more effective than control charts in recognizing process changes and, therefore, may minimize losses from production of unacceptable units; however, cusum charts require the more difficult calculations, and optimally designed Shewhart techniques have been found to be almost as effective (2,4), so there is no universal agreement on the choice between them.

6.3 Applying Control Charts in Environmental Laboratories

In industrial applications, separate control charts are recommended for each product, each machine, and each operator. Analogous system variables in an environmental laboratory are the parameter, the instrument, and the analyst. However, environmental laboratories routinely have to contend with a variable that has no industrial counterpart—the true concentration level of the investigated parameter, which may vary considerably among samples. Unfortunately, the statistics that work well for industry are sensitive to the variability in true concentration that is common in environmental analysis; e.g., the classic $\overline{X}$ and R statistic values increase substantially as concentration increases. This variability in true concentration means there are no expected values for randomly selected samples, so that the accuracy of testing methodology must be evaluated indirectly through the recovery of standards and spikes. As a result, it has been difficult for environmental laboratories to satisfactorily apply industrial QC techniques.

There are two possible approaches to the solution of the problem of variation in the true concentration level; either use of a statistic that is not sensitive to this variation or application of the industrial techniques within restricted concentration ranges. Obviously, the former should be preferred because it actually solves the problem and does not require the development and maintenance of a series of charts for each parameter.

6.3.1 Quality Control Charts for Accuracy

Two replacements for the Shewhart $\overline{X}$ control chart have been suggested for evaluating the recovery of a series of different standards or spikes. One of these, a cusum chart using the

square of the difference between the observed and true values, is described in an EPA Region VI QC manual (5). The other alternative uses the classic Shewhart technique to evaluate the percent recovery instead of $\bar{X}$. It is recommended that the percent recovery be calculated as

$$P = 100 \frac{\text{observed}}{\text{known}}$$

for standards, or

$$P = 100 \frac{\text{observed} - \text{background}}{\text{spike}}$$

for recovery of spikes into natural water backgrounds. An example of the linear relationship between percent recovery and the known concentration of standards and spikes is demonstrated in the accuracy plots of a recent EPA method study report on analysis of mercury (6). Both approaches are being used on a daily basis by various environmental laboratories.

The data in table 6-1 were used in the EPA Region VI manual (5) to illustrate the development of a cusum chart. The actual data have been reordered here to appear in ascending order of the known values. Note that the mean and the range of the d_i^2 values increase with increasing concentration level, and this violates a basic premise for acceptable control chart statistics. Because the percent recovery data do not show any such trend, it is the recommended control chart statistic for controlling accuracy.

From the data in table 6-1, a Shewhart control chart for percent recovery can be calculated in the following way:

Average percent recovery

$$\bar{P} = \frac{\sum_{i=1}^{23} P_i}{23}$$

$$= \frac{2,310}{23}$$

$$= 100.4$$

The standard deviation for percent recovery

$$S_P = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{23} P_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{23} P_i\right)^2 / 23}{22}}$$

$$= \sqrt{\frac{234{,}074 - (2{,}310)^2/23}{22}}$$

$$= \sqrt{94.0751}$$

$$= 9.70$$

Therefore, the upper control limit becomes the following:

$$UCL = \bar{P} + 3S_P$$

$$= 100.4 + 3(9.70)$$

$$= 129.5$$

Table 6-1
ANALYSIS[1] OF TOTAL PHOSPHATE-PHOSPHORUS STANDARDS, IN mg/l
TOTAL PO_4-P

Point	Known	Obtained	Difference d_i	d_i^2	Percent Recovery P_i	P_i^2
1	0.34	0.33	0.01	0.0001	97	9,409
2	0.34	0.34	0.00	0.0000	100	10,000
3	0.40	0.40	0.00	0.0000	100	10,000
4	0.49	0.49	0.00	0.0000	100	10,000
5	0.49	0.49	0.00	0.0000	100	10,000
6	0.49	0.63	-0.14	0.0196	129	16,641
7	0.50	0.47	0.03	0.0009	94	8,836
8	0.50	0.53	-0.03	0.0009	106	11,236
9	0.50	0.56	-0.06	0.0036	112	12,544
10	0.52	0.59	-0.07	0.0049	113	12,769
11	0.66	0.70	-0.04	0.0016	106	11,236
12	0.66	0.60	0.06	0.0036	91	8,281
13	0.67	0.65	0.02	0.0004	97	9,409
14	0.68	0.65	0.03	0.0009	96	9,216
15	0.83	0.80	0.03	0.0009	96	9,216
16	0.98	0.75	0.23	0.0529	77	5,929
17	1.3	1.2	0.10	0.0100	92	8,464
18	1.3	1.3	0.00	0.0000	100	10,000
19	1.6	1.7	-0.10	0.0100	106	11,236
20	2.3	2.3	0.00	0.0000	100	10,000
21	2.3	2.4	-0.10	0.0100	104	10,816
22	3.3	3.3	0.00	0.0000	100	10,000
23	4.9	4.6	0.30	0.0900	94	8,836
Totals					2,310	234,074

[1] Using a colorimetric method with persulfate digestion.

and the lower control limit becomes

$$LCL = 100.4 - 29.1$$

$$= 71.3$$

The completed control chart is shown in figure 6-2.

Following normal procedures, the control chart must indicate the conditions under which it was developed; i.e., laboratory name, parameter, method of analysis, date of preparation, and any other information unique to the initializing data, such as range of concentration and identification of analyst(s). A control chart is not generally applicable under other conditions.

To verify the control chart, the initializing data should be checked to be sure that none of the values exceeds these new control limits. In addition, if its distribution is proper, about 68 percent of the initializing data should fall within the interval $\bar{P} \pm S_P$. It has been suggested that the control chart is not valid if less than 50 percent of the initializing data falls within this interval.

In applying the control chart, either of the following two conditions would indicate an out-of-control situation:

a. Any point beyond the control limits

b. Seven successive points on the same side of the value $\bar{P}$ of the central line

When an out-of-control situation occurs, analyses must be stopped until the problem has been identified and resolved, after which the frequency should be increased for the next few percent-recovery QC checks. The problem and its solution must be documented, and all analyses since the last in-control point must be repeated or discarded.

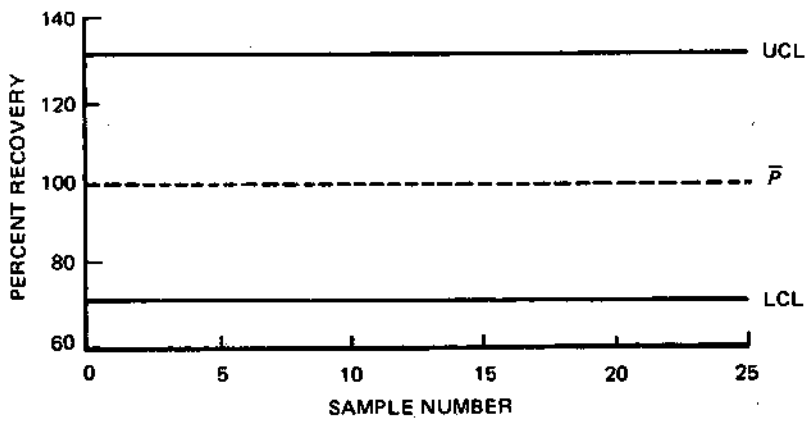


Figure 6-2. Shewhart control chart for percent recovery data.

A final note of caution regarding use of a single percent-recovery P control chart over a broad concentration range is necessary. As noted earlier for the analysis of mercury, a good linear relationship of the form

$$\bar{X} = P \text{ (known concentration)} + K$$

where K is a constant, seems appropriate for many parameters. However, to justify use of a single percent-recovery control chart, K must be small enough relative to the P(known concentration) term that it has little or no practical effect upon the value of $\bar{X}$. This will usually be true for moderate or high concentration levels, but may not be true at very low concentration levels. As a result, for some parameters it may be necessary to develop a separate percent-recovery or Shewhart $\bar{X}$ chart for each standardized low concentration level sample.

6.3.2 Quality Control Charts for Precision

Because the characteristics of the range statistic change as concentration changes, two alternatives to Shewhart's R chart have been used in environmental laboratories to evaluate the precision of routine sample analyses.

One alternative is a cusum chart using the sum of the squared difference between duplicate determinations on randomly selected routine samples (5). Because the range R for duplicate analyses is equal to the difference between them, the cusum statistic equals the sum of squared ranges $\sum R^2$. However, if R changes significantly as concentration level changes, then R^2 is affected even more and, therefore, is *not* as good a criterion for judging whether precision of the system is within acceptable limits.

The other alternative uses a chart similar to the R chart, but the chart statistic is either the percent relative standard deviation ($100S/\bar{X}$), the coefficient of variation (CV or $S/\bar{X}$), or the industrial statistic I. For the duplicate determinations A and B, I equals the absolute value of their difference divided by their sum, or $|A - B|/(A + B)$, and can be shown to be equivalent to the other two statistics:

$$100(\text{CV}) = 100\frac{S}{\bar{X}}$$

$$= 100\frac{R/\sqrt{2}}{(A+B)/2}$$

$$= 100\frac{2}{\sqrt{2}}\frac{R}{A+B}$$

$$= \frac{200}{\sqrt{2}}\frac{|A-B|}{A+B}$$

$$= \frac{200I}{\sqrt{2}}$$

For the sake of computational ease, I seems to be a logical alternative to R.

The next concern is whether I is independent of changes in concentration level. Based upon experience with duplicates on routine samples taken during the last 2 years by EPA Region VII, I appears to decrease substantially as concentration increases. In recognition of this possible dependency, control charts for I should only be developed from and applied to results within a limited concentration range. Note that control charts for R could be applied under similar limitations.

As an illustration of the concentration dependency of these precision statistics, table 6-2 provides estimates of R and I for different concentration ranges of three parameters. These parameters were selected because approximately 100 sets of duplicates were available that were well distributed over a reasonably broad concentration range. The ranges for the sum of duplicates $A + B$ used in table 6-2 were selected because they were convenient and the data tended to be well distributed among them. Data judged to be out of control were discarded before any calculations were made.

Table 6-2 indicates the concentration dependence of both the range R and the industrial statistic I for these three parameters. Because I is not independent of concentration and is

Table 6-2

ESTIMATES OF THE RANGE ($R = |A - B|$) AND THE INDUSTRIAL STATISTIC [$I = |A - B|/(A + B)$] OF THREE DIFFERENT PARAMETERS FOR VARIOUS CONCENTRATION RANGES[1]

Parameter	Range of $A + B$	No. of Sets of Duplicates	[2] $A + B$	[2] R	[2] I
BOD, 5-day (mg/l)	2 to <20	21	11.7	1.04	0.0888
	20 to <50	30	35.2	1.94	0.0552
	50 to <100	27	72.2	3.33	0.0462
	100 to <300	29	204.1	6.52	0.0319
	300 to <600	17	394.4	11.1	0.0282
	600 to <2,000	12	1,041	12.1	0.0116
	2,000 up	3	6,683	177	0.0264
Chromium (µg/l)	10 to <20	32	12.3	0.32	0.0306
	20 to <50	15	33.4	0.57	0.0170
	50 to <100	16	72.4	1.12	0.0155
	100 to <300	15	170.3	3.80	0.0223
	300 to <1,000	8	480.3	5.25	0.0109
	1,000 up	5	6,340	76.0	0.0120
Copper (µg/l)	10 to <30	16	22.2	0.93	0.0617
	30 to <50	23	38.2	1.35	0.0368
	50 to <100	21	70.8	1.14	0.0169
	100 to <200	26	131.9	2.33	0.0177
	200 to <400	10	268.0	2.81	0.0105
	400 up	3	702.0	4.56	0.0065

[1] From EPA Surveillance and Analysis Laboratory, Region VII.
[2] Average values.

Table 6-3

SHEWHART UPPER CONTROL LIMITS (UCL) AND CRITICAL RANGE R_c VALUES FOR THE DIFFERENCES BETWEEN DUPLICATE ANALYSES WITHIN SPECIFIC CONCENTRATION RANGES FOR THREE PARAMETERS[1]

Parameter	Concentration Range[2]	UCL	R_c
BOD, 5-day (mg/l)	1 to <10	3.40	3.5
	10 to <25	6.34	6
	25 to <50	10.9	11
	50 to <150	21.3	21
	150 to <300	36.3	36
	300 to <1,000	39.6	[3]40
	1,000 up	579	[3]579
Chromium (μg/l)	5 to <10	1.05	1
	10 to <25	1.86	2
	25 to <50	3.66	4
	50 to <150	12.4	12
	150 to <500	17.2	[3]17
	500 up	249	[3]249
Copper (μg/l)	5 to <15	3.04	3
	15 to <25	4.41	4
	25 to <50	3.73	5
	50 to <100	7.62	8
	100 to <200	9.19	[3]9
	200 up	14.9	[3]15

[1] From EPA Surveillance and Analysis Laboratory, Region VII.
[2] Equal to half of the range of $A + B$ given in table 6-2.
[3] Based on fewer than 15 sets of duplicate analyses.

more difficult to calculate and develop control charts for, the use of R charts for a series of sequential concentration ranges for each parameter seems practical. However, because the primary concern when using any range chart is whether the upper control limit has been exceeded, an even more practical approach would be to develop a table of these limits for all concentration levels of each parameter. As an example, table 6-3 contains the calculated Shewhart upper control limits for the range R from duplicate analyses within the various concentration levels for the three parameters in table 6-2. These limits were calculated, as usual, from the Shewhart factor D_4 for ranges based upon duplicate analyses and the appropriate average value of the range R given in table 6-2. For example, the UCL for 25 to 50 mg/l of BOD was calculated as follows:

$$\text{UCL} = D_4 R$$

$$= 3.27(3.33)$$

$$= 10.9$$

Table 6-3 also contains a critical range R_c column. Because the data from EPA Region VII were almost always whole units with only a very occasional half unit reported, the R_c value is the UCL value rounded to the nearest whole unit at higher concentration levels and to the nearest half unit for the lowest concentration level. However, there is an exception to this rule among the low-concentration R_c values for copper that demonstrates an advantage beyond the simplicity of using such tables. The UCL value for copper at 25 to 50 μg/l is inconsistent with the UCL values for adjacent concentration levels, and the R_c value has been adjusted to resolve this inconsistency. Without the table, such inconsistencies could very easily go unnoticed.

The examples in table 6-4 illustrate how to use the R_c values in table 6-3. This technique, consisting of the development and use of a table of critical-range R_c values at different concentration levels, is recommended to control precision. Normal control chart procedures should be followed as in section 6.3.1 regarding identification and verification of the table. The table should be updated periodically as additional, or more current, data become available, or whenever the basic analytical system undergoes a major change. If any difference between duplicate analyses exceeds the critical-range value for the appropriate concentration level, then analyses must be stopped until the problem is identified and resolved, and the frequency should be increased for the next few precision checks. After resolution, the problem and its solution must be documented, and all analyses since the last in-control check must be repeated or discarded.

6.4 Recommended Laboratory Quality Assurance Program

A minimum laboratory quality assurance program should include control procedures for each parameter as described in the following sections.

6.4.1 Standard Curves

A new standard curve should be established with each new batch of reagents, using at least seven concentration levels.

6.4.2 Quality Control Checks for Each Analytical Run

With each batch of analyses, the following tests should be run:

a. One blank on water and reagents

Table 6-4
CRITICAL RANGE VALUES FOR VARYING CONCENTRATION LEVELS

Parameter	Duplicates	R	R_c	$R \leqslant R_c$	Condition of System
BOD (mg/l)	20 and 24	4	6	Yes	Normal
Chromium (μg/l)	60 and 75	15	12	No	Out-of-control
Copper (μg/l)	46 and 51	5	[1]5	Yes	Normal

[1]This R_c value is used because (46 + 51)/2 = 48.5, which is between 25 and 50.

b. One midpoint standard

c. One spike to determine recovery

d. One set of duplicate analysis

The results from b through d should be compared with previous in-control data by using the appropriate technique recommended in section 6.3.

6.4.3 Interlaboratory QC

An interlaboratory QC program would require each laboratory to do the following:

a. Analyze reference-type samples to provide independent checks on the analytical system. These may be available from EPA as QC samples, from the National Bureau of Standards as standard reference materials, or from commercial sources. If performance limits are not provided, the results should fall within the routine limits of each laboratory for a standard at a level comparable to the specified true value.

b. Participate in performance evaluation and method studies as available from EPA, from the American Society for Testing and Materials, and from other agencies.

6.5 Outline of a Comprehensive Quality Assurance Program

In the following discussion the symbols used represent the results of analysis according to the scheme:

A_1 = first replicate of sample A

A_2 = second replicate of sample A

B = sample taken simultaneously with sample A

B_{SF} = field spike into sample B

B_{SL} = laboratory spike into sample B

D_F = field spike into distilled water

D_L = laboratory spike into distilled water

T = true value for all spikes

The laboratory spikes B_{SL} and D_L are the only analyses that may not be necessary. All other analyses *must* be done simultaneously.

6.5.1 Steps for the Field Personnel

A comprehensive quality assurance program would include the following steps for each parameter in the monitoring study:

a. Take independent simultaneous samples A and B at the same sampling point. Depending on the parameter, this might involve side-by-side grab samples or composite samplers mounted in parallel.

b. Split sample A into the equal-volume samples A_1 and A_2.

c. Split sample B into equal volumes and add a spike T to one of them; the latter sample becomes sample B_{SF}. As with all spikes, the addition of T should approximately double the anticipated concentration level.

d. Add the same spike T to a distilled water sample furnished by the laboratory and designate this sample as D_F.

These QC samples must be treated in the same way as routine samples; i.e., the volume, type of container, preservation, labeling, and transportation must be the same for all.

6.5.2 Steps for the Laboratory

The laboratory personnel should perform the following steps for quality assurance:

a. Analyze the blank and midpoint standard recommended in section 6.4. If results are unsatisfactory, resolve problems before continuing.

b. Analyze sample D_F. If the percent recovery of T is unsatisfactory (see section 6.3.1), create a similarly spiked, distilled-water sample D_L and analyze to test for a systematic error in the laboratory or fundamental problems with the spike. If the percent recovery of T from D_L is satisfactory, any systematic error occurred before the samples reached the laboratory.

c. Analyze samples B and B_{SF}. If B is below the detection limit, or if B is greater than $10T$ or less than $0.1T$, disregard the remainder of this step and proceed to step d. If the percent recovery of T from B_{SF} is unsatisfactory (see section 6.3.1), spike an aliquot of sample B the same way in the laboratory so that a similar recovery can be anticipated. Analyze this sample B_{SL} to test for immediate sample interferences or a bad background result B. If the percent recovery from B_{SL} is satisfactory, then the interference must require a longer delay before analysis, or other special conditions not present in the laboratory, in order to have a noticeable effect upon recovery of the spike.

d. Analyze A_1 and A_2. If the absolute (unsigned) difference between these results exceeds the critical value (see section 6.3.2), then precision is out of control.

e. Calculate the absolute difference between A_1 and B. If it is unsatisfactory (see section 6.3.2), the field sampling procedure did not provide representative samples.

If initial results at each of the laboratory steps were satisfactory, then the validity of the related data has been indisputably established. If results at any step are unsatisfactory, resolution depends upon the problem identified. Laboratory problems may just require that the analyses be repeated, but field problems will usually require new samples. Figure 6-3 is intended to clarify the interdependence of the preceding laboratory steps b through e.

In figure 6-3 it must be noted that there is no way to identify *additive* sample interferences; i.e., those that have an equal effect upon the background-plus-spike results (B_{SF} or B_{SL}) and the background result B. Recovery of a spike will not show such interferences.

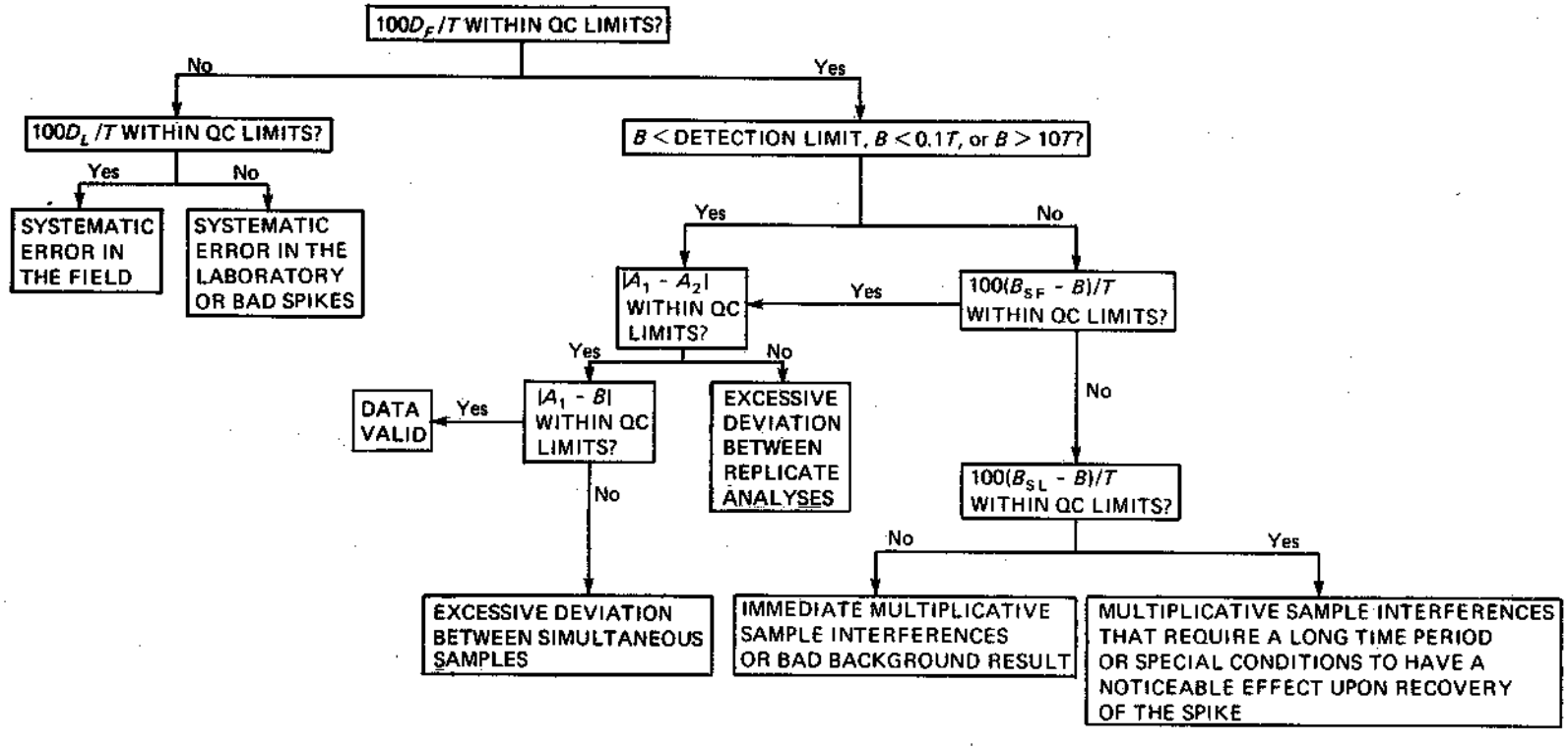


Figure 6-3. Procedure for evaluating QC data from a monitoring study.

Problems causing systematic errors that may occur in the field include the following:

a. Contaminated preservative, distilled water, or containers

b. Contamination by sampling personnel

c. Deterioration through excessive holding time or use of an ineffectual preservation technique

d. Use of a bad field-spiking procedure

6.6 Related Topics

6.6.1 Advanced Laboratory Automation and Its Effect on QC

Advanced laboratory automation systems under development analyze samples automatically and use a control computer to interpret the resulting data and produce an analytical report. The primary benefits of such a system are not only that the data-recording and calculation errors common to manual analyses have been inherently eliminated, but also that extensive QC can be accomplished quite easily and cheaply. The computer can be programed to automatically recognize different kinds of QC samples and to establish or recall appropriate control limits. Thus the QC overhead is reduced considerably and QC procedures previously too costly or complex become practical.

As an example of a QC procedure that is considered impractical for manual use, regression could be used to determine the relationship between concentration change and the accuracy and precision statistics discussed earlier. Using these relationships, very responsive, single accuracy and precision charts could be developed for each parameter. As computer-assisted analysis becomes common, automated laboratories will very likely replace the manual procedures recommended earlier in this chapter with evaluation criteria based upon regressions.

6.6.2 Method Comparability (Equivalency)

Requirements for method comparability are under development for proposed alternatives to the methodology specified in Public Law 92-500, section 304(g). A final version of these requirements should be available from EPA at a later date.

6.7 References

1. Shewhart, W. A., Economic Control of Quality of Manufactured Product, Van Nostrand Reinhold Co., Princeton, N.J. (1931).
2. Duncan, A. J., Quality Control and Industrial Statistics, 3d Edition, Ch. 18, R. D. Irwin, Inc., Homewood, Ill. (1965).
3. Grant, E. L., and Leavenworth, R. S., Statistical Quality Control, 4th Edition, McGraw-Hill Book Co., Inc., New York (1972).
4. Davies, O. L., and Goldsmith, P. L., Statistical Methods in Research and Production, 4th Edition, Hafner Publishing Co., New York (1972).
5. Laboratory Quality Control Manual, 2d Edition, U.S. EPA, Region VI, Surveillance and Analysis Division, Ada, Okla. (1972).

6. Winter, J., Britton, P., Clements, H., and Kroner, R., "Total Mercury in Water," EPA Method Study 8, pp. 35-36, U.S. EPA, Office of Research and Development, EMSL, Cincinnati (Feb. 1977).

Chapter 7

DATA HANDLING AND REPORTING

7.1 Introduction

To obtain meaningful data on water quality, the sample collector must obtain a representative sample and then deliver it unchanged for analysis. The analyst must perform the proper analysis in the prescribed fashion, complete calculations, and convert results to final form for permanent recording of the analytical data in meaningful, exact terms. These results are transferred to a storage facility for future interpretation and use.

The following sections discuss processing of actual values, recording and reporting of data in the proper way, some means of quality control of data, and the storage and retrieval of data.

7.2 The Analytical Value

7.2.1 Significant Figures

The term "significant figure" is used, sometimes rather loosely, to describe a judgment of the reportable digits in a result. When the judgment is not soundly based, meaningful digits are lost or meaningless digits are reported. On the other hand, proper use of significant figures gives an indication of the reliability of the analytical method used.

The following discussion describes the process of retention of significant figures.

A number is an expression of quantity. A figure or digit is any of the characters 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, which, alone or in combination, serve to express a number. A significant figure is a digit that denotes the amount of the quantity in the particular decimal place in which it stands. Reported analytical values should contain only significant figures. A value is made up of significant figures when it contains all digits known to be true and one last digit in doubt. For example, if a value is reported as 18.8 mg/l, the 18 must be firm while the 0.8 is somewhat uncertain, but presumably better than one of the values 0.7 or 0.9 would be.

The number zero may or may not be a significant figure depending on the situation.

Final zeros after a decimal point are always meant to be significant figures. For example, to the nearest milligram, 9.8 g is reported as 9.800 g.

Zeros before a decimal point with nonzero digits preceding them are significant. With no preceding nonzero digit, a zero before the decimal point is not significant.

If there are no nonzero digits preceding a decimal point, the zeros after the decimal point but preceding other nonzero digits are not significant. These zeros only indicate the position of the decimal point.

Final zeros in a whole number may or may not be significant. In a conductivity measurement of 1,000 μmho/cm, there is no implication by convention that the conductivity is 1,000 ± 1 μmho. Rather, the zeros only indicate the magnitude of the number.

A good measure of the significance of one or more zeros interspersed in a number is to determine whether the zeros can be dropped by expressing the number in exponential form. If they can, the zeros may not be significant. For example, no zeros can be dropped when expressing a weight of 100.08 g in exponential form; therefore the zeros are significant. However, a weight of 0.0008 g can be expressed in exponential form as 8×10^{-4} g, so the zeros are not significant. Significant figures reflect the limits in accuracy of the particular method of analysis. It must be decided whether the number of significant digits obtained for resulting values is sufficient for interpretation purposes. If not, there is little that can be done within the limits of the given laboratory operations to improve these values. If more significant figures are needed, a further improvement in method or selection of another method will be required.

Once the number of significant figures obtainable from a type of analysis is established, data resulting from such analyses are reduced according to set rules for rounding off.

7.2.2 Rounding Off Numbers

Rounding off of numbers is a necessary operation in all analytical areas. It is automatically applied by the limits of measurement of every instrument and all glassware. However, when it is applied in chemical calculations incorrectly or prematurely, it can adversely affect the final results. Rounding off should be applied only as described in the following sections.

7.2.2.1 Rounding-Off Rules

If the figure following those to be retained is less than 5, the figure is dropped, and the retained figures are kept unchanged. As an example, 11.443 is rounded off to 11.44.

If the figure following those to be retained is greater than 5, the figure is dropped, and the last retained figure is raised by 1. As an example, 11.446 is rounded off to 11.45.

If the figure following those to be retained is 5, and if there are no figures other than zeros beyond the five, the figure 5 is dropped, and the last-place figure retained is increased by one if it is an odd number or it is kept unchanged if an even number. As an example, 11.435 is rounded off to 11.44, while 11.425 is rounded off to 11.42.

7.2.2.2 Rounding Off Arithmetic Operations

When a series of numbers is added, the sum should be rounded off to the same number of decimal places as the addend with the smallest number of places. However, the operation is completed with all decimal places intact, and rounding off is done afterward. As an example,

$$\begin{array}{r} 11.1 \\ 11.12 \\ +11.13 \\ \hline 33.35 \end{array}$$

The sum must be rounded off to 33.4.

When one number is subtracted from another, rounding off should be completed after the subtraction operation, to avoid possible invalidation of the operation.

When two numbers are to be multiplied, all digits are carried through the operation, then the product is rounded off to the number of significant digits of the multiplier with the fewer significant digits.

When two numbers are to be divided, the division is carried out on the two numbers using all digits. Then the quotient is rounded off to the number of significant digits of the divisor or dividend, whichever has the fewer.

When a number contains n significant digits, its root can be relied on for n digits, but its power can rarely be relied on for n digits.

7.2.2.3 Rounding Off the Results of a Series of Arithmetic Operations

The preceding rules for rounding off are reasonable for most calculations; however, when dealing with two nearly equal numbers, there is a danger of loss of all significance when applied to a series of computations that rely on a relatively small difference in two values. Examples are calculation of variance and standard deviation. The recommended procedure is to carry several extra figures through the calculations and then to round off the final answer to the proper number of significant figures.

7.3 Glossary of Statistical Terms

To clarify the meanings of statistical reports and evaluations of water quality data, the following statistical terms are introduced. They are derived in part from usage (1,2) of the American Society for Quality Control.

Accuracy—The difference between an average value and the true value when the latter is known or assumed.

Arithmetic mean—The arithmetic mean (or average) of a set of n values is the sum of the values divided by n:

$$\overline{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_i}{n}$$

Bias—A systematic error due to the experimental method that causes the measured values to deviate from the true value.

Confidence limit, 95 percent—The limits of the range of analytical values within which a single analysis will be included 95 percent of the time,

$$95 \text{ percent CL} = \overline{X} \pm 1.96S$$

where CL is the confidence level and S is the estimate of the standard deviation.

Constant—A nonvarying qualitative or quantitative characteristic of the population.

Geometric mean—A measure of central tendency for data from a positively skewed distribution (log normal),

$$\bar{X}_g = \sqrt[n]{(X_1)(X_2)\ldots(X_n)}$$

$$\bar{X}_g = \text{antilog}\ \frac{\sum_{i=1}^{n} \log X_i}{n}$$

Interference—A biological or chemical attribute of a test sample that positively or negatively offsets the measured result from the true value. If interference that is not segregated and identified is present, it enlarges or reduces the method bias.

Median—Middle value of all data ranked in ascending order. If there are two middle values, the median is the mean of these values.

n—The number of values X_i reported for a sample.

N—The total number of values X_i of the entire population or universal set of data.

Population—The total set of units, items, or measurements under consideration.

Precision—Relative to the data from a single test procedure, the degree of mutual agreement among individual measurements made under prescribed conditions.

Precision data—Factors that relate to the variations among the test results themselves; i.e., the scatter or dispersion of a series of test results, without assumption of any prior information.

Range—The difference between the highest and lowest values reported for a sample.

Relative deviation (coefficient of variation)—The ratio of the standard deviation S of a set of numbers to their mean $\bar{X}$ expressed as percent. It relates standard deviation (or precision) of a set of data to the size of the numbers:

$$\text{CV} = \text{RD (percent)} = 100\frac{S}{\bar{X}}$$

Relative error—The mean error of a series of measured data values as a percentage of the true value X_t,

$$\text{RE (percent)} = 100\frac{|X - \bar{X}|}{X_t}$$

Sample—Groups of units or portions of material, taken from a larger collection of units or quantity of material, that provide information to be used for judging the quality of the total collection or entire material as a basis for action on them or on their production processes.

Series—A number of test results with common properties that identify them uniquely.

Skewness—A measure of the asymmetry of a frequency distribution,

$$K = \frac{(X_i - \bar{X})^3}{n\sigma^3}$$

This measure is a pure signed number. If the data are perfectly symmetrical, the skewness is zero. If K is negative, the long tail of the distribution is to the left. If K is positive, the long tail extends to the right.

Standard deviation—The square root of the variance of the universe,

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N} X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{N} X_i\right)^2 / N}{N}}$$

Standard deviation estimate—The most widely used measure to describe the dispersion of a set of data. Normally $\bar{X} \pm S$ will include 68 percent, and $\bar{X} \pm 2S$ will include about 95 percent of the data from a study:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} X_i\right)^2 / n}{n - 1}}$$

Standard deviation, single analyst—A measure of dispersion for data from a single analyst that is calculated here using an equation developed by Youden for his nonreplicate study design (3),

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (D_i - \bar{D})^2}{2(n - 1)}}$$

where D = the difference in paired values obtained from a single analyst.

Universe—The total set of items or measurements.

Variable—An experimentally determined estimate denoted X for a particular quality or trait of the population.

7.4 Report Forms

The analytical information reported should include the measured parameters; the details of the analysis such as burette readings, absorbance, wavelength, normalities of reagents, correction factors, blanks; and the reported data values.

To reduce errors in manipulation of numbers a general rule is to reduce handling and transposition of data to an absolute minimum. Ideally, a report form includes preliminary information about the sample and its analysis, and *the same* form is used for the final entering of data into a computer; however, such report forms are not yet common. Rather, a variety of methods is used to record data.

7.4.1 Loose Sheets

Reporting of data onto loose or ring-binder forms is a means of recording data that allows easy addition of new sheets, removal of older data, or collection of specific data segments. However, the easy facility for addition or removal also permits loss or misplacement of sheets, mixups in date sequence, and ultimately questionable status of the data for formal display or presentation as courtroom evidence.

7.4.2 Bound Books

The use of bound books is an improvement in data recording that tends to result in a chronological sequence of data insertion. Modification beyond a simple lined book improves its effectiveness with little additional effort. Numbering of pages encourages use of data in sequence and also aids in referencing data through a table of contents ordered according to time, type of analysis, kind of sample, and identity of analyst.

Validation can be easily accomplished by requiring the analyst to date and sign each analysis on the day completed. This validation can be strengthened further by providing space for the laboratory supervisor to witness the date and the completion of the analyses.

A further development of the bound notebook is the commercially available version designed for research-type work. These notebooks are preprinted with book and page numbers, and spaces for title of project, project number, analyst signature, witness signature, and dates. Each report sheet has a detachable duplicate sheet that allows up-to-date review by management without disruption of the notebook in the laboratory. The cost of research-type bound notebooks is about four times that of ordinary notebooks.*

Use of bound notebooks has been limited to research and development work where an analysis is part of a relatively long-term project, and where the recording in the notebook is the prime disposition of the data until an intermediate or final report is written.

However, bound notebooks can and should be used in routine analytical laboratories such as those concerned with water quality. The need for repeated information on sampling and analyses can be answered by use of preprinted pages in the bound notebooks.

7.4.3 Preprinted Report Forms

Most field laboratories and installations repetitively analyzing fixed parameters develop their own system of compiling laboratory data that may include bound notebooks, but a means of forwarding data is also required. Usually, laboratories design forms to fit a related group

*Scientific Notebook Co., 719 Wisconsin Ave., Oak Park, Ill. 60304.

of analyses or to report a single type of analysis for a series of samples. As much information as possible is preprinted to simplify use of the form. With loose-sheet, multicopy forms (using carbon or NCR paper) information can be forwarded on the desired schedule while also allowing retention of data in the laboratory. Still, the most common means for recording data in rough form are internal bench sheets or bound books. The bench sheet or book never leaves the laboratory but serves as the source of information for transfer of data to appropriate report forms. (See fig. 7-1.)

In most instances the supervisor and analyst wish to look at the data from a sampling point or station in relation to other sampling points or stations on a particular river or lake. This review of data by the supervisor prior to release is a very important part of the QC program of the laboratory; however, such reviews are not easily accomplished with bench sheets. For review purposes, a summary sheet can be prepared that displays a related group of analyses from a number of stations such as shown in figure 7-2. Because the form contains space for all of the information necessary for reporting data, the completed form can also be used to complete the data forms forwarded to the computer storage and retrieval system.

The forms used to report data to storage systems provide spaces for identification of the sampling point, the parameter code, the type of analysis used, and the reporting terminology. Failure to provide the correct information can result in rejection of the data, or insertion of the data into incorrect parameter fields. As sample analyses are completed, the data values are usually reported in floating decimal form along with the code numbers for identifying the parameter data fields and the sampling point data fields. Figure 7-3 shows an example of a preprinted report form used for forwarding data to keypunch.

7.4.4 Plastic-Coated Labels and Forms

A recent addition to good sample handling and data management is the availability of plastic-coated (blank or preprinted) labels, report forms, and bound report books. These materials are waterproof, do not disintegrate when wet or handled, can be written on while wet, and retain pencil or waterproof ink markings though handled when wet.

7.4.5 Digital Readout

Instrumental analyses, including automated, wet-chemistry instruments such as the Technicon AutoAnalyzer, the atomic absorption spectrophotometer, the pH meter, and the selective electrode meter, provide digital readout of concentrations, which can be recorded directly onto report sheets without further calculation. Programmed calculators can be used to construct best-fit curves, to perform regression analyses, and to perform series of calculations leading to final reported values.

7.4.6 Keypunch Cards and Paper Tape

Because much of the analytical data generated in laboratories is first recorded on bench sheets, then transferred to data report forms, keypunched, and manipulated on small terminal computers (or manipulated and stored in a larger data storage system), there is a danger of transfer error that increases with each data copy. The analyst can reduce this error by recording data directly from bench sheets onto punch cards that can be retained or forwarded immediately to the data storage system. Small hand-operated keypunch machines are available.

NL-C-88
(7-68)
Spectrographic Analyses Bench Data

Sample # _____ Date _____ Source _____ TDS _____

_____ ml. conc. to _____ ml. Factor _____

Test Count | Sec

1. _____ _____
2. _____ _____
3. _____ _____

	Count			Rerun Count			Av. Count	PPM In Conc. Sample	Less Than	(μg/l) PPB Orig. Sample
1. Zn									☐	☐☐☐☐
2. Cd									☐	☐☐☐☐
3. As									☐	☐☐☐☐
4. B									☐	☐☐☐☐
5. P									☐	☐☐☐☐
6. Fe									☐	☐☐☐☐
7. Mo									☐	☐☐☐☐
8. Mn									☐	☐☐☐☐
9. Al									☐	☐☐☐☐
10. Be									☐	☐☐☐☐
11. Cu									☐	☐☐☐☐
12. Ag									☐	☐☐☐☐
13. Ni									☐	☐☐☐☐
14. Co									☐	☐☐☐☐
15. Pb									☐	☐☐☐☐
16. Cr									☐	☐☐☐☐
17. V									☐	☐☐☐☐
18. Ba									☐	☐☐☐☐
19. Sr									☐	☐☐☐☐

Figure 7-1. Example of bench sheet.

MINERALS ANALYSES OF ZONE B, OHIO RIVER SAMPLES, CONC., mg/l.

STATION	Storet Number	Date	Alkalinity	Hardness	Chloride	Sulfate	Fluoride	SOLIDS		
								Total	Diss.	Susp.
Ohio at Ironton	200152									
Ohio at Greenup Dam	200001									
Ohio at Portsmouth	200139									
Scioto at Lucasville	381710									
Ohio at Maysville	200153									
Ohio at Meldahl Dam	383070									
Little Miami at Cincinnati	380090									
Ohio at Cincinnati	380037									
Licking at 12th Street	200523									
Ohio at Miami Fort	383072									
Ohio at Markland Dam	200521									
Kentucky at Dam I	200522									
Ohio at Madison	174304									
Great Miami at Eldean										
Great Miami at Sellars Road	383047									
Great Miami at Liberty-Fairfield Road	383015									
Great Miami at American Materials Bridge	383007									
Whitewater at Suspension										
Great Miami at Lawrenceburg (Lost Bridge)	383071									

Figure 7-2. Example of summary data sheet.

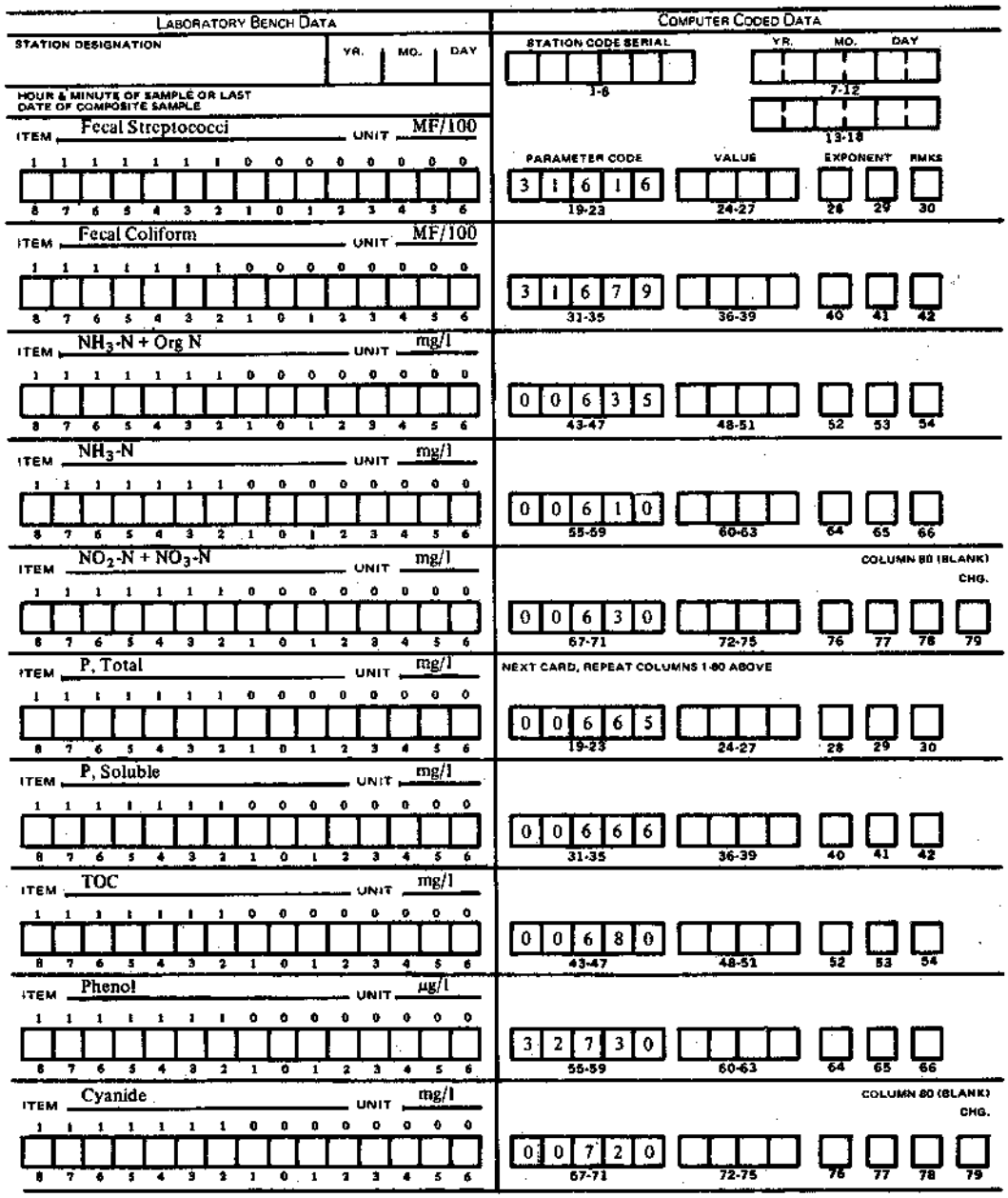


Figure 7-3. Example of STORET report form.

7.4.7 STORET—Computerized Storage and Retrieval of Water Quality Data

Because of their ability to record, store, retrieve, and manipulate huge amounts of data, the use of computers is a natural outgrowth of demands for meaningful interpretation of the great masses of data generated in almost all technical activities.

In August 1961, numerous ideas were brought together concerning the basic design of a system called STORET for storage and retrieval of water pollution control data. A

refinement of this system is now operated by the Technical Data and Information Branch, Division of Applied Technology, Office of Water Programs, EPA.

This is a State/Federal cooperative activity that provides State water pollution control agencies with direct, rapid access into a central computer system for the storage, retrieval, and analysis of water quality-control information.

If properly stored, the data can be retrieved according to such descriptors as the point of sampling, the date, and the specific parameters stored, or all data at a sample point or series of points can be extracted as a unit.

Full details on use of the STORET system are given in the recently revised STORET handbook (4).

7.4.8 Automated Laboratory Systems

The use of digital readout, keypunch cards, and paper tape have been overshadowed by the development of customized, fully automated online computer systems that make measurements, calculate results, perform quality control, and report analytical data simultaneously from a full range of laboratory instruments. (See fig. 7-4.) Such systems can contain the following functions:

a. Manual or automatic sampling and testing of a series of samples, standards, replicates, and check samples

b. Detection of the measurement signals from the series of samples

c. Conversion of signals to concentrations, generation of a standard curve, and calculation of sample values in final units

d. Calculation of the deviation and recovery values of the results and indication of acceptance or nonacceptance based on limits established by the analyst

e. Provision of the output in a form designated by the analyst: dial, paper recording chart, digital readout, cathode ray tube, or printed report form

The degree of hands-on operation required in the system is specified by the analyst.

If an automated system is properly designed and operated, most calculation and transposition errors are avoided and the proper level of quality control is automatically exerted. Laboratory automation systems for water analyses are being developed and coordinated by EMSL-Cincinnati for use in a number of EPA laboratories (5).

7.5 References

1. "Guide for Measure of Precision and Accuracy," Anal. Chem. *33*, 480 (1961).
2. "Glossary of General Terms Used in Quality Control," Quality Progress, Standard Group of the Standards Committee, American Society for Quality Control, *II*(7), 21-2 (1969).
3. Youden, W. J., Statistical Techniques for Collaborative Tests, Association of Official Analytical Chemists, Washington, D.C. (1967).

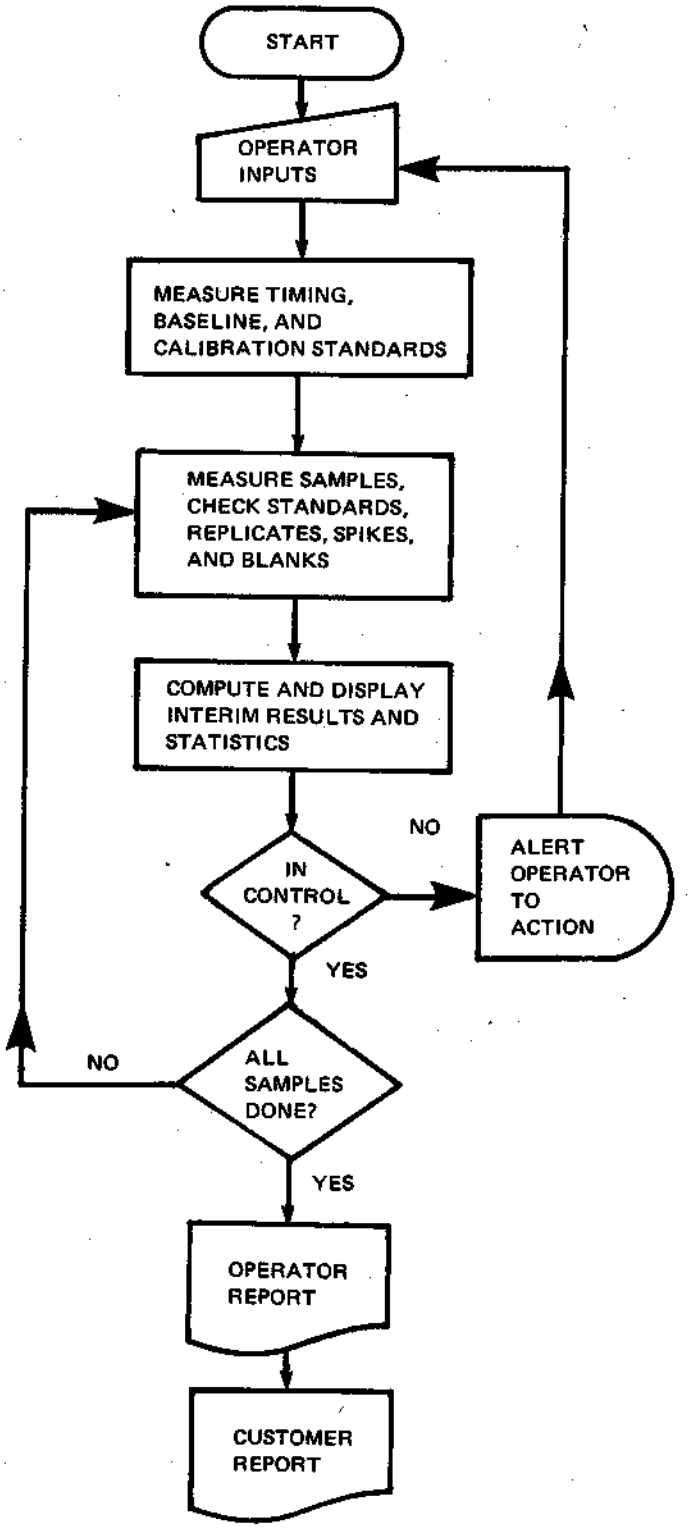


Figure 7-4. Flow chart of the sequence of events during a controlled series of laboratory measurements.

4. "STORET, EPA's Computerized Water Quality Data Base, the Right Answer," U.S. EPA, Office of Water and Hazardous Materials, Washington, D.C. (1977).
5. Budde, W. L., Almich, B. P., and Teuschler, J. M., The Status of the EPA Laboratory Automation Project, EPA-600/4-77-025, U.S. EPA, Office of Research and Development, EMSL, Cincinnati (1977).

Chapter 8

SPECIAL REQUIREMENTS FOR TRACE ORGANIC ANALYSIS

8.1 Introduction

The high sensitivity of the instrumentation used in trace organic chemical analysis and the low concentration of organic compounds being investigated dictate that special attention must be given to this analytical field. Contamination of the sample from any possible source must be diligently guarded against, and interferences in the sample must be carefully controlled. Strict attention to method and highly refined technique are required to produce valid quantitative and qualitative results.

Two manuals have been developed by the Environmental Monitoring and Support Laboratory (EMSL) in Cincinnati covering the two broad areas of quantitative and qualitative trace organic analysis. Reference 1 contains both general and specific quality assurance programs designed to insure the production of acceptable measurements when using the methods contained in that manual. Reference 2 contains specific, detailed quality assurance programs covering both the performance of the instrument and the interpretation of the resulting spectra.

This chapter is organized with three sections devoted to general material applicable to all organic analysis, and one section abstracting highly specialized materials from each of the two manuals cited.

8.2 Sampling and Sample Handling

Regardless of the intent, all numbers generated by a water quality laboratory are ultimately represented as the concentration levels in the sample matrix at the time of collection. Such numbers tend, automatically, to endorse the sample collection, preservation, and shipment procedures. Thus, quality assurance programs limited to the care of the sample beginning with its receipt by the laboratory are inadequate. The laboratory must share responsibility for the preservation and shipment of all samples that it will accredit with concentration values. Two approaches are available that will generally protect the laboratory from generating numbers that may not reflect actual conditions of the sample at the time of collection. The best, but usually least practical solution, is for the laboratory personnel to collect all samples. The alternative is for the laboratory to adopt a policy of sample rejection based on minimum standards of sample identification and age. Guidelines for establishing these standards are discussed in this section. It is recommended that copies of this material be supplied to all sample collectors along with an understanding of the specific policy of the laboratory toward rejecting samples that do not meet these criteria.

In all of the cases to be discussed, it is the responsibility of the project director to (a) coordinate his sampling, preservation, and shipment with the laboratory, (b) obtain clean sample containers from the laboratory, (c) provide adequate sample identification and compositing instructions, and (d) provide duplicates and blanks as required by the laboratory. Additional prearrangements should be made with the laboratory if sample splitting is desired, to create separate supernatant and settleable matter samples, or if calculations on a wet-weight basis in addition to the standard dry-weight calculations are desired.

Bottles and caps are to be supplied by the laboratory because rigorous cleaning is required even for new bottles. New and recycled bottles should be washed as described in reference 1. Samples received in bottles of unknown origin or questionable cleanliness should be rejected by the laboratory. For water samples that are to be analyzed by solvent extraction methods, narrow-mouthed, screw-cap bottles such as Boston rounds are preferred because they have less tendency to leak and are easy to handle in the laboratory. One-liter bottles are generally more expensive than quart bottles, thus most laboratories use the clear 32-oz containers. The bottle should be sealed with Teflon (du Pont) lined caps. For water samples of intermediate pH, aluminum-foil-lined caps may be used when Teflon (du Pont) is not available. Oil and grease samples can be collected with Polyseal caps—the conical liner provides an excellent seal against pressure during shipment and sample extraction. Screw-cap, widemouthed glass bottles are preferred for sediment samples because they are easier to handle in the field and in the laboratory. Precleaned, 16- or 32-oz bottles with Teflon (du Pont) or foil-lined screw-cap closures should be provided by the laboratory. Masking tape or other suitable labels should be applied to the dry bottles.

Sampling for purgeable organics requires special consideration and equipment. The sample container should consist of a 45-ml, screw-cap vial fitted with a Teflon (du Pont) faced, silicone septum.* The vials, septa, and caps should be washed in hot detergent water and thoroughly rinsed with tapwater and organic-free water, then dried at 105°C for 1 h. The vials should then be cooled to room temperature in a contaminant-free area. When cool, the vials should be sealed with the septa, Teflon (du Pont) side down, and screw cap and maintained in this sealed condition until filled with sample.

The bottles used for collecting water samples for solvent extraction should not be overfilled or prerinsed with sample before filling because oil and other material that can cause erroneously high results may remain in the sample bottle after rinsing. Bottles should be filled with sample to about 90 percent of capacity, and the level should be marked to determine if leakage occurs. Because full sample bottles are difficult to pour from during extractions, complete filling should be avoided. In the collection of sediment samples, nonrepresentative debris such as large stones or wood should be discarded.

Multiple samples are usually required for purgeable organics analysis because of leakage and because the measurement process is destructive to the sample. All vials should be identified with waterproof labels. The water sample vials are filled to overflowing from a bubble-free source so that a convex meniscus is formed at the top. They are sealed by carefully placing the septum, Teflon (du Pont) side down on the opening of the vial and screwing the cap firmly in place.

Shipment and receipt of samples must be coordinated with the laboratory to minimize time in transit because it is the prerogative of the laboratory to reject samples where delays in shipment have caused them to age beyond acceptable holding times. To avoid the need to resample, the sampler should determine in advance the most efficient and reliable form of transportation for the samples. All samples for organic analysis should arrive at the laboratory on the same day collected, or should be shipped and maintained at less than 4°C for arrival by the next day. The samples are usually shipped in insulated ice chests. Water samples should be prechilled before packing to reduce the ice requirements during shipment.

*Vial and septum are available from Pierce Chemical Co., P.O. Box 117, Rockford, Ill. 61105. Vial: No. 13074; septum: No. 12722.

The bottles should be stabilized in the container with styrofoam and covered with ice. The information needed to identify the samples should be attached to the outside of the ice chest.

A part of the quality assurance program for a laboratory must be the development of a clear policy for accepting or rejecting samples. Because organic analyses are expensive in terms of manpower and supplies, it is poor management to commit such resources just to obtain data of questionable validity. Water samples that clearly have not met the preservation criteria during shipment (e.g., in the case of a spill) should be accepted only if resampling is impossible. Results from such samples must be qualified in the laboratory report.

Upon receipt, the samples should be checked for adequate identification, sample temperature or presence of ice in the chest, and leakage. Samples for volatile organics should be checked for air bubbles, although it is extremely difficult to avoid the development of very small bubbles regardless of the type of sample bottle employed. The samples are logged in with the receipt time noted. Unless the condition of the samples fails to meet the criteria for acceptance by the laboratory, required preservatives are added immediately and the samples are all refrigerated.

The laboratory staff should be alerted to the arrival of the samples, so that the required analysis can begin as soon as possible. When sediment samples are to be reported on a wet-weight basis, or when a water sample is to be filtered or divided into supernatant and settleable subsamples for separate analysis, the sample processing should begin promptly.

When analysis of water samples is to be restricted to the water phase only, filtration is required. This may be accomplished with 4.7-cm, glass-fiber filter disks that have been preextracted with acetone and allowed to dry. The filter disks must not contain organic binder. The disks are placed on a membrane filter holder and up to a liter of water is filtered. The filtrate is transferred without rinsing to a clean sample container and treated as a normal, whole-water sample.

When separate reporting is required for the settleable and supernatant phases, the water sample (or a large portion of it) is allowed to settle overnight in a closed glass container at 4°C. If phase separation occurs, the supernatant phase is carefully decanted or siphoned into a graduated cylinder without disturbing the surface of the settled material. After the volume of supernatant is noted, the supernatant is filtered as just described into a clean glass container and stored at 4°C. The volume of settled material is determined either by marking the slurry level on the side of the sample container for later calibration, or by transferring the slurry without washing into a calibrated vessel. A portion of well-mixed slurry is removed for a determination of percent solids. The remaining slurry is stored in a sealed glass container at 4°C.

When both dry-weight and wet-weight results are required for sediments and sludges, a percent-solids determination should be performed soon after receipt of the sample. A representative portion (ideally 10 to 25 g) of well-mixed sample is weighed into a tared Erlenmeyer flask and dried at 105°C to a constant weight. Then percent solids are calculated for the sample.

Routine laboratory management involves detailed recordkeeping beginning with the initial contact with the sample collector. A master flowsheet should be prepared for each sample, listing parameters to be determined and pretreatment operations to be performed. The

master flowsheet is kept at a fixed location and is designed to handle dated entries indicating when operations are completed. Methods requiring extraction permit double entry on the master flowsheet so laboratory throughput times can be calculated in terms of receipt-to-extraction and receipt-to-completion times. A separate set of forms follows the sample through the laboratory. Each sample form records information for a class of parameters and details cleanup operations and other method options. Calculations and cross references to chromatograph files are entered on the sample form also.

A chain-of-custody program lends significant legal support to the results generated. The program begins when the laboratory dispatches the sample collectors. Each time a sample is collected, a form is initiated stating where and when the sample was collected, with cross reference to a number on the sample container. The sample collectors return to the laboratory with the samples in their guarded possession and deliver them personally to the responsible person in the laboratory. The person (custodian) receiving the samples in turn signs each ledger to acknowledge receipt and locks the sample in a refrigerator. The analyst then comes to the custodian and signs for the sample that he is taking for analysis. In this way full documentation of the sample handling is maintained from sample collection through completion of the analysis.

8.3 Extract Handling

Each method in reference 1 is prepared in sections identified by titles. This style of presentation is aimed at presenting the analyst logical places to interrupt his analysis. Often, because of the length of the method, the analyst is unable to complete an analysis in a single day. When planning a partial analysis, certain factors must be considered. Because the organics are generally more stable in solvent than in water, it is always preferable to extract a sample and hold the extract rather than to hold the sample. Extracts to be held overnight or longer should first be dried by treatment with sodium sulfate.

The methods include several transfers of the solvent extract from one piece of glassware to another. These quantitative transfers are made using several small portions of solvent to wash the walls of the previous container. A 5-ml, luer-lock glass syringe with a 2-in., 20-gage needle is convenient for this purpose. Solvents tend to creep up the outside of a container, such as an ampoule, while pouring. To minimize contamination during transfer, solvent extracts are poured as rapidly as possible. Extracts can become contaminated not only from oils from the skin of the handler but also from other extracts handled at the same time where deposits on the outside of the container are unintentionally transferred from one container to another. Instead of using labels, contamination problems from this source can be reduced by etching permanent numbers on ampoules. Sample log sheets should be used to index the extract with a numbered ampoule, eliminating the need for tape or wax pencils.

Of the several ways to dry a solvent extract with sodium sulfate, passing it through a chromatographic column packed with 2 to 3 in. of anhydrous crystals is the most convenient and quantitative. When a wet extract is being transferred from a separatory funnel to a Kuderna-Danish (K-D) concentrator, it should be drained directly through the column to eliminate the need for an intermediate piece of glassware and the resulting transfer step. Prewashing the sodium sulfate column with extracting solvent is recommended, although interferences can be controlled by preheating the salt in a shallow tray at 400°C for 30 min. After the extract has passed through the column, 20 to 30 ml of extracting solvent are used to wash the residual extract from the column.

The standard K-D concentration apparatus consists of a three-ball Snyder column, a 500-ml flask, and a calibrated ampoule. It is designed to concentrate 100- to 300-ml volumes of extract to a final volume of 5 to 10 ml. To use the apparatus, one 10/20 mesh boiling chip (previously rinsed with solvent and heated for 1/2 h) is added, and the assembly is supported above a concentric-ring water bath with the tip of the ampoule below the surface of the water. The lower ground-glass joint must be kept above the water. The water temperature should be adjusted for mild distillation, with no chamber flooding or splashing (about 10°C to 20°C above the boiling point of the solvent). When the volume of liquid reaches 1 to 2 ml (checked frequently), the assembly should be removed and allowed to cool. The chambers and flask will drain to a final volume near 10 ml. The flask and the lower ground-glass joint are rinsed with a minimum of solvent. The evaporation can be continued with the microscale K-D concentrator if further concentration is required.

The microscale K-D concentrator is designed to concentrate extracts from 5 to 10 ml to 1.0 ml. A fresh boiling chip must be added, and a two-ball micro-Snyder column is attached to the ampoule. The ampoule is supported above the water bath, and the extract is concentrated to about 0.7 ml. The column and ground-glass joint are rinsed with a minimum of solvent, and the volume is adjusted to 1.0 ml.

The K-D concentrator can be used to exchange solvents. When the sample is dissolved in a solvent unsuitable for a cleanup operation or for gas chromatography (GC), it can be displaced by a suitable higher boiling solvent. The actual volumes that should be used to effect the exchange vary with the solvent pairs depending upon the difference in boiling points and azeotrope formations, but a general procedure is to concentrate the extract to 10 ml, add 20 ml of the higher boiling solvent, and reconcentrate to 10 ml.

After extractions and subsequent K-D concentrations, solubilities of some materials may be exceeded. High sulfur levels are a particular problem encountered in sediment extractions. Extracts should be decanted from ampoules where sulfur has crystallized. In some samples the extractable organic levels are so high the extract tends to solidify and will not concentrate further. When this occurs, a small aliquot of the extract should be taken and diluted as appropriate for final analysis.

A significant source of the variation in GC analysis can be attributed to the injection of a portion of the extract into the analytical system. Manual injections of 2 to 3 μl with the use of a 10-μl syringe will introduce variance even when the injection volumes are determined to the nearest 0.05 μl. Of a variety of injection techniques in use, the solvent flush technique has been found to be acceptable for quantitative work. This technique is described in detail in reference 1.

8.4 Supplies and Reagents

Reference compounds of materials should be assayed and of 98 percent purity or higher. If the purity is less than 98 percent, the appropriate correction factor must be included in all calculations of standard concentration. The reference materials should be cataloged, dated, and stored in a refrigerator.

Stock solutions of these reference materials should be prepared in a high-boiling, inert solvent, if possible, to minimize errors due to evaporation or solvent-induced decomposi-

tion. The laboratory should have an accurate six-place balance for preparing small quantities of reference standards. The following method of preparing stock solutions is recommended: Weigh 10 mg (to the nearest 0.01 mg) of reference standard into a small aluminum weighing pan.* Drop the entire pan into a 10-ml volumetric flask. Dissolve the reference material in about 5 ml of solvent, then dilute to volume. Label the solution with compound name, concentration, solvent used, date prepared, and initials of preparer. Store the volumetric in a refrigerator, except when preparing dilutions. When the standard is a replacement for an existing stock solution, the two solutions should be compared, and the results as well as the suspected reason for any variation should be permanently recorded in the laboratory files.

Working standards are prepared from one or more stock solutions after they have warmed to room temperature. As these working standards usually represent three to six orders of magnitude of dilution of the stock standards, it is obviously necessary to take great care in preparing them. Serial dilutions are recommended with a maximum of 1:100 dilution for each step. Although 10-μl volumes can be read within 1 percent with a 10-μl syringe, the inherent problems with the dead volume in the syringe make the use of such equipment less desirable for preparing working standards than volumetric pipets. New working standards should be prepared frequently unless long-term stability has been demonstrated. When several compounds are combined into a single standard for simultaneous GC, they must be closely monitored for chemical interactions.

Pesticide-quality solvents are usually required, and each new lot should be checked for interferences prior to use. The solvent check, representing approximately 10 percent more solvent than required for any method, should be concentrated and analyzed for method interferences under all GC conditions applicable to that solvent. If interfering peaks or a broad solvent front are observed, the solvent should be redistilled in an all-glass distillation system, with a distillation column.** If interferences persist, the solvent lot should be discarded. This preliminary lot check does not eliminate the need for routine solvent blanks to monitor for purity changes over a period of time.

Diethyl ether must be shown to be free of peroxides before use. Peroxide test strips† can be used for a quick, convenient test. The alumina column procedure for removing peroxides, described in literature supplied with the test strips, has been used successfully to remove all peroxides from the solvent. The solvent should always be stabilized with 2 percent volume/volume ethyl alcohol. Chromatographic elution patterns are based on ether containing this alcohol.

Granular sodium sulfate should be purchased in glass containers. If purchased in a large container (5-lb bottles or larger), it should be transferred to smaller bottles for daily use. Before sodium sulfate is used for chromatographic work, it should be heated to 400°C for 30 min and shown not to be contaminated. When the sodium sulfate is used to dry extracts before concentration, the heating is usually unnecessary because impurities will be removed by preelution of the drying column with solvent.

---

*Available from The Perkin-Elmer Corp., Norwalk, Conn.; No. 219-0041.

**Available from Lab Glass, Inc., North West Blvd., Vineland, N.J. 08360; Widner No. LG-5930.

†Available from Scientific Products, 1430 Waukegan Rd., McGaw Park, Ill. 60085; Quant peroxide test strip, No. P1126-8.

Florisil (Floridin Co.) is purchased from the manufacturer preactivated at 630°C and transferred to glass containers with Teflon (du Pont) or foil-lined lids. Prior to use the Florisil (Floridin Co.) is heated in a shallow open dish for 5 h in a 130°C oven. The Florisil (Floridin Co.) can then be transferred into a sealed, glass bottle and stored indefinitely at 130°C until needed. Cleanup methods using Florisil (Floridin Co.) require that a lauric acid value be determined for each lot before use. In addition, the determination of a pesticide elution pattern is recommended. These procedures are described in detail in reference 1.

Carrier gases are a very important part of the chromatographic system; therefore, special care should be taken in their selection and handling. Only high-purity or equivalent carrier gases should be purchased, and they should be filtered, online, through a 5-Å molecular sieve. Porous polymer and other column packings degrade at elevated temperatures in the presence of trace quantities of oxygen. Oxygen in the carrier gas also adversely affects the performance of electron-capture detectors. Therefore, some type of online oxygen-removal system is recommended for these applications. The chemical traps should be changed or regenerated with each new cylinder of carrier gas. One purifier* has been found to last through many cylinders without replacement. A better grade of gas is required for temperature programing than for isothermal operation. Combustion gases may be of lower quality but should be at least equivalent to dry air or purified hydrogen. Regulators should have stainless steel internal parts and be of two-stage design. External tubing should be of good quality, such as refrigeration tubing. Such tubing should be rinsed with solvent and heated at 200°C under gas flow before use in the analytical system.

The purchase of precoated GC column packings is strongly recommended over the preparation of coated materials in the laboratory. The commercial products are, generally, of higher quality and consistency than those prepared by the average analyst. All tubing should be cleaned before packing by passing a series of solvents (e.g., hexane, chloroform, and acetone) through it. Glass columns should also be silylated. (Instructions are included with the purchase of silylating agents.) Dry the tubing thoroughly before packing it.

A vibrator should never be used to settle the packing material in the column. Such vibration may fracture the solid support material, expose uncoated active sites, and produce inferior chromatographic separations. When vacuum alone is inadequate and further settling is required, the column may be tapped with a pencil or similar object while the vacuum is being applied. Unless otherwise stated, stainless-steel tubing should be packed before coiling it to fit the GC apparatus.

8.5 Quality Assurance

8.5.1 Measurements

Most of the quality assurance programs suggested in chapter 6 of this manual cannot easily be adapted to the methods for organic compounds. The reasons for this, and the suggested approach for a suitable program for the organic analytical laboratory are discussed in detail in reference 1 and only summarized here.

Reference 1 suggests that quality assurance for organic analysis be divided into three separate categories. The first category represents the determination of purgeable com-

*Available from Matheson Gas Products, P.O. Box E, Lyndhurst, N.J. 07071; Hydrox Purifier model No. 8301.

pounds. This determination is performed in a closed analytical system; the complete analysis can be performed in 1 h; and the number of theoretically possible interferences is somewhat limited. The second category represents liquid/liquid partition methods in a regulatory situation. Here a very limited number of compounds are being measured; there is a high occurrence of positive results; and it is important to establish that the method works satisfactorily on the particular sample matrix. The third category represents liquid/liquid partition methods in a monitoring situation. Here a large number of compounds are often being measured simultaneously; there is a low occurrence of positive results; and each sample matrix may be different. Quality assurance is aimed at establishing that the laboratory is using the method correctly.

The purgeable methods are unique among organic methods because the standards are treated in exactly the same way as the samples, and there is no inherent method bias. The methods are amenable to a variety of quality assurance programs. The approach that has been found applicable to all types of samples and provides the maximum data for the expended effort consists of the addition of one or more internal standards to the matrix before purging. Data generated in this program provide a continuous monitoring of the equipment and establishes matrix applicability for the test.

For liquid/liquid extraction methods in a regulatory situation, the emphasis is placed on duplicates and dosed samples. Both field duplicates and laboratory duplicates are used in the program to establish sampling and subsampling validity. The dosing of samples to establish method accuracy for the matrix is an integral part of this program. Where the analytical program will extend over a long period of time the construction of control charts is recommended.

When the liquid/liquid extraction methods are used for monitoring, the emphasis is placed on an external control series. A standard laboratory matrix is developed. With each series of samples the matrix is dosed and analyzed with the samples. Data generated over a period of time can be used to monitor the performance of the equipment and the analyst, with relatively tight specifications to define problems that arise. Control charts can be constructed to alert the analyst to problems, but there is no provision for rejection of results for samples of this type.

8.5.2 Identifications

The combined gas chromatography/mass spectrometer (GC/MS) has emerged as the most important single instrument at the disposal of the environmental analytical chemist. It alone can provide both the sensitivity and the high degree of certainty necessary for an identification culled from a complex environmental matrix. The instrument has generated an aura of well-deserved respect, and its results are seldom questioned. For these reasons it is mandatory that strict quality assurance programs be followed in both the generation and the interpretation of mass spectra. The EMSL, with the cooperation of many other EPA GC/MS users, has produced a procedural manual (2) generally for use with a Finnigan quadrupole instrument. A detailed quality assurance program constitutes an integral part of the manual. The actual detailed program is beyond the scope of this manual but has been summarized in the following paragraphs.

To insure that a quadrupole mass spectrometer generates quality spectra, the program provides for at least daily performance evaluation with a reference compound, and

readjustment of the instrument as necessary. The operator prepares a solution of decafluorotriphenylphosphine (DFTPP).* When this compound is injected into the GC/MS using any of several compatible GC columns, the resulting elaborate spectrum can be evaluated using criteria developed at EMSL-Cincinnati (3).

Decafluorotriphenylphosphine key ions and the ion-abundance criteria that are used for determining whether the mass spectrometer is generating high-quality spectra are as follows:

Abundance Criteria

Mass (amu)	*Ion Abundance Criteria*
51	30 to 60 percent of mass 198
68	Less than 2 percent of mass 69
70	Less than 2 percent of mass 69
127	40 to 60 percent of mass 198
197	Less than 1 percent of mass 198
198	Base peak, 100 percent relative abundance
199	5 to 9 percent of mass 198
275	10 to 30 percent of mass 198
365	1 percent (or greater) of mass 198
441	Less than mass 443
442	Greater than 40 percent of mass 198
443	17 to 23 percent of mass 442

If these specifications are not met, the guidelines provided for adjusting the instrument (2,3) must be considered.

Having produced quality spectra, the analyst must always ascertain, by analyzing a method blank under exactly the same analytical and instrumental conditions, that the spectra are relevant. Most commercial systems have a software program, extracted ion current profile (EICP), that permits the sample and the blank to be overlayed on a graphic display device when each is scanned for a particular mass. When large numbers of spectra result from a sample and the blank must be checked for a match for each one, this technique simplifies the screening process.

If the spectra are found to be unique to the sample, it is normally processed through a mass-spectral search-and-match system. The computerized version of such a system consists

*Available from PCR Research Chemicals, Inc., P.O. Box 1778, Gainsville, Fla. 32602; No. 11898-4.

of an organized collection of many thousands of compound spectra stored in a large central computer accessed by the analyst through telephone linkups. On the basis of 8 or 10 major masses the computer can rapidly search the complete system for similar spectra. These spectra are ranked for similarity to the unknown using a mathematical algorithm. The resulting similarity index (SI), which can be further refined to a quality index (2), is a measure of the degree of confidence the analyst may place in the identification. If a match is not found, the analyst must revert to manual interpretation of the spectra and deduce the structure of the compound by its fragmentation patterns.

After a tentative identification is made, several other types of supporting experiments become possible. Retention-time GC/MS data of a pure compound (standard) may be compared with analogous data from the sample component. Similarly, the mass spectrum of the standard, obtained under the same conditions that were used for the sample, may be compared with the sample component spectrum. The standard may be dissolved in water at an appropriate concentration, isolated, and measured. The recovery of this spike in the same fraction in which the suspected component appeared and the observation of equivalent mass spectra for the spike and the sample component constitute strong evidence for confirmation of the identification.

8.6 References

1. Methods for Organic Analysis of Water and Wastes, U.S. EPA, EMSL, Environmental Research Center, Cincinnati (in preparation).
2. EPA GC/MS Procedural Manual, Budde, W. L., and Eichelberger, J. W., editors, 1st Edition, Vol. 1, U.S. EPA, Office of Research and Development, EMSL, Cincinnati (in press).
3. Eichelberger, J. W., Harris, L. E., and Budde, W. L., Anal. Chem., *47*, 995 (1975).

Chapter 9

SKILLS AND TRAINING

9.1 General

Analytical operations in the laboratory can be graded according to the degree of complexity. Some analyses require no sample treatment, and the measurement can be performed in minutes on a simple instrument. Other determinations require extensive sample preparation prior to complex instrumental examination. Consequently, work assignments in the laboratory should be clearly defined. Each analyst should be completely trained and should fully understand all the assignments of his job before being given new responsibilities. In this regard, all analysts, subprofessional or professional, should be thbroughly instructed in basic laboratory operations, according to the degree of professional maturity. Some of the basic operations that should be reviewed periodically with laboratory personnel follow.

9.1.1 Sample Logging

Routine procedure for recording of samples entering the laboratory and assigning primary responsibility should be emphasized. The information that is required and the routing of the sample to the analyst is then established. The stability, preservation, and storage of samples prior to analyses are then discussed.

9.1.2 Sample Handling

The analyst should understand thoroughly at which points in his procedures the sample is to be settled, agitated, pipetted, etc., before he removes it from the original container.

9.1.3 Measuring

The analysts, especially new employees and subprofessionals, should be instructed in the use of volumetric glassware. The correct use of pipettes and graduates should be emphasized as discussed in chapter 4 of this manual.

9.1.4 Weighing

Because almost every measuring operation in the analytical laboratory is ultimately related to a weighing operation, the proper use of the analytical balance should be strongly emphasized. Maintenance of the balance, including periodic standardization, should be repeatedly emphasized to all personnel. The correct use and maintenance of balances is discussed in chapter 3 of this manual.

9.1.5 Glassware

All glassware should be washed and rinsed according to the requirements of the analysis to be performed. Not only must the personnel assigned to these tasks be instructed, but also all lab personnel should know the routine for washing and special requirements for particular uses of glassware. In addition, the precision tools of the laboratory such as pipets, burets,

graduates, and Nessler tubes should be inspected before use for cleanliness, broken delivery tips, and clarity of marking. Defective glassware should be discarded or segregated.

9.1.6 Instrumentation

Operation and maintenance of analytical instrumentation is of primary consideration in the production of valid data. All instruments must be properly calibrated, quality-control checks documented, and standard curves verified on a routine basis. Details on instrumental quality control are presented in chapter 3 of this manual.

9.1.7 Data Handling and Reporting

As with sample logging, the routine procedure for recording results of analyses and pertinent observations, including quality control checks, should be emphasized. Analytical data should be permanently recorded in meaningful, exact terms and reported in a form that permits future interpretation and unlimited use. Details are discussed in chapter 7 of this manual.

9.1.8 Quality Control

The need to continuously assess precision and recovery values of methodology is a prime responsibility of the analyst. Self-evaluation through the analyses of replicates and recovery of spikes from samples representative of the daily workload provides confidence and documentation of the quality of the reported data.

9.1.9 Safety

Laboratory safety should be discussed on a continuing basis with all employees, but it should be emphasized when an employee is assigned to perform new duties.

9.1.10 Improvement

In summary, quality control begins with basic laboratory techniques. Individual operator error and laboratory error can be minimized if approved techniques are consistently practiced. To insure the continued use of good technique, laboratory supervisors should periodically review the basic techniques and point out areas of needed improvement with each analyst.

Continuing improvement of technical competence by all laboratory personnel is, of course, the final responsibility of the laboratory supervisor. In a well-organized laboratory, however, a big-brother attitude of higher ranking to lower grade personnel should be encouraged; each person should be eager to share experience, tricks of the trade, special skills, and special knowledge with subordinates. Obviously, efficiency and results will improve.

9.2 Skills

The cost of data production in the analytical laboratory is based largely upon two factors: the pay scale of the analyst, and the number of data units produced per unit of time. However, because of the large variety of factors involved, estimates of the number of measurements that can be made per unit of time are difficult. If the analyst is pushed to

Table 9-1
SKILL-TIME RATING OF STANDARD ANALYTICAL OPERATIONS

Measurement	Skill Required (Rating No.)[1]	Number Per Day
Simple Instrumental:		
pH	1	100-125
Conductivity	1	100-125
Turbidity	1	75-100
Color	1	60-75
Dissolved Oxygen (Probe)	1,2	100-125
Fluoride (Probe)	1,2	100-125
Simple Volumetric:		
Alkalinity (Potentiometric)	1	50-75
Acidity (Potentiometric)	1	50-75
Chloride	1	100-125
Hardness	1	100-125
Dissolved Oxygen (Winkler)	1,2	75-100
Simple Gravimetric:		
Solids, Suspended	1,2	20-25
Solids, Dissolved	1,2	20-25
Solids, Total	1,2	25-30
Solids, Volatile	1,2	25-30
Simple Colorimetric:		
Nitrite N (Manual)	2	75-100
Nitrate N (Manual)	2	40-50
Sulfate (Turbidimetric)	2	70-80
Silica	2	70-80
Arsenic	2,3	20-30
Complex, Volumetric, or Colorimetric:		
BOD	2,3	[2]15-20
COD	2,3	25-30
TKN	2,3	25-30
Ammonia	2,3	25-30
Phosphorus, Total	2,3	50-60
Phenol (Distillation Included)	2,3	20-30
Oil and Grease	2,3	15-20
Fluoride (Distillation Included)	2,3	25-30
Cyanide	2,3	8-10
Special Instrumental:		
TOC	2,3	75-100
Metals (by AA), No Preliminary Treatment	2,3	150
Metals (by AA), With Preliminary Treatment	2,3	60-80
Organics (by GC), Pesticides, Without Cleanup	3,4	3-5
Organics (by GC), Pesticides, With Cleanup	3,4	2-4

[1] Skill-required rating numbers are defined as follows:
1—aide who is a semiskilled subprofessional with minimum background or training, comparable to GS-3 through GS-5. (Continued)

produce data at a rate beyond his capabilities, unreliable results may be produced. On the other hand, the analyst should be under some compulsion to produce a minimum number of measurements per unit of time, lest the cost of data production become prohibitive. In table 9-1, estimates are given for the number of determinations that an analyst should be expected to perform on a routine basis. The degree of skill required for reliable performance is also indicated.

The time limits presented in the table are based on use of approved methodology. A tacit assumption has been made that multiple analytical units are available for measurements requiring special equipment, as for cyanides, phenols, ammonia, nitrogen, and COD. For some of the simple instrumental or simple volumetric measurements, it is assumed that other operations such as filtration, dilution, or duplicate readings are required; in such cases the number of measurements performed per day may appear to be fewer than one would normally anticipate.

9.3 Training

For more experienced, higher grade personnel, formal training in special fields, possibly leading to specialization, should be almost mandatory. Such training can be fostered through local institutions and through the training courses provided by the EPA. Regional policies on after-hours, Government-supported training should be properly publicized.

Formalized training for lower grade personnel, comparable to GS-3 to GS-5, is relatively scarce. However, skills can be most efficiently improved at the bench level on a personal, informal basis by more experienced analysts working in the same area. Exposure of personnel to pertinent literature should also be a definite program policy.

(Continued)

2–aide with special training or professional with minimum training with background in general laboratory techniques and some knowledge of chemistry, comparable to GS-5 through GS-7.

3–experienced analyst capable of following complex procedures with good background in analytical techniques, professional, comparable to GS-9 through GS-12.

4–experienced analyst specialized in highly complex procedures, professional, comparable to GS-11 through GS-13.

[2] Rate depends on type of samples.

Chapter 10

WATER AND WASTEWATER SAMPLING

10.1 Introduction

The quality of data resulting from water and wastewater sampling surveys is dependent upon the following six major activities: (a) formulating the particular objectives of the water sampling program, (b) collecting representative water samples, (c) maintaining the integrity of the water samples through proper handling and preservation, (d) adhering to adequate chain-of-custody and sample identification procedures, (e) practicing quality assurance in the field, and (f) properly analyzing the pollutants in the water samples. These areas are equally important for insuring that environmental data are of the highest validity and quality.

The present section addresses aspects of quality control (QC) concerned with the collection of environmental samples and data in the field. It includes a capsule summary of the specific areas mentioned previously and a list of references (table 10-1) that provide specific guidance in these areas, rather than a collection of guidelines on sampling procedures.

10.2 Areas of Sampling

The specific areas that comprise an overall water sampling program are as follows.

10.2.1 Objectives of the Particular Sampling Program

The objectives of the sampling program affect all the other aspects of the sampling program.

Sampling program objectives are determined by the following activities: (a) planning (areawide or basin), (b) permitting, (c) compliance, (d) enforcement, (e) design, (f) process control, and (g) research and development. The types of water sampling programs to be employed, depending on suitability to program objectives, include reconnaissance surveys; point-source characterization; intensive surveys; fixed-station-network monitoring; groundwater monitoring; and special surveys involving chemical, biological, microbiological, and radiological monitoring.

Factors that must be considered in meeting the objectives of the sampling program are the extent of the manpower resources, the complexity of the parameters of interest, the duration of the survey, the number of samples, the frequency of sampling, the type of samples (grab or composite), and the method of sample collection (manual or automatic).

10.2.2 Collection of Representative Samples

The objective of all water and wastewater sampling is to obtain a representative portion of the total environment under investigation. The techniques for obtaining representative water samples may vary with the length, width, and depth of a body of water, its physical and chemical parameters, and its type to be sampled (such as municipal or industrial effluents, surface waters and bottom sediments, agricultural runoff, and sludges). In collecting representative samples, the following factors should be considered.

Table 10-1
GUIDANCE FOR WATER/WASTEWATER SAMPLING

Sampling Subject Area	Reference Numbers											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Objectives of a Sampling Program	X					X	X					
Collection of Representative Samples:	X	X										
Site Selection	X	X					X	X				
Sample Types[1]	X	X				X	X					
Automatic Samplers	X	X		X	X	X	X					X
Flow Measurement	X	X				X	X		X	X		X
Statistical Approach to Sampling:	X											
Frequency of Sampling	X					X						
Number of Samples	X					X						
Probability of Exceeding Standard	X					X						
Special Sampling Procedures:												
Municipal Wastewaters	X											X
Industrial Wastewaters	X											
Agricultural Wastewaters	X											
Surface Waters	X											
Bottom Sediments	X											
Sludges	X											
Biology	X		X				X					
Microbiology	X					X		X				
Radiation	X	X					X	X				
Sample Preservation and Handling:	X	X				X	X	X			X	X
Volume of Sample	X	X									X	
Container Type and Cleaning	X	X										
Sample Identification	X	X						X				
Chain of Custody	X	X						X				
Quality Assurance in the Field		X										

[1] Grab, composite, manual, etc.

10.2.2.1 Site Selection

The location of the sampling site is critical in obtaining representative data. Preferably, water sampling sites for point sources of pollution from municipal and industrial effluents are located at points of highly turbulent flow to insure good mixing; however, inaccessibility, lack of site security, or power unavailability may preclude use of the best sites, but these impediments should not be used as reasons for collecting samples at unacceptable locations. Locations of sampling sites for streams, lakes, impoundments, estuaries, and coastal areas vary, but in general occur in the following bodies: (a) in water bodies for sensitive uses (swimming and drinking water supply), (b) in major impoundments or reservoirs near the mouths of major tributaries and in the rivers entering and leaving the impoundments, (c) in water bodies polluted by man's activities, (d) in rivers upstream and downstream from tributaries, and (e) where hydrological conditions change significantly.

10.2.2.2 Types

The basic types of water and wastewater sampling methods are grab sampling and composite sampling. Composite sampling may be conducted manually or automatically. The six methods for forming composite samples, all of which depend on either a continuous or periodic sampling mode, are the following: (a) constant sample pumping rates, (b) sample pumping rates proportional to stream flow rates, (c) constant sample volumes and constant time intervals between samples, (d) constant sample volumes and time intervals between samples proportional to stream flow rates, (e) constant time intervals between samples and sample volumes proportional to total stream flow volumes since last sample, and (f) constant time intervals between samples, and sample volumes proportional to total stream flow rates at time of sampling. The choice of using the grab sampling method or one of the six compositing sampling methods is determined by program objectives and the parameters to be sampled.

10.2.2.3 Automatic Samplers

The use of automatic samplers eliminates errors caused by the human element in manual sampling, reduces personnel cost, provides more frequent sampling than practical for manual sampling, and eliminates the performance of routine tasks by personnel. Criteria for brand selection of automatic samplers include evaluations of the intake device, intake pumping rates, sample transport lines, sample gathering systems (including pumps and scoops), power supplies and power controls, sample storage systems, and additional desirable features to fit particular sampling conditions. There are many commercially available automatic samplers; however, because no single automatic sampler is ideally suited for all situations, the user carefully selects the automatic sampler most suited for the particular water or wastewater to be characterized. Precautions must be taken in regard to using certain types of samples in potentially explosive atmospheres.

10.2.2.4 Flow Measurement

An essential part of any water or wastewater sampling survey as well as a necessary requirement of the National Pollution Discharge Elimination System (NPDES) permit program is accurate flow measurement, which can be divided into four categories:

a. Flow measurement in completely filled pipes under pressure—common devices employed are orifices, Venturi tubes, flow nozzles, Pitot tubes, magnetic flow meters, ultrasonic flow meters, and elbow meters.

b. Trajectory methods, either full or partially full, measured at the end of the pipe--common flow measurement methods are the California and Purdue pipe methods. These methods are normally considered as estimates rather than accurate measurements.

c. Flow measurement in open channels and sewers--common methods are the velocity-area measurement, time-of-passage measurement, and level measurement methods using weirs and flumes.

d. Miscellaneous flow measurement methods--common methods include use of Manning formula, tracer and salt dilution techniques, water meters, pump rates, and measurements of level changes in tanks and calibrated vessels.

Flow measurement data may be instantaneous or continuous. For continuous measurements, a typical system consists of primary devices such as weirs and flumes and secondary devices such as flow sensors, transmitting equipment, recorders, and totalizers. The improper installation or design of a primary device or malfunction of any part of a secondary device results in erroneous flow data. The accuracy of flow measurement data also varies widely, depending principally on the accuracy of the primary device and the particular flow measurement method used. In any case, an experienced investigator should be able to measure flow rates within ±10 percent of the true values.

10.2.2.5 Statistical Approach to Sampling

Four factors must be established for every sampling program: (a) number of samples, (b) frequency of sampling, (c) parameters to be measured, and (d) sampling locations. These factors are usually determined in varying degrees by details of the pertinent discharge permits or are more arbitrarily set by the program resource limitations. Nevertheless, the nature of the statistical methods selected and scientific judgment should be used to establish the best procedures.

10.2.2.6 Special Sampling Procedures

Special sampling procedures should be employed for municipal, industrial, and agricultural waters, surface waters as well as bottom sediments and sludges, and for biological, microbiological, and radiological studies.

10.2.3 Sample Preservation and Handling

During and after collection, if immediate analysis is not possible, the sample must be preserved to maintain its integrity. The only legally binding reference EPA has for sample preservation methods is the NPDES permit program specified in reference 13. However, these sample preservation procedures serve as a guide for other program objectives.

Proper handling of the samples helps insure valid data; consideration must also be given to care of the field container material and cap material, cleaning, structure of containers, container preparation for determination of specific parameters, container identification, and volumes of samples.

10.2.4 Chain-of-Custody Procedures

All programs involved in water and wastewater surveys should document and implement a chain of possession and custody of any sample collected, whether or not the resulting data are to be used in enforcement cases. Such procedures insure that the samples are collected, transferred, stored, analyzed, and destroyed only by authorized personnel. See section 12.7 for detailed procedures that can be used on all sample types.

10.2.5 Quality Assurance in the Field

Quality assurance programs for sampling equipment and for field measurement procedures (of such parameters as temperature, dissolved oxygen, pH, and conductance) are necessary to insure data of the highest quality. A field quality assurance program administered by a quality assurance coordinator should contain the following documented elements:

a. The analytical methodology; the special sample handling procedures; and the precision, accuracy, and detection limits of all analytical methods used.

b. The basis for selection of analytical and sampling methodology. For example, all analytical methodology for NPDES permits shall be that specified in reference 13, or shall consist of approved alternative test procedures. Where methodology does not exist, the quality assurance plan should state how the new method will be documented, justified, and approved for use.

c. The amount of analyses for quality control (QC), expressed as a percentage of overall analyses, to assess the validity of data. Generally, the complete quality assurance program should approximate 15 percent of the overall program with 10 and 5 percent assigned to laboratory QC and field QC, respectively. The plan should include a shifting of these allocations or a decrease in the allocations depending upon the degree of confidence established for collected data.

d. Procedures for the recording, processing, and reporting of data; procedures for review of data and invalidation of data based upon QC results.

e. Procedures for calibration and maintenance of field instruments and automatic samplers.

f. A performance evaluation system, administered through the quality assurance coordinator, allowing field sampling personnel to cover the following areas:

   (1) Qualifications of field personnel for a particular sampling situation.

   (2) Determination of the best representative sampling site.

   (3) Sampling technique including location of the points of sampling within the body of water, the choice of grab or composite sampling, the type of automatic sampler, special handling procedures, sample preservation, and sample identification.

   (4) Flow measurement, where applicable.

(5) Completeness of data, data recording, processing, and reporting.

(6) Calibration and maintenance of field instruments and equipment.

(7) The use of QC samples such as duplicate, split, or spiked samples to assess the validity of data.

g. Training of all personnel involved in any function affecting the data quality.

Quality assurance in sample collection should be implemented to minimize such common errors as improper sampling methodology, poor sample preservation, and lack of adequate mixing during compositing and testing. The checks listed in the following sections will help the quality assurance coordinator to determine when the sample collection system is out of control.

10.2.5.1 Duplicate Samples

At selected stations on a random time frame duplicate samples are collected from two sets of field equipment installed at the site, or duplicate grab samples are collected. This provides a check of sampling equipment and technique for precision.

10.2.5.2 Split Samples

A representative subsample from the collected sample is removed and both are analyzed for the pollutants of interest. The samples may be reanalyzed by the same laboratory or analyzed by two different laboratories for a check of the analytical procedures.

10.2.5.3 Spiked Samples

Known amounts of a particular constituent are added to an actual sample or to blanks of deionized water at concentrations at which the accuracy of the test method is satisfactory. The amount added should be coordinated with the laboratory. This method provides a proficiency check for accuracy of the analytical procedures.

10.2.5.4 Sample Preservative Blanks

Acids and chemical preservatives can become contaminated after a period of use in the field. The sampler should add the same quantity of preservative to some distilled water as normally would be added to a wastewater sample. This preservative blank is sent to the laboratory for analysis of the same parameters that are measured in the sample and values for the blank are then subtracted from the sample values. Liquid chemical preservatives should be changed every 2 weeks—or sooner, if contamination increases above predetermined levels.

10.2.5.5 Precision, Accuracy, and Control Charts

A minimum of seven sets each of comparative data for duplicates, spikes, split samples, and blanks should be collected to define acceptable estimates of precision and accuracy criteria for data validation.

10.2.5.6 Calibration of Field Equipment

Plans should be developed and implemented for calibrating all field analysis test equipment and calibration standards to include the following: (a) calibration and maintenance intervals, (b) listing of required calibration standards, (c) environmental conditions requiring calibration, and (d) a documented record system. Written calibration procedures should be documented and should include mention of the following:

a. To what tests the procedure is applicable.

b. A brief description of the calibration procedure. (A copy of the manufacturer's instructions is usually adequate.)

c. A listing of the calibration standard, the reagents, and any accessory equipment required.

d. Provisions for indicating that the field equipment is labeled and contains the calibration expiration date.

10.3 References

1. Huibregtse, K. R., and Moser, J. H., Handbook for Sampling and Sample Preservation of Water and Wastewater, EPA-600/4-76-049 (Sept. 1976).
2. Olson, D. M., Berg, E. L., Christensen, R., Otto, H., Ciancia J., Bryant, G., Lair, M. D., Birch, M., Keffer, W., Dahl, T., and Wehner, T., Compliance Sampling Manual, Enforcement Division, Office of Water Enforcement, Compliance Branch (June 1977).
3. Weber, C. I., Biological Field and Laboratory Methods for Measuring the Quality of Surface Waters and Effluents, EPA-670/4-73-001, U.S. EPA (July 1973).
4. Lauch, R. P., A Survey of Commercially Available Automatic Wastewater Samplers, EPA-600/4-76-051, U.S. EPA (Sept. 1976).
5. Shelly, P. E., and Kirkpatrick, G. A., An Assessment of Automatic Sewer Flow Samplers, EPA-600/2-75-065, U.S. EPA (Dec. 1975).
6. Handbook for Monitoring Industrial Wastewater, U.S. EPA, Technology Transfer (Aug. 1973).
7. Areawide Assessment Procedures Manual, Vol. II, App. D, EPA-600/9-76-014, U.S. EPA (July 1976).
8. Winter, J. A., Bordner, R., and Scarpino, P., Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Part I–"Water and Wastes" U.S. EPA, EMSL, Cincinnati (1977).
9. Water Measurement Manual, 2d Edition (Revised), U.S. Department of the Interior, Bureau of Reclamation (1974).
10. Kulin, G., and Compton, P., A Guide to Methods and Standards for Measurement of Water Flow, Special Publication 421, National Bureau of Standards (May 1975).
11. Methods for Chemical Analysis of Water and Wastewater, U.S. EPA Technology Transfer (1974).
12. Harris, D. J., and Keffer, W. J., Wastewater Sampling Methodologies and Flow Measurement Techniques, EPA-907/9-74-005 (Sept. 1974).
13. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants, Federal Register, *41*, No. 232 (Dec. 1976).

Chapter 11

RADIOCHEMISTRY

11.1 Introduction

The objective of this chapter is to provide general information and suggestions that enable the analyst to execute his responsibilities in analytical quality control (QC) as they relate to radiochemical analyses. Because chemical and radiochemical responsibilities should be considered together, the following requirements could be included with the items specified in the preceding chapters as tasks for the radiochemist: verifying the validity of laboratory data, recommending methodology, interpreting the results, and examining the need for standard procedures.

Environmental radiation measurements are made daily by Federal, State, local, and private agencies. The data obtained from these measurements are used by the U.S. EPA and other agencies for such purposes as estimating doses, describing health effects, establishing standards and guides, and conducting regulatory activities. It is imperative to insure the precision and accuracy of the data, so that policy decisions concerning environmental quality are based on valid and comparable data.

A radiation QC program should be designed to encourage the development and implementation of QC procedures at all levels of sample collection, analysis, data processing, and reporting. It should enable the analyst to verify his analyses and document the validity of the data. In addition, such a program allows the determination of the precision and accuracy of environmental radiochemical analyses.

11.2 Sample Collection

Analytical results can be no more meaningful than the integrity of the samples that are analyzed. Representative samples must be collected so the data for any aliquot can be related to a well-defined pollution source. For most analyses (table 11-1) the sample should be preserved at the sampling site to maintain its integrity and to minimize activity losses from absorption on container walls. If at all possible, analyses should be performed soon after receipt of the samples at the laboratory.

Sample container types and descriptions have already been discussed. Both plastic and glass containers have been recommended, and each has its particular merit. Cost most likely determines which of the many types of plastic containers will be used; in general, those more expensive should be more resistant to adsorption losses. Because sample analyses are recommended soon after collection, less expensive plastic ware can be tolerated. In any event, containers should be discarded after use to prevent contamination of subsequent samples.

Glass bottles are popular items, readily available in all sizes. Although the possibility of breakage either in handling or shipping is obviously great, the very small sizes for radioactive tracer standards and calibration sources can withstand breakage. Use of the larger size bottles for these purposes should therefore be avoided. It is poor economics to ship radioactive samples in fragile glass containers when unbreakable types serve the purpose much better.

Table 11-1

SAMPLE HANDLING, PRESERVATION, METHODOLOGY, AND MAJOR INSTRUMENTATION REQUIRED[1]

Parameter	Sample Preservation[2]	Container[3]	Instrumentation
Gross Alpha Activity	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Low-background proportional counter
Gross Beta Activity	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Low-background proportional counter
Strontium-89	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Low-background proportional counter
Strontium-90	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Low-background proportional counter
Radium-226	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Scintillation cell system
Radium-228	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Low-background proportional counter
Cesium-134	Concentrated HCl to pH < 2	P or G	Low-background proportional counter
Iodine-131	None	P or G	Low-background proportional counter
Tritium	None	G	Liquid scintillation counter
Uranium	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Fluorometer
Photon Emitters	Concentrated HNO_3 to pH < 2	P or G	Gamma spectrometer

[1] See reference 1 for method.

[2] Preservative to be added at the time of collection unless the sample is to be characterized for suspended solids activity.

[3] P = hard or soft plastic; G = hard or soft glass.

11.3 Laboratory Practices

11.3.1 Laboratory Safety

The general principles of laboratory safety are covered in chapter 14. The hazards to be avoided are listed, and the importance of good housekeeping practices is stressed. These practices reduce the potential hazard of the many chemical operations being performed. In the radiochemical laboratory they eliminate the probability of radiological cross-contamination from sample to sample and from sample to glassware. Many of the materials used in the laboratory are potentially hazardous because of their chemical properties or their radioactivity and therefore should be handled with the utmost care and respect.

In the radiochemical laboratory, the prevention of contamination by radioactive materials requires attention to radiation-protection practices, an ongoing personnel-monitoring program, and the designation of a segregated storage area for radioactive sources following use in radiochemical analyses. Adequate labeling of work areas, of samples for analysis, of aliquots, and of separated fractions helps to control radiation hazards and to insure personnel safety.

The handling of radioactive materials involves safety hazards of a type not usually associated with a chemical laboratory. Special precautions and instruments should be used to insure the greatest personal safety. It is imperative to wear monitoring devices (personal film badges) at all times.

A number of health and contamination hazards are to be considered. Many radioactive materials are dangerous even in extremely minute quantities if inhaled or ingested. All radioactive materials are capable of contaminating laboratories, instruments, and clothing. All radioactive materials in large concentrations are dangerous because of the effects of their radiation external to their containers. To control these hazards, the following rules should be in effect at all times.

a. For the case of radioactive materials that are capable of being volatilized or airborne, perform all work in a closed area or hood. Perform distillations, evaporations, and other such processes in a well-ventilated hood.

b. Do not bring food or liquid refreshments into a laboratory engaged in work with radioactive materials. The same applies to the counting rooms.

c. Do not smoke when handling radioactive materials.

d. After working with radioactive materials, wash hands thoroughly before eating or handling uncontaminated materials.

11.3.2 Laboratory Analyses

Standard radiochemical procedures or their equivalent are needed to comply with sensitivity detection limits for each nuclide as designated by the quality assurance program (2). Radiochemical procedures have been compiled for a multitude of nuclides in a multitude of media (3-9) and descriptions of specific separations are to be found in the scientific literature. As laboratory techniques become more sophisticated and as more sensitive instrumentation is developed, these procedures will be improved.

Depending on the media, the radioactivity levels, and the nuclide composition, there are several approaches that can be made when a sample is received for QC determination. The requirements for an acceptable QC program are described in section 11.4.

Before starting such a program, the laboratory should be already set up for radiochemical analyses and the analysts should have the prescribed education and experience.

11.3.3 Laboratory Radiation Instruments

The types of radiation counting systems (described in ref. 2) needed to comply with the requirements are set forth in the following paragraphs. Only those instruments needed for analyzing specific radionuclides are required. Such instruments should meet the specifications discussed in the next sections.

11.3.3.1 Liquid Scintillation System

A liquid scintillation system must measure tritium with the sensitivity required by the National Interim Primary Drinking Water Regulations. Efficiency of the system should be greater than 57 percent for tritium. The tritium figure of merit $(E_\tau)^2/B$ should be greater than 100.

11.3.3.2 Gas-Flow Proportional Counting System or Alternative

A gas-flow proportional counter, or the alternative described later, is required for measurement of gross alpha- and gross beta-particle activities, radium-228, strontium-89, cesium-134, and iodine-131. The detector may be either windowless (internal proportional counter) or of the thin-window type. A minimum shielding equivalent of 5 cm of lead must surround the detector. A cosmic (guard) detector should be operated in anticoincidence with the main detector. The main detector should have an efficiency greater than 20 percent for polonium-210 and carbon-14 and greater than 40 percent for strontium-90. The detector background should be less than 1.3 counts per minute.

The detector plateau should be less than 1.5 percent per 100 V and should be at least 100 V wide for carbon-14 and less than 2 percent per 100 V for strontium-90.

A scintillation system designed for alpha- and beta-particle counting may be substituted for the gas-flow proportional counter described. In such a system a Mylar disk coated with a phosphor (silver-activated zinc sulfide) is either placed directly on the sample (for alpha measurements) or on the face of a photomultiplier tube, enclosed within a light-tight container along with the appropriate electronics (high-voltage supply, amplifier(s), timer, and scaler). Radiation shielding, although desirable, is not required for this system.

11.3.3.3 Gamma Spectrometer System

A sodium iodide (NaI) detector connected to a multichannel analyzer is required for determination of manmade photon emitters. A 7.5- by 7.5-cm NaI crystal is satisfactory; however, a 10- by 10-cm crystal is recommended. The crystal detector must be shielded with a minimum of 10 cm of iron or equivalent.

It is recommended but not required that the distance from the center of the crystal detector to any part on the shield should not be less than 30 cm. The multichannel analyzer, in

addition to the appropriate electronics (high-voltage supply, preamplifier, and linear amplifier), must contain a memory of not less than 200 channels and at least one readout device.

11.3.3.4 Scintillation Cell System

A scintillation system must be designed to accept scintillation flasks (Lucas cells) for measurement of radium-226 by the radon-emanation method. The system consists of a light-tight enclosure for the scintillation flasks, a detector (phototube), and the appropriate electronics (high-voltage supply, amplifier, timers, and scalers). The scintillation flasks required for this measurement may either be purchased from commercial suppliers or constructed according to published specifications.

11.4 Quality Control

The following requirements are recommended for all laboratories:

a. All QC data should be available for inspection to determine validity of laboratory results.

b. Each laboratory should participate at least twice each year in EPA laboratory intercomparison studies (10).

c. Each laboratory should participate once each year in an appropriate EPA-administered performance study on unknowns. Results must be within the control limits established by EPA for each analysis.

d. Counting-instrument operating manuals and calibration protocols should be available to analysts and technicians.

e. Calibration data and maintenance records on all radiation instruments and analytical balances must be maintained in a permanent record.

f. Minimum daily QC

   (1) To verify precision of methods, a minimum of 10 percent of the samples shall be duplicates. Checks must be within ±2 standard deviations of the mean range.

   (2) If less than 20 samples per day are analyzed, a performance standard and a background sample must be measured. If 20 or more samples are analyzed per day, a performance standard and a background sample must be measured with each 20 samples. Checks must be within ±2 standard deviations of the mean range.

   (3) Quality control performance charts or performance records must be maintained.

11.5 References

1. Federal Register *41*, No. 133 (July 9, 1976).
2. Jarvis, A. N., et al., The Status and Quality of Radiation Measurements of Water, EPA-600/4-76-017 (Apr. 1976).

3. Krieger, H. L., Interim Radiochemical Methodology for Drinking Water, EPA-600/4-75-008 (Revised), U.S. EPA, Office of Research and Development, Cincinnati (Mar. 1976).
4. Doubias, G. S., Editor, Radioassay Procedures for Environmental Samples, Environmental Health Series, Publication 999-RH-27, U.S. DHEW, Public Health Service, National Center for Radiological Health (Jan. 1967).
5. Harley, J. H., HASL Procedures Manual, HASL-300, U.S. ERDA, Health and Safety Laboratory, New York (1972).
6. Kleinberg, J., Editor, Collected Radiochemical Procedures, LA-1721 (Revised), Los Alamos Scientific Laboratory, Los Alamos (Nov. 1955).
7. Krieger, H. L., et al., Radionuclide Analysis of Environmental Samples, Technical Report R59-6 (Revised), U.S. DHEW, Public Health Service (Feb. 1966).
8. Nuclear Science Series, Reports NAS-NS-3001 to NAS-NS-3115, National Academy of Sciences, National Research Council Technical Information Center, Office of Information Services (1960).
9. "Water," Part 31 of 1977 Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1977).
10. Jarvis, A. N., et al., Environmental Radioactivity Laboratory Intercomparison Studies Program 1975, EPA-680/4-75-002b, U.S. EPA, Office of Research and Development, Las Vegas (1975).
11. Ziegler, L. H., and Hunt, H. M., Quality Control for Environmental Measurements Using Gamma-Ray Spectrometry, U.S. EPA, EPA-600/7-77-144 (Dec. 1977).
12. Kanipe, L. G., Handbook for Analytical Quality Control in Radioanalytical Laboratories, U.S. EPA, EPA-600/7-77-088 (Aug. 1977).

Chapter 12

MICROBIOLOGY

12.1 Background

The quality assurance program described in this chapter is a synopsis of a detailed program prescribed in parts IV and V of the EPA microbiological methods manual (1). Quality assurance is a program of integration of all intralaboratory and interlaboratory quality control (QC), methods standardization, and QC management practices into a formal, coordinated, continuing effort.

12.2 Specific Needs in Microbiology

A quality assurance program for microbiological analyses must emphasize the control of laboratory operations and analytical procedures because the tests measure living organisms that continually change in response to their environment. Further, because true values cannot be provided for the microbial parameters, microbiologists do not yet have the advantages of analytical standards, QC charts, and spiked samples available to other disciplines for measurement of accuracy. Because known values cannot be applied, it is important that careful and continuous control be exerted over sampling, personnel, analytical methodology, materials, supplies, and equipment.

12.3 Intralaboratory Quality Control

Intralaboratory QC is the orderly application *within a single laboratory* of laboratory practices necessary to eliminate or reduce systematic error and to control random error. This within-laboratory program must be practical, integrated, and time-efficient or it will be bypassed. When properly administered, such a program helps to insure high-quality data without interfering with the primary analytical functions of the laboratory. This within-laboratory program should be supplemented by participation of the laboratory in an interlaboratory quality assurance program such as that conducted by EPA.

Intralaboratory QC for microbiology should cover the following areas:

a. Laboratory operations

   (1) Sample collection and handling
   (2) Laboratory facilities
   (3) Laboratory personnel
   (4) Laboratory equipment and instrumentation
   (5) Laboratory supplies
   (6) Culture media
   (7) Analytical methodology

b. Analytical QC

   (1) Sterility checks
   (2) Positive and negative controls

(3) Duplicate analyses
(4) Single-analyst precision
(5) Comparison of results between analysts
(6) Verification of membrane filter analyses
(7) Completion of most probable number analyses
(8) Data handling

12.4 Interlaboratory Quality Control

An interlaboratory quality assurance program is an agreed-upon system of minimal requirements necessary to maintain a quality standard among a group of laboratories. Such a program may be voluntary or compulsory for participants. It may include the following activities:

a. Selection and approval of uniform sampling methodology and analytical methodology

b. Collaborative studies to establish the precision and accuracy of selected methodology

c. Preparation of guidelines to set minimal group standards for personnel, equipment, instrumentation, facilities, and intralaboratory QC programs

d. Onsite inspection of laboratory capabilities

e. Periodic evaluation of laboratory performance on unknown samples

f. Followup on problems identified in onsite inspections and performance evaluations

As a part of its interlaboratory quality assurance program, EPA has selected microbiological methodology and standards for laboratory operations (1). EMSL-Cincinnati is currently conducting research on the development of QC samples for use in performance testing and method-validation studies.

12.5 Development of a Formal Quality Assurance Program

Unless records are kept of the QC checks and procedures, there is no proof of performance, no value in future reference, and for practical purposes, no quality assurance program in operation. To insure a viable quality assurance program, management must first recognize the need and require the development of a formal program, and then commit 15 percent of the laboratory man-years to QC activities. The laboratory manager holds meetings with supervisors and staff workers to establish levels of responsibility and functions of management, supervisor, and analyst in the quality assurance program. Laboratory personnel participate in planning and structuring the program.

Once the quality assurance program is functioning, supervisors review laboratory operations and QC with analysts on a frequent (weekly) basis. Supervisors use the results of the regular meetings with laboratory personnel to inform management of the status of the program on a regular (monthly) basis. These meetings identify problems through participation of laboratory personnel and provide the backing of management for actions required to correct problems.

12.6 Documentation of a Quality Assurance Program

A laboratory operating manual should be prepared that describes operation, maintenance, and QC of laboratory operations and analyses as practiced. The review mechanisms and the frequency of review in the quality-assurance program are included.

12.6.1 Sampling

A sample log is used to record information on samples received in the laboratory including details of sample identification and origin, the necessary chain-of-custody information, analyses performed, and final results.

12.6.2 Laboratory Operations

A QC record is maintained on media preparation, instrument calibration, purchase of supplies, QC checks on materials, supplies, equipment, instrumentation, facilities, and analyses.

12.6.3 Analytical Quality Control

A record of analytical QC checks is maintained on positive and negative controls, sterility checks, single-analyst precision, precision between analysts, and use-test results from comparison of lots of media, membrane filters, and other supplies.

12.7 Chain-of-Custody Procedures for Microbiological Samples

12.7.1 General

A regulatory agency must demonstrate the reliability of its evidence by proving the chain of possession and custody of any samples that are offered for evidence or that form the basis of analytical test results introduced into evidence in any water pollution case. It is imperative that the office and the laboratory prepare procedures to be followed whenever evidence samples are collected, transferred, stored, analyzed, or destroyed.

The primary objective of these procedures is to create an accurate written record that can be used to trace the possession of the sample from the moment of its collection through its introduction into evidence. A sample is in custody if it is in any one of the following states:

a. In actual physical possession

b. In view, after being in physical possession

c. In physical possession and locked up so that no one can tamper with it

d. In a secured area, restricted to authorized personnel

Personnel should receive copies of study plans prior to the study of a water pollution case. Prestudy briefings should then be held to apprise participants of the objectives, sample locations, and chain-of-custody procedures to be followed. After the chain-of-custody samples are collected, a debriefing is held in the field to verify the adherence to the chain-of-custody procedures and to determine whether additional samples are required.

12.7.2 Rules for Sample Collection

An agency or laboratory engaged in sample study activities should follow these rules:

a. Involve a minimum number of trained persons in sample collection and handling.

b. Establish guidelines for particular procedures to be used for each type of sample collection, preservation, and handling.

c. Handle samples as little as possible.

d. Obtain stream and effluent samples using the appropriate sampling techniques.

e. Attach sample tag or label securely (see fig. 12-1) to the sample container at the time the sample is collected. The tag should contain the following items as a minimum: the serial number of the tag, the station number and location, the date and time taken, the type of sample, the sequence number (e.g., first sample of the day—sequence No. 1), the preservative used, the analyses required, and the name of the sample collector. Tags should be completed legibly in waterproof ink.

f. Use bound field notebooks to record field measurements and other pertinent information necessary to reconstruct the sample collection processes in the event of a later enforcement proceeding. Maintain a separate set of field notebooks for each study and store them in a safe place where they can be protected and accounted for at all times. Establish a sample log sheet with a standard format to minimize field entries and include the serial number of the sheet, the date, time, survey, type of samples taken, volume of each sample, type of analyses, (unique) sample numbers, sampling location, field measurements (such as temperature, conductivity, dissolved oxygen (DO), and pH), and any other pertinent information or observation. (See fig. 12-2.) The entries should be signed by the sample collector. The responsibility for preparing and retaining field notebooks during and after a study should be assigned to a study coordinator or his designated representative.

g. The sample collector is responsible for the care and custody of the samples until the samples are properly dispatched to the receiving laboratory or given to an assigned custodian. The sample collector must insure that each container is in his physical possession or in his view at all times, or stored in a locked place where no one can tamper with it.

h. Take color slides or photographs of the sample locations and any visible water pollution. Sign and indicate time, date, and site location on the back of the photo. To prevent alteration, handle such photographs according to the established chain-of-custody procedures.

12.7.3 Transfer of Custody and Shipment

In transfer-of-custody procedures, each custodian or sampler must sign, record, and date the transfer. Most environmental regulatory agencies develop chain-of-custody procedures tailored to their needs. These procedures may vary in format and language but contain the same essential elements. Historically, sample transfer under chain of custody has been on a

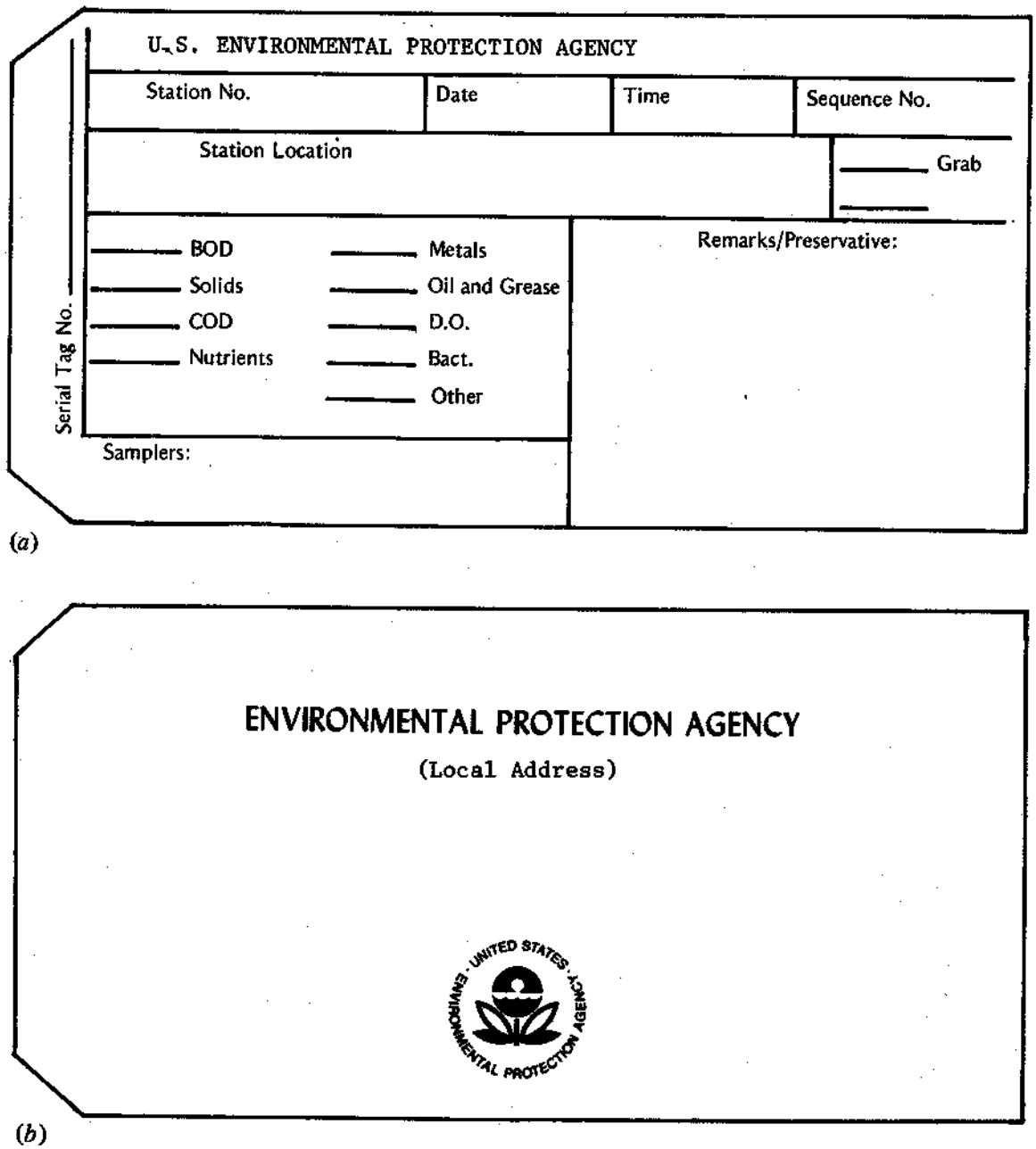


Figure 12-1. Example of chain-of-custody sample tag. (*a*) Front. (*b*) Back.

sample-by-sample basis, which is awkward and time consuming. However, the EPA National Enforcement Investigation Center (NEIC) at Denver has set precedent with its bulk transfer of samples. Bulk transfer is speedier and reduces paperwork and the number of sample custodians. The following description of bulk transfer of custody is essentially that of the Office of Enforcement (2).

FOR _____ SURVEY SAMPLE LOG SHEET NO. _____ DATE _____

TYPE OF SAMPLE _____ SAMPLER: *(Signature)* _____ ANALYSES REQUIRED

STATION NUMBER	STATION DESCRIPTION	TOTAL VOLUME	TYPE CONTAINER	PRESERVATIVE	NUTRIENTS	BOD	COD	TOC	TOTAL SOLIDS	SUSPENDED SOLIDS	ALKALINITY	DO	pH*	CONDUCTIVITY*	TEMPERATURE*	TOTAL COLIFORM	FECAL COLIFORM	TURBIDITY	OIL AND GREASE	METALS	BACTI	PESTICIDES	HERB	TRACE ORGANICS	PHENOL	CYANIDE

REMARKS

*Field Measurements

US EPA, NEIC-Denver

Figure 12-2. Example of sample log sheet.

a. Samples must be accompanied by a chain-of-custody record that includes the name of the study, collectors' signatures, station number, station location, date, time, type of sample, sequence number, number of containers, and analyses required. (See fig. 12-3.) When turning over possession of samples, the transferor and transferee sign, date, and time the record sheet. This record sheet allows transfer of custody of a

CHAIN OF CUSTODY RECORD

				SAMPLERS *(Signature)*					
STATION NUMBER	STATION LOCATION	DATE	TIME	SAMPLE TYPE			SEQ. NO.	NO. OF CONTAINERS	ANALYSIS REQUIRED
				Water		Air			
				Comp.	Grab.				

Relinquished by: *(Signature)*		Received by: *(Signature)*	Date/Time
Relinquished by: *(Signature)*		Relinquished by: *(Signature)*	Date/Time
Relinquished by: *(Signature)*		Received by: *(Signature)*	Date/Time
Received by: *(Signature)*		Received by Mobile Laboratory for field analysis: *(Signature)*	Date/Time
Dispatched by: *(Signature)*	Date/Time	Received for Laboratory by:	Date/Time
Method of Shipment:			

Distribution: Orig.–Accompany Shipment
1 Copy–Survey Coordinator Field Files

Figure 12-3. Example of chain-of-custody record.

group of samples in the field to the mobile laboratory or to the central laboratory. When a custodian transfers a portion of the samples identified on the sheet to the mobile laboratory, the individual samples must be noted in the column with the signature of the person relinquishing the samples. The laboratory person receiving the samples acknowledges receipt by signing in the appropriate column.

b. If the custodian has not been assigned, the field custodian or field sampler has the responsibility of packaging and dispatching samples to the laboratory for analysis. The dispatch portion of the chain-of-custody record must be filled out, dated, and signed.

c. To avoid breakage, samples must be carefully packed in shipment containers such as ice chests. The shipping containers are padlocked for shipment to the receiving laboratory.

d. Packages must be accompanied by the chain-of-custody record showing identification of the contents. The original must accompany the shipment. A copy is retained by the survey coordinator.

e. If sent by mail, register the package with return receipt requested. If sent by common carrier, a Government bill of lading should be obtained. Receipts from post offices and bills of lading will be retained as part of the permanent chain-of-custody documentation.

f. If delivered to the laboratory when appropriate personnel are not there to receive them, the samples must be locked in a designated area within the laboratory, so that no one can tamper with them or must be placed in a secure area. The recipient must return to the laboratory, unlock the samples, and deliver custody to the appropriate custodian.

12.7.4 Laboratory Custody Procedures

Suitable laboratory procedures during custody of samples include the following:

a. The laboratory shall designate a sample custodian and an alternate custodian to act in his absence. In addition, the laboratory shall set aside a sample storage security area. This should be a clean, dry, isolated room with sufficient refrigerator space that can be securely locked from the outside.

b. Samples should be handled by the minimum possible number of persons.

c. Incoming samples shall be received only by the custodian who will indicate receipt by signing the chain-of-custody record sheet accompanying the samples and retaining the sheet as a permanent record. Couriers picking up samples at the airport or post office shall sign jointly with the laboratory custodian.

d. Immediately upon receipt, the custodian places the samples in the sample room, which will be locked at all times except when samples are removed or replaced by the custodian. To the maximum extent possible, only the custodian shall be permitted in the sample room.

e. The custodian shall insure that microbiological samples are properly stored and maintained at 4°C.

f. Only the custodian will distribute samples to personnel who are to perform tests.

g. The analyst records in his laboratory notebook or analytical worksheet, identifying information describing the sample, the procedures performed, and the results of the testing. The notes shall be dated, shall indicate who performed the tests, and should include any abnormalities that occurred during the testing procedure. The notes shall be retained as a permanent record in the laboratory. In the event that the person who performed the tests is not available as a witness at the time of a trial, the Government may be able to introduce the notes in evidence under the Federal Business Records Act.

h. Approved methods of laboratory analyses shall be used as required by Public Laws 92-500, 93-523, 92-532, and amendments.

i. Laboratory personnel are responsible for the care and custody of a sample once it is handed to them and should be prepared to testify that the sample was in their possession and view or secured in the laboratory at all times from the moment it was received from the custodian until the tests were run.

j. The laboratory area shall be maintained as a secured area and shall be restricted to authorized personnel.

k. Once the sample analyses are completed, the unused portion of the sample, together with identifying labels and other documentation, must be returned to the custodian. The returned, tagged sample should be retained in the custody room until permission to destroy the sample is received by the custodian.

l. Samples should be destroyed only upon the order of the laboratory director, in consultation with previously designated enforcement officials, or when it is certain that the information is no longer required, or that the samples have deteriorated. The same destruction procedure is true for tags and laboratory records.

12.7.5 Evidentiary Considerations

Reducing chain-of-custody procedures and promulgated analytical procedures to writing will facilitate the admission of evidence under Rule 803 (6) of the Federal Rules of Evidence (Public Law 93-575). Under this statute, written records of regularly conducted business activities may be introduced into evidence as an exception to the hearsay rule without the testimony of the person(s) who made the record. Although it would be preferable, it is not always possible for the individuals who collected, kept, and analyzed samples to testify in court. In addition, if the opposing party does not intend to contest the integrity of the sample or testing evidence, admission under Rule 803(6) can save a great deal of trial time. For these reasons, it is important that the procedures followed in the collection and analyses of evidentiary samples be standardized and described in an instruction manual, which, if need be, can be offered as evidence of the regularly conducted business activity followed by the laboratory or office in generating any given record.

In criminal cases, however, records and reports of matter observed by police officers and other law enforcement personnel are not included under the business record exceptions to the hearsay rule previously cited. (See Rule 803(8), Public Law 93-595.) It is arguable that those portions of the compliance inspection report dealing with matters other than sampling and analysis results come within this exception. For this reason, in criminal actions, records and reports of matter observed by field investigators may not be admissible, and the evidence may still have to be presented in the form of oral testimony by the person(s) who made the record or report, even though the materials come within the definition of business records. In a criminal proceeding, the opposing counsel may be able to obtain copies of reports prepared by witnesses (even if the witness does not refer to the records while testifying), which may be used for cross-examination purposes.

Admission of records is not automatic under either of these sections. The business records section authorizes admission "unless the source of information or the method or circumstances of preparation indicate lack of trustworthiness," and the caveat under the public records exception reads "unless the sources of information or other circumstances indicate lack of trustworthiness."

Thus, whether or not the inspector anticipates that a report will be introduced as evidence, the inspector should make certain that the report is as accurate and objective as possible.

12.8 References

1. Winter, J. A., Bordner, R., and Scarpino, P., Microbiological Methods for Monitoring the Environment, Part I—"Water and Wastes," U.S. EPA, EMSL, Cincinnati (1978).
2. NPDES Compliance Sampling Manual, U.S. EPA, Office of Water Enforcement (June 1977).

Chapter 13

AQUATIC BIOLOGY

Quality assurance guidelines for aquatic biology programs (fully described in ref. 1) are summarized in the following section.

13.1 Summary of General Guidelines

Successful quality assurance programs in aquatic biology are based on the following essential elements:

a. An understanding and acceptance of the importance of quality control (QC) and a commitment on the part of the biology staff to fully integrate QC practices into field and laboratory operations

b. A staff with adequate formal training and experience and proper specialization to meet program needs

c. Adequate field equipment, storage and laboratory space, instrumentation, and taxonomic references

d. Careful advance preparation and design of field and laboratory studies

e. Strict adherence to approved methodology, where available, and careful consideration of the technical defensibility of the methods and their application

f. Use of replication in sample collection and analysis where feasible, and determination of the accuracy and precision of the data

g. Frequent calibration of field and laboratory instruments

h. Proper sample identification and handling to prevent misidentification or intermixing of samples

i. Use of blind, split, or other control samples to evaluate performance

j. Development and regular use of in-house reference specimen collections, and use of outside taxonomic experts to confirm or provide identifications for problem specimens

k. Meticulous, dual-level review of the results of manual arithmetical data manipulations and transcriptions before the data are used in reports or placed in BIOSTORET (2)

l. Participation in EPA formal interlaboratory aquatic biology methods studies, and use of EPA biological reference materials

m. Documentation of methodology and QC practices employed in the program

13.2 Discussion

A brief description of each of the areas mentioned in section 13.1 is provided here to indicate the scope of the quality assurance program.

13.2.1 Staff Commitment

To establish and maintain an effective quality assurance program in aquatic biology, the supervisor must actively support and frequently monitor the use of QC practices in all aquatic biology activities. This will require the commitment of 10 to 15 percent of the total manpower resources. The supervisor must review field and laboratory operations with his staff frequently (weekly) to insure that QC practices are followed and properly documented.

13.2.2 Staff

The quality and reliability of the data rest heavily on the competence of the staff. The range of aquatic organisms studied by biological programs is very broad, and each community requires unique skills in sample collection and analysis, and in data interpretation. Several disciplines, therefore, must be represented on the staff to deal effectively with the taxonomy and ecology of the major groups of aquatic organisms, which include the phytoplankton, zooplankton, periphyton, macrophyton, macroinvertebrates, and fish.

13.2.3 Facilities

The quality of the data also depends upon the availability and performance of laboratory equipment. Such items as sampling gear, current meters, spectrophotometers, and microscopes must be available and must meet performance standards related to the biological parameters measured. Laboratory instrumentation must provide the sensitivity and accuracy required by the state of the art in sample analysis. Adequate laboratory and storage space must also be provided.

13.2.4 Advance Planning

Thorough advance planning of field and laboratory projects is necessary to maintain the required control over the technical aspects of the project and to insure the collection of meaningful data. Factors taken into consideration include the objectives of the study, the parameters to be measured, station selection, the sampling frequency and replication, seasonal cycles in the properties of communities of aquatic organisms, and QC measures to be incorporated into the various phases of the project.

13.2.5 Use of Approved Methodology

Methods in the EPA manual "Biological Field and Laboratory Methods for Measuring the Quality of Surface Waters and Effluents" (1) should be employed where applicable. The manual contains concensus methods selected by a committee of senior Agency aquatic biologists as the preferred methods for use within EPA. If program activities require methods for parameters not covered by reference 1, methods may be selected from other sources if their application is technically defensible.

13.2.6 Replication

Comparisons of biological parameters measured in control and affected regions of water bodies, and in laboratory experiments, may be meaningless if the precision of the results is not known. Preliminary measurements must be made in each study to determine the scatter in the data and to establish the number of replicate samples required to achieve the level of precision required to detect differences in the responses measured.

13.2.7 Instrument Calibration and Maintenance

Sampling equipment and laboratory instrumentation with mechanical metering devices and electronic components are calibrated on a regularly scheduled basis to insure the accuracy of the data. Standards are obtained, such as NBS-certified thermometers for temperature-measuring devices, class-S weights for balances, and absorption filters for spectrophotometers. Records of calibrations, regular performance checks, and service for each device are maintained in bound log books in such a manner that the history of performance of the instruments may be easily reviewed. Analytical reagents are labeled and dated when received, and are protected from deterioration if labile. The expected shelf life of each reagent is recorded on the label, and the material is not used after the expiration date.

13.2.8 Sample Labeling

Samples are securely labeled in the field and recorded in a bound log. Information on the label should include the station, date, time of day, depth, and other relevant information. A unique lot number is assigned to the sample and recorded on the label. Waterproof paper and ink must be used for the labels, and are recommended for the field logs. Depending on requirements, labels are placed inside samples such as macroinvertebrates.

13.2.9 Quality Control Samples

The accuracy of the data from routine analyses such as counts and identification of organisms and chlorophyll and biomass measurments is determined by introducing blind, split, or reference samples in the sample processing stream. These samples are either prepared by the supervisory aquatic biologist, laboratory quality control officer, or analytical QC coordinator, or are obtained from EMSL-Cincinnati. The results are discussed at regularly scheduled staff meetings and any problems identified are discussed and corrected.

13.2.10 Organism Identification and Reference Specimens

Accurate identification of aquatic organisms to the species level is essential to the interpretation of biological data. A set of reference specimens is established within each laboratory, to be used as taxonomic (identification) standards in processing samples and in training new personnel. The set is representative of the aquatic organisms collected by the program, and each specimen embodies the morphological characteristics essential to the identification of that taxon. The identity of these specimens is verified by outside taxonomic experts, who also examine organisms that pose unusually difficult identification problems in routine sample analysis.

13.2.11 Data Records, Editing (Proofing), Review

Data collected manually are entered in a bound log or on specialized bench sheets that fully describe the origin and nature of the sample and that are maintained in a binder or file. Source data such as organism abundance, metabolic rates, and chlorophyll, which are manually or electronically manipulated or transcribed from one record to another, are doublechecked by a second person. All manual calculations and all electronic calculations, where data are manually keyboarded, are performed twice, except where the source (input) data are included in the output and can be proofed. Keyboarded data are carefully proofed before they are submitted for computer manipulation.

13.2.12 Interlaboratory Methods Studies

The aquatic biology programs participate in formal interlaboratory biological methods studies performed by EMSL-Cincinnati. Studies on chlorophyll and macroinvertebrate identification methods have been completed, and additional studies on phytoplankton and periphyton identification methods are planned in the future.

13.2.13 Documentation for the Quality Assurance Program

A laboratory operations manual is available (1) that describes the scope of the program, organizational structure, qualifications of the staff, available space and equipment, methodology employed for sample collection and analysis, and QC procedures.

13.3 References

1. Weber, C. I., Editor, Biological Field and Laboratory Methods for Measuring the Quality of Surface Waters and Effluents, 2d Edition, EPA-670/4-73-001, U.S. EPA (July 1973).
2. Nacht, L., and Weber, C. I., BIO-STORET Final Design Specification, U.S. EPA (1976).

Chapter 14

LABORATORY SAFETY

14.1 Law and Authority for Safety and Health

Public Law 91-596 is the Occupational Safety and Health Act of 1970 (1). The purpose of this act is the following:

> To assure safe and healthful working conditions for working men and women; by authorizing enforcement of the standards developed under the act; by assisting and encouraging the States in their efforts to assure safe and healthful working conditions; by providing for research, information, education, and training in the field of occupational safety and health; and for other purposes.

The intent of the act (1) is "to assure so far as possible every working man and woman in the Nation safe and healthful working conditions and to preserve our human resources."

The responsibility for promulgating and enforcing occupational safety and health standards rests with the Department of Labor. The Department of Health, Education, and Welfare is responsible for conducting research on which new standards can be based, and for implementing education and training programs for producing an adequate supply of manpower to implement the purposes of the act. These responsibilities are performed by the National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH).

Section 19(a) of Public Law 91-596 states the following (1):

> It shall be the responsibility of the head of each Federal agency to establish and maintain an effective and comprehensive occupational safety and health program that is consistent with the standards promulgated under section 6. The head of each agency shall (after consultation with representatives of the employees thereof)—
>
> (1) provide safe and healthful places and conditions of employment, consistent with the standards set under section 6;
>
> (2) acquire, maintain, and require the use of safety equipment, personal protective equipment, and devices reasonably necessary to protect employees;
>
> (3) keep adequate records of all occupational accidents and illnesses for proper evaluation and necessary corrective action;
>
> (4) consult with the Secretary with regard to the adequacy as to form and content of records kept pursuant to subsection (a)(3) of this section; and
>
> (5) make an annual report to the Secretary of Labor with respect to occupational accidents and injuries and the agency's program under this section. Such report shall include any report submitted under section 7902(e)(2) of title 5, United States Code.

Executive Order 11807 was issued in the fall of 1974 to provide general direction to the heads of Federal agencies and to the Secretary of Labor in establishing occupational safety and health programs in the Federal Government. The executive order details the following duties:

a. Appointment of a Safety and Health Official.

b. Establishment of a management information system.

c. Establishment of an occupational safety and health program.

   (1) Adoption of safety and health standards as effective as the Secretary of Labor's standards.

   (2) Institution of procedures for processing reports from employees on hazardous conditions.

   (3) Institution of periodic inspection of facilities.

   (4) Provision for abatement of hazards in facilities.

d. Provision for training of agency personnel.

   (1) Training of supervisors at all levels.

   (2) Training of those responsible for conducting inspections of facilities.

   (3) Training of other employees. Attention is called to the list of OSHA training requirements.

e. Assistance of the Secretary of Labor.

   (1) Compliance with the recordkeeping and reporting requirements.

   (2) Observation of the guidelines issued in 28 CFR 1960.

   (3) Cooperation with the Secretary of Labor in the performance of his responsibilities.

f. Issuance of guidelines for a safety and health program.

g. Prescription of recordkeeping and reporting requirements.

h. Provision of consulting services to Federal agencies in adoption of standards, training agency personnel, and in other matters.

i. Upon request and subject to reimbursement, performance of such services as evaluation of safety and health conditions in the agency, recommendation on the adoption of standards, inspection of facilities for safety and health hazards, and training of agency personnel in safety and health matters.

j. Evaluation of agency programs and report of the condition to the President. This item in the executive order gives to the Secretary of Labor a degree of enforcement of safety and health rules and regulations within Federal agencies.

k. Section 4 continues the Federal Advisory Council on Occupational Safety and Health. Note that at least one-third of the members are to be labor representatives.

14.1.1 Occupational Safety and Health Administration Regulations

The Occupational Safety and Health Act of 1970 covers laboratory workplaces as well as industrial and manufacturing workplaces (1). Many large laboratories have already come under the scrutiny of the Occupational Safety and Health Administration (OSHA); small and medium-sized laboratories can expect direct involvement in the future.

The 1970 act set up NIOSH within the U.S. Department of Health, Education, and Welfare. NIOSH provides OSHA with the scientific information it needs to effectively perform its regulatory function.

The initial OSHA regulations were, and in some measure still are, a collection of many well-established standards taken from industry and from standards-making groups. The American National Standards Institute, the National Safety Council, the National Fire Protection Association, and the American Society for Testing and Materials were some of the prime sources for these OSHA standards. Certain existing State health and safety regulations that predated OSHA were used to develop the Federal OSHA regulations.

Efforts are continually underway to refine and quantify current OHSA regulations through court decisions resulting from appeals of compliance citations, through continuing reviews of standards by OSHA safety compliance officers, through the work of NIOSH, and through internal reviews.

Because of the continual publication of revisions of the regulations consisting of refinements and clarifications, as well as dissemination of newly issued regulations, laboratory operators must expend great efforts to keep strictly up to date. What was permitted yesterday may not be permitted today.

The first place to start in keeping up to date on OSHA regulations is to obtain a copy of the Federal or State regulations that apply. In States not operating their own OSHA function, copies of applicable regulations are usually available without charge from the local office of the U.S. Department of Labor. In other States, copies of their regulations are available from similar State offices and boards either free or at a nominal charge. In either case, appropriate steps must be taken to keep up to date on revisions and reissues. Usually this means getting on a mailing list for automatic receipt of this material as it is published. Because entire sections of the regulations may be reissued to incorporate only a few changes, it is usually necessary to completely study these reissues to determine the actual change that has been made.

As OSHA moves more into the complicated areas of chemical and biological laboratory workplaces, the level of the compliance inspector's knowledge must be increased accordingly.

14.1.2 Federal and State OSHA

There is no completely identical OSHA standard in force throughout the United States.

A provision of the act of 1970 permits Federal OSHA to certify individual State OSHA operations when they are satisfied that applicable State regulations and compliance enforcement methods fulfill the provisions of the Federal act (1).

While many State OSHA applications are in process, the following States and territories are certified or at least provisionally certified to permit their own OSHA operation:

Alaska
Arizona
California
Colorado
Connecticut
Hawaii
Indiana
Iowa
Kentucky
Maryland
Michigan
Minnesota
Nevada
North Carolina
Oregon
South Carolina
Tennessee
Utah
Vermont
Washington
Wyoming
Virgin Islands

All other states and territories are under Federal OSHA jurisdiction.

Even though the Federal Government supports 50 percent of the cost of State OSHA programs, these States apparently would prefer that the Federal Government take on the entire cost burden for them.

An important difference between Federal and State OSHA operations lies in their jurisdictions. While State OSHAs are responsible for State-operated workplaces, Federal OSHA can only inspect Federal workplaces. It cannot enforce compliance. There is, however, a current effort by the General Accounting Office to urge Congress to remove this restriction on Federal OSHA's effectiveness in dealing with Federal workplaces.

While Federal OSHA is not permitted to offer a consulting service, most State OSHAs can and do. Some who were unaware of this difference have called local Federal OSHA offices for advice. All they succeeded in doing was to invite an inspection. Normally, however,

inspections of facilities, be they manufacturing or laboratories, are triggered by an employee's complaint or an accident report, either as required by law or through police, fire, or hospital channels.

Reactions to OSHA operations vary widely. Many laboratories have been cited for violations and have been heavily fined. Yet Dr. David Pettit, Technical Director of Kelco's operations in San Diego, says, "We feel that OSHA standards are not unrealistic, just good laboratory practice."

14.2 EPA Policy on Laboratory Safety

EPA has issued an Occupational Safety and Health Manual (3) in which policy, responsibilities, accident reporting, inspections, standards, and training are described. The Agency has also issued a Safety Management Manual (4) that contains information on safety protection plans at EPA facilities and air, water, and road safety.

The EPA Occupational Safety and Health Manual (3) establishes policy, responsibilities, and procedures for the conduct of the EPA safety and health program.

The policy of EPA is to administer its programs in a manner that assures adequate protection of its own employees and property, and that for which it has a responsibility. *Every* manager, supervisor, and employee is responsible for identifying risks, hazards, and unsafe situations or practices and for taking steps to insure adequate safety in the activities under his supervison.

A facility safety officer designated for each unit must be responsible for assisting the officer-in-charge in developing, organizing, directing, and evaluating the safety and health program and coordinating illness and inquiry reporting and recordkeeping requirements; analyzing accidents and injuries for prevention and control; and providing technical advice in the implementation of program standards and policy.

Safety in any laboratory requires continuing attention. Use of new or different techniques, chemicals, and equipment requires careful reading, instruction, and supervision, and may require consultation with other people with special knowledge or experience.

Prevention of laboratory accidents requires positive attitudes toward safety and training, and suitable information for understanding laboratory and chemical hazards and their consequences.

Responsibility for safety within the laboratories for an organization may be considered to exist at three different levels—individual, supervisory (or instructional), and organizational (or institutional).

The division of responsibility needs to be clearly assigned and accepted, steps need to be taken to see that the responsibilities are exercised, and the assignments need to be reassessed if unexpected problems develop.

Each individual who works in a laboratory is responsible for learning the health and safety hazards of the chemicals he will be using or producing, and the hazards that may occur from

the equipment and techniques he will employ, so that he can design his setup and procedures to limit the effects of any accident. The individual should investigate any accident that occurs, and record and report the apparent causes and the preventive measures that may be needed to prevent similar accidents.

The supervisor has the responsibility for giving all the necessary directions, including the safety measures to be used, and the responsibility of seeing that employees carry out their individual responsibilities. Whoever directs the activities of others has a concurrent responsibility to prevent accidental injuries from occurring as a result of the activities.

The organization of which the laboratories are part has a fundamental responsibility to provide the facilities, equipment, and maintenance for a safe working environment and to provide an organized program to make the improvements necessary for a safe working environment. Unless the organization fulfills its responsibilities, it cannot expect its supervisors, employees, or students to fulfill their responsibilities for laboratory safety.

The Environmental Protection Agency has a designated safety and health official who is responsible for assuring that formal safety and health inspections are conducted at all EPA workplaces. He will notify the Administrator regarding uncorrected safety and health deficiencies.

14.2.1 Formal Safety Inspections

Formal safety and health inspections at workplaces where there is an increased risk of accident, injury, or illness because of the nature of the work performed, as in the case of chemical operations and material-handling or material-loading operations, must be made by a safety and health specialist. A "Safety and Health Specialist" is defined in 29 CFR 1960.2(h) as a person who meets the Civil Service standards for the position of Safety Manager/Specialist GS-018, Safety Engineer GS-803, Fire Protection Engineer GS-804, Industrial Hygienist GS-690, Fire Protection Specialist/Marshall GS-081, or Health Physicist GS-1306, or who is an employee of an equally qualified military agency or nongovernment organization.

Formal safety and health inspections need not be made by a safety and health specialist at workplaces where there is little risk involved, but should be conducted by a person having sufficient training and experience in the safety and health needs of the workplaces involved to adequately perform the duties of an inspector as set forth in Executive Order 11807. Inspectors should be accompanied on formal safety and health inspections by representatives of the officer in charge of the reporting unit being inspected and representatives of the employees of such establishments. Management and employee representatives should be familiar with and maintain OSHA standards.

To insure safe and healthful working conditions for EPA employees, safety and health inspectors are authorized to enter without delay and at reasonable times, any building, installation, facility, construction site, or other area, workplace, or environment where work is performed by employees of the Agency, to inspect and investigate during regular working hours and at other reasonable times, and within reasonable limits and in a reasonable manner, any such place of employment and all pertinent conditions, structures, machines,

apparatus, devices, equipment, and materials therein; and to question privately any employee, or any supervisory employee, or any officer in charge of a reporting unit.

14.2.2 Informal Safety Inspections

An informal safety and health inspection is performed on either a scheduled or unscheduled basis by the facility safety officer, regional safety officer, supervisory management, or members of a safety and health committee. EPA Form 1440-2, Health and Safety Inspection Checklist (fig. 14-1), shall be used by the inspector or spokesman of a safety and health committee conducting the inspection to note safety and health deficiencies identified during the inspection process.

A more detailed checklist for safety evaluation of the laboratory is given in appendix A. This inspection list contains many specific recommendations and guidelines for laboratory safety.

14.3 Laboratory Safety Practices*

14.3.1 Introduction

14.3.1.1 Safe Use, Handling, and Storage of Chemicals

Chemicals in any form can be safely stored, handled, and used if their hazardous physical and chemical properties are fully understood and the necessary precautions, including the use of proper safeguards and personal protective equipment are observed.

The management of every unit within a manufacturing establishment must give wholehearted support to a well-integrated safety policy.

14.3.1.2 General Rules for Laboratory Safety

Supervisory personnel should think "safety." Their attitude toward fire and safety standard practices is reflected in the behavior of their entire staff.

A safety program is only as strong as the worker's will to do the correct things at the right time.

The fundamental weakness of most safety programs lies in too much lip service to safety rules and not enough action in putting them into practice.

Safety practices should be practical and enforceable.

Accident prevention is based on certain common standards of education and training of personnel, and provision of safeguards against accidents.

---

*This description was prepared by Paul F. Hallbach, Chemist, National Training and Operational Technology Center, U.S. EPA, Cincinnati, Ohio 45268.

HEALTH AND SAFETY INSPECTION CHECKLIST

INSPECTION CONDUCTED BY	TITLE	DATE

NAME/NUMBER OF BUILDING INSPECTED *(Use separate form for each building)*	REPORTING UNIT

PART I. PHYSICAL CONDITIONS *(Check each applicable item)*

ITEM	SAT	UNSAT	ITEM	SAT	UNSAT
1. HOUSEKEEPING AND SANITATION			18. ELECTRICAL AND ELECTRONIC EQUIPMENT		
2. NON-HAZARDOUS MATERIALS STORAGE			19. WATER *(anti-syphone and cross-connections)*		
3. HAZARDOUS MATERIALS STORAGE			20. ELECTRICAL *(fuses, grounding, etc.)*		
4. MATERIALS HANDLING EQUIPMENT			21. COMPRESSED GAS CYLINDERS		
5. AISLES AND WALKWAYS			22. STRUCTURAL CONDITION OF BUILDING		
6. LADDERS AND STAIRS			23. PARKING AREA		
7. FLOORS, PLATFORMS AND RAILINGS			24. MOTOR VEHICLES		
8. EGRESS			25. PORTABLE TOOLS		
9. LIGHTING			26. PROTECTIVE CLOTHING AND EQUIPMENT		
10. VENTILATION			27. HAZARDOUS WARNING SIGNS		
11. FLAMMABLE OR NOXIOUS DUST OR VAPORS			28. EMISSION OF POLLUTANTS *(air, fluid, solids)*		
12. HAZARDOUS BIOLOGICAL AGENTS			29. OCCUPATIONAL NOISE EXPOSURE		
13. FIRE DETECTION DEVICES			30. MEDICAL SERVICES, INCLUDING FIRST AID		
14. FIRE ALARM SYSTEM			31. PROVISIONS FOR HANDICAPPED		
15. FIRE SUPRESSION *(including extinguishers)*			32. OTHER		
16. MECHANICAL EQUIPMENT					
17. MACHINE GUARDS AND SAFETY DEVICES					

PART II. PROCEDURES AND INSTRUCTIONS *(Check each applicable item)*

33. MATERIALS HANDLING			45. FIELD OPERATIONS, OTHER		
34. MOTOR VEHICLE OPERATION			46. SAFETY COMMITTEE ACTIVITY		
35. BUILDING MAINTENANCE			47. FEDERAL SAFETY COUNCIL PARTICIPATION		
36. EQUIPMENT MAINTENANCE			48. EMPLOYMENT REPRESENTATION IN SAFETY AND HEALTH PROGRAM		
37. USE OF PROTECTIVE CLOTHING AND EQUIPMENT			49. JOB ORIENTATION		
38. HAZARD MONITORING EQUIPMENT *(carbon monoxide, radiation, etc.)*			50. JOB TRAINING, INCLUDING SAFETY AND HEALTH		
39. FACILITY SELF-PROTECTION PLAN			51. SAFETY PROMOTIONAL AND MOTIVATIONAL ACTIVITIES		
40. LABORATORY OPERATIONS					
41. BOATING OPERATIONS			52. PERIODIC PHYSICAL EXAMINATIONS		
42. DIVING OPERATIONS			53. OTHER		
43. AVIATION OPERATIONS					
44. CRAFTS AND SHOPS OPERATIONS					

REMARKS *(Continue on back if necessary)* (NOTE: *Use EPA Form 1440-6 to document in detail each unhealthful or unsafe condition)*

EPA Form 1440-2 (Rev. 5-77) PREVIOUS EDITION MAY BE USED UNTIL SUPPLY IS EXHAUSTED

Figure 14-1. Health and safety inspection checklist.

14.3.2 Laboratory Design and Equipment

14.3.2.1 Type of Construction

The construction of the laboratory should generally be fire resistant or noncombustible.

Multiple story buildings should have adequate means of exit.

Stairways should be enclosed with brick or concrete walls.

Laboratories should have adequate exit doors to permit quick, safe escape in an emergency and to protect the occupants from fires or accidents in adjoining rooms. Each room should be checked to make sure there is no chance of a person being trapped by fire, explosions, or release of dangerous gases.

Laboratory rooms in which most of the work is performed with flammable liquids or gases should be provided with explosion-venting windows.

14.3.2.2 Arrangement of Furniture and Equipment

Furniture should be arranged for maximum use of available space and should provide working conditions that are efficient and safe.

Aisles between benches should be at least 4 ft wide to provide adequate room for passage of personnel and equipment.

Desks should be isolated from benches or adequately protected.

Every laboratory should have an eyewash station and a safety shower.

14.3.2.3 Hoods and Ventilation

Adequate hood facilities should be installed where highly toxic or highly flammable materials are used.

Hoods should be ventilated separately and the exhaust should be terminated at a safe distance from the building.

Makeup air should be supplied to rooms or to hoods to replace the quantity of air exhausted through the hoods.

Hood ventilation systems are best designed to have an airflow of not less than 60 ft/min (linear) across the face of the hood with all doors open, and 150 ft/min (linear) if toxic materials are involved.

Exhaust fans should be sparkproof if exhausting flammable vapors and corrosive resistant if handling corrosive fumes.

Controls for all services should be located at the front of the hood and should be operable when the hood door is closed.

All laboratory rooms should have the air changed continuously at a rate depending on the materials being handled.

Recent California OSHA regulations require the presence of a means of visual indication of the existence of the airflow in the hood and specify the height and type of hood exhaust permitted.

14.3.2.4 Electrical Services

Electrical outlets should be placed outside of hoods to afford easy access and thus protect them from spills and corrosion by gases.

Noninterchangeable plugs should be provided for multiple electrical services.

Adequate outlets should be provided and should be of the three-pole-type to provide for adequate grounding.

Rubber or nonconductive composition shoe soles should be required (except when flammable vapors are present). Shoe soles should not be of a type that readily absorbs water or other liquids.

14.3.2.5 Storage

Laboratories should provide for adequate storage space for mechanical equipment and glassware that will be used regularly.

Flammable solvents should not be stored in glass bottles over 1 l in size. Large quantities should be stored in metal safety cans. Quantities requiring containers larger than 1 gal should be stored outside the laboratory.

Explosionproof refrigerators should be used for the storage of highly volatile and flammable solvents.

Cylinders of compressed or liquefied gases should not be stored in the laboratory.

Alphabetized storage of chemicals should be avoided to prevent the unintentional mixing of two incompatible chemicals in an accident situation.

An appropriate antidote must be readily available for every stored chemical compound for which an antidote is specified.

14.3.2.6 Housekeeping

Housekeeping plays an important role in reducing the frequency of laboratory accidents. Rooms should be kept in a neat and orderly condition. Floors, shelves, and tables should be kept free from dirt and from all apparatus and chemicals not in use.

A cluttered laboratory is a dangerous place to work. Maintenance of a clean and orderly work space is indicative of interest, personal pride, and safetymindedness.

Passageways should be kept clear to all building exits and stairways.

Metal containers should be provided for the disposal of broken glassware and should be properly labeled.

Separate approved waste disposal cans should be provided for the disposal of waste chemicals.

Flammable liquids not miscible with water and corrosive materials or compounds that are likely to give off toxic vapors should never be poured into the sink.

Laboratory operators must be sure that unguarded rotating equipment such as belt-driven vacuum pumps is provided with guards all the way around and that the guards are always in place.

Whenever heavy laboratory equipment must be moved frequently, rollers should be provided. In other cases, proper lifting equipment should be available.

14.3.2.7 Fire Protection

Laboratory personnel should be adequately trained regarding pertinent fire hazards associated with their work.

Personnel should know rules of fire prevention and methods of combating fires.

Fire extinguishers (CO_2 type) should be provided at convenient locations and personnel should be instructed in their use.

Automatic sprinkler systems are effective for the control of fires in chemical laboratories.

14.3.2.8 Alarms

An *approved* fire-alarm system should be provided.

Wherever a hazard of accidental release of toxic gases exists, a gas alarm system to warn occupants to evacuate the building should be provided.

Gas masks of oxygen or compressed-air-type should be located near exits and selected personnel trained to use them.

14.3.3 Handling Glassware

14.3.3.1 Receiving, Inspection, and Storage

Packages containing glassware should be opened and inspected for cracked or nicked pieces, pieces with flaws that may become cracked in use, and badly shaped pieces.

Glassware should be stored on well-lighted stockroom shelves designed and having a coping of sufficient height around the edges to prevent the pieces from falling off.

14.3.3.2 Laboratory Practice

Select glassware that is designed for the type of work planned.

To cut glass tubing or a rod, make a straight, clean cut with a cutter or file at the point where the piece is to be severed. Place a towel over the piece to protect the hands and fingers, then break away from the body.

Large size tubing is cut by means of a heated nichrome wire looped around the piece at the point of severance.

When it is necessary to insert a piece of glass tubing or a rod through a perforated rubber or cork stopper, select the correct bore so that the insertion can be made without excessive strain.

Use electric mantels for heating distillation apparatus, etc.

To remove glass splinters, use a whisk broom and a dustpan. Very small pieces can be picked up with a large piece of wet cotton.

14.3.4 Gases and Flammable Solvents

14.3.4.1 Gas Cylinders

Large cylinders must be securely fastened so that they cannot be dislodged or tipped in any direction.

Connections, gages, regulators, or fittings used with other cylinders must not be interchanged with oxygen cylinder fittings because of the possibility of fire or explosion from a reaction between oxygen and residual oil in the fitting.

Return empty cylinders promptly with protective caps replaced.

14.3.4.2 Flammable Solvents

Store in well-ventilated designated areas.

Flash point: the temperature at which a liquid gives off vapor sufficient to form an ignitible mixture with the air near the surface of the liquid or within the vessel used.

Ignition temperature: the minimum temperature required to initiate or cause self-sustained combustion independently of the heating or heated element.

Explosive or flammable limits: for most flammable liquids, gases, and solids there is a minimum concentration of vapor in air or oxygen below which propagation of flame does not occur on contact with a source of ignition. There is also a maximum proportion of vapor or gas in air above which propagation of flame does not occur. These limit mixtures of vapor or gas with air, which if ignited will just propagate flame, are known as the "lower and higher explosive or flammable limits."

Explosive range: the difference between the lower and higher explosive or flammable limits, expressed in terms of percentage of vapor or gas in air by volume.

Vapor density: the relative density of the vapor as compared with air.

Underwriter's Laboratories classification: a standard classification for grading the relative hazard of the various flammable liquids. This classification is based on the following scale:

Ether class	100
Gasoline class	90 to 100
Alcohol (ethyl) class	60 to 70
Kerosene class	30 to 40
Paraffin oil class	10 to 20

Extinguishing agents that are appropriate for each of the four classes of fires are required.

14.3.5 Chemical Hazards

14.3.5.1 Acids and Alkalies

Some of the most hazardous chemicals are the strong or mineral acids such as hydrochloric, hydrofluoric, sulfuric, and nitric.

Organic acids are less hazardous because of their comparatively low ionization potentials; however, such acids as phenol (carbolic acid), hydrocyanic, and oxalic are extremely hazardous because of their toxic properties.

Classification of acids is according to mineral or organic composition. Acids should be stored together, except that perchloric acid should not be placed next to glacial acetic acid. Picric acid should be stored separately.

14.3.5.2 Oxidizing Materials

Oxidizing agents, in contact with organic matter, can cause explosions and fire. They are exothermic and decompose rapidly, liberating oxygen, which reacts with organic compounds.

Typical hazardous oxidizing agents are—

Chlorine dioxide
Sodium chlorate; chlorates
Potassium chromate
Chromium trioxide
Perchloric acid; perchlorates

14.3.5.3 Explosive Power

Many chemicals are explosive or form compounds that are explosive and should be treated accordingly.

A few of the more common examples of this class of hazardous materials are—

Acetylides
Silver fulminate

Peroxides
Peracetic acid
Nitroglycerine
Picric acid
Chlorine and ethylene
Sodium metal
Calcium carbide

14.3.5.4 Toxicity

Laboratory chemicals improperly stored or handled can cause injury to personnel by virtue of their toxicity.

There are four types of exposure to chemicals:

a. Contact with the skin and eyes

b. Inhalation

c. Swallowing

d. Injection

Special classes of toxic agents:

a. Carcinogens—laboratory operators should recheck the OSHA 1974 regulations on carcinogens.

b. Mercury—complete cleaning of spills is essential for compliance with OSHA limits.

14.3.6 Precautionary Measures

14.3.6.1 Clothing and Personal Protective Equipment

Chemical laboratories should have special protective clothing and equipment readily available for emergency use and for secondary protection of personnel working with hazardous materials.

Equipment should be provided for adequate—

a. Eye protection

b. Body protection

c. Respiratory protection

d. Foot protection

e. Hand protection

14.3.6.2 Bodily Injury

Burns, eye injuries, and poisoning are the injuries with which laboratory people must be most concerned.

First emphasis in the laboratory should be on preventing accidents. This means observing all recognized safe practices using necessary personal protective equipment and exercising proper control over poisonous substances at the source of exposure.

So that a physician can be summoned promptly, every laboratory should post the names, telephone numbers, and addresses of doctors to be called in an emergency requiring medical care.

A consulting physician should specify the type and extent of first aid materials required for the laboratory.

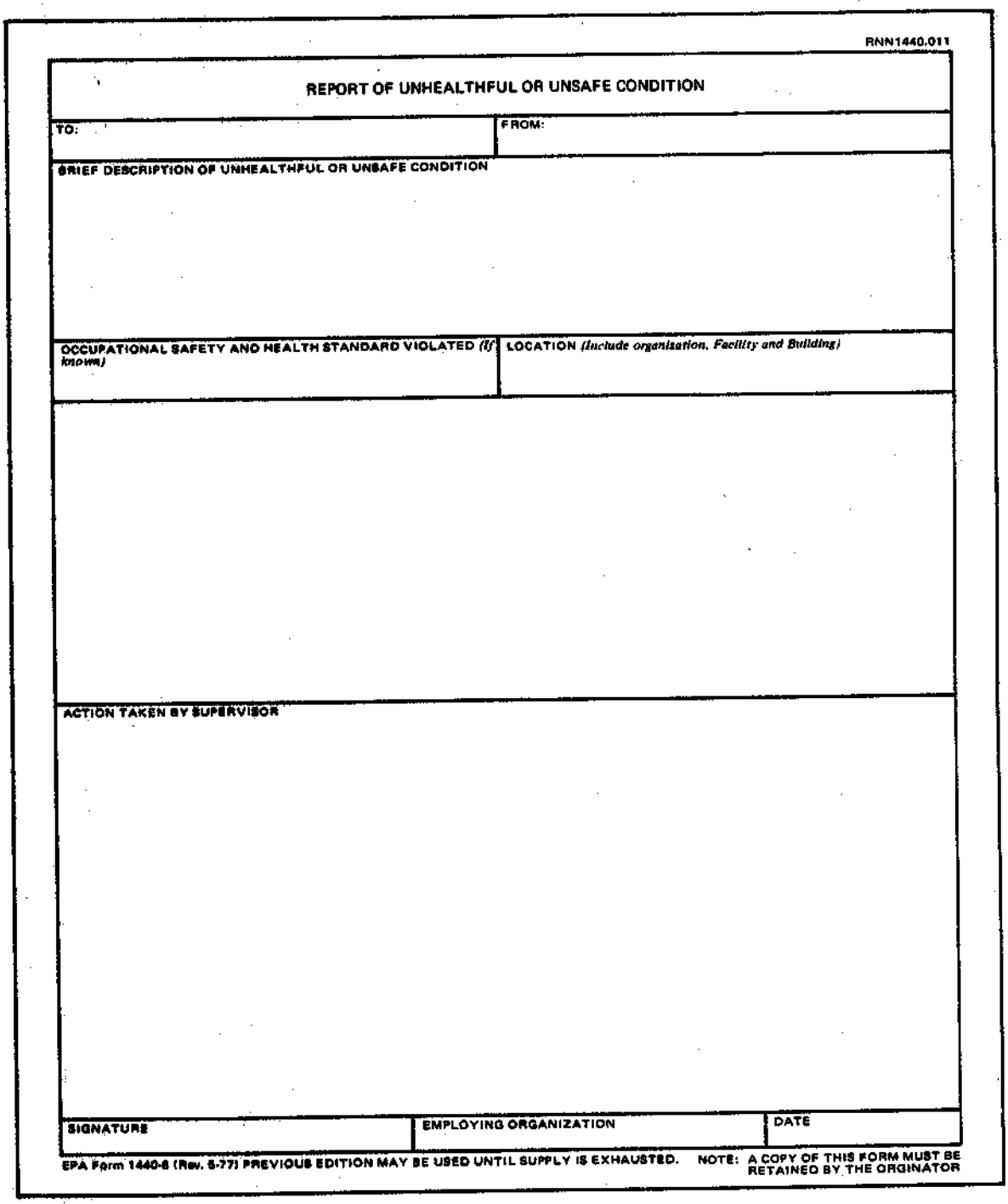
14.4 Report of Unsafe or Unhealthful Condition

In EPA a procedure has been established for reporting an unsafe or unhealthful condition by the employee or supervisor. The procedure also provides for communication between the employees; supervisors; safety official; head of the unit; and, in the case of an unresolved report, the Department of Labor.

A sample of an unsafe or unhealthful condition reporting form is shown in figure 14-2, and a sample notice of an unhealthful or unsafe condition is shown in figure 14-3.

14.5 References

1. Public Law 91-596, Occupational Safety and Health Act of 1970 (Dec. 29, 1970).
2. Occupational Safety and Health Manual, U.S. EPA (Jan. 8, 1976).
3. Safety Management Manual, U.S. EPA, TN 1440.1 (Dec. 4, 1972).



RNN1440.011

REPORT OF UNHEALTHFUL OR UNSAFE CONDITION

TO:

FROM:

BRIEF DESCRIPTION OF UNHEALTHFUL OR UNSAFE CONDITION

OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH STANDARD VIOLATED *(If known)*

LOCATION *(Include organization, Facility and Building)*

ACTION TAKEN BY SUPERVISOR

SIGNATURE

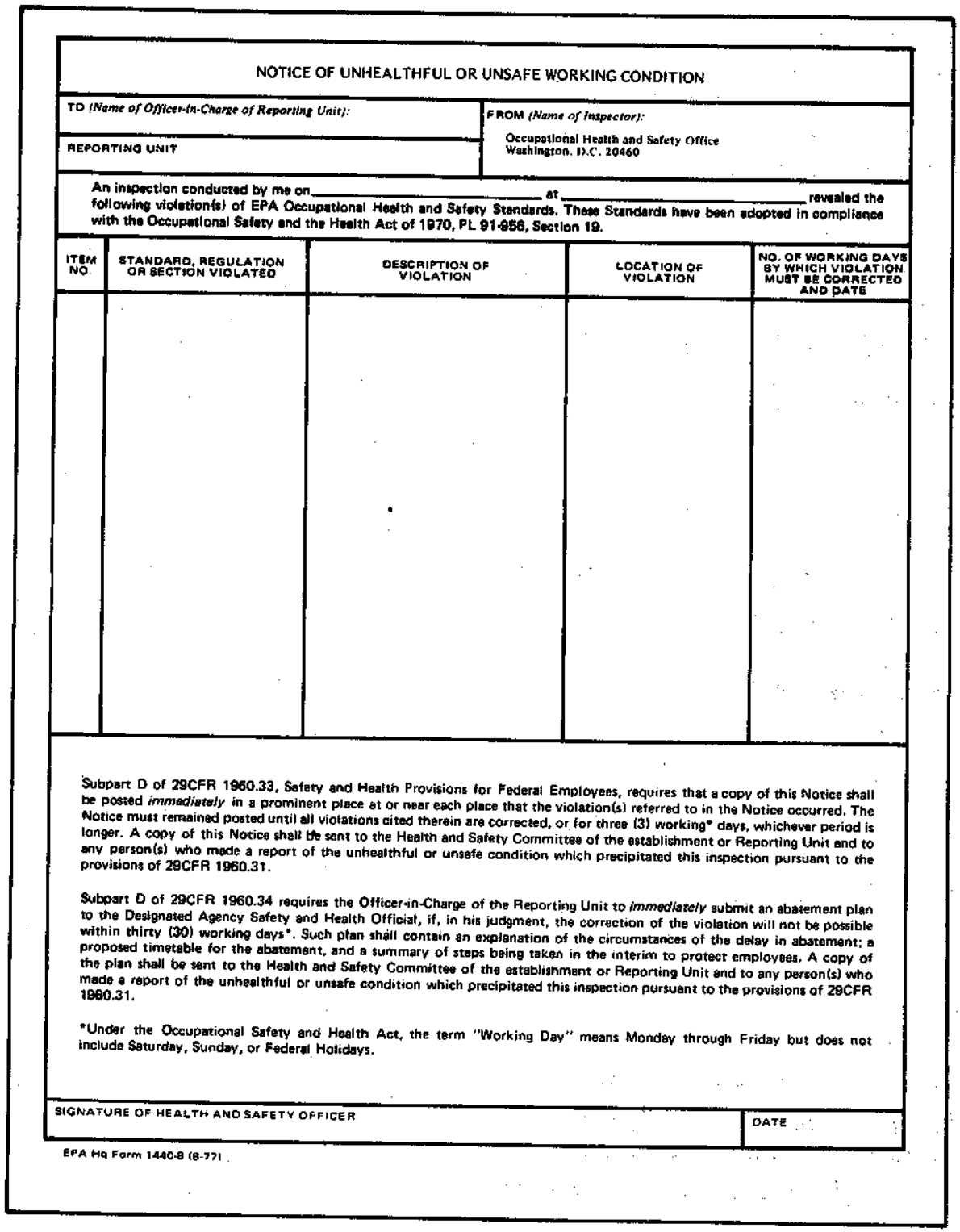
EMPLOYING ORGANIZATION

DATE

EPA Form 1440-6 (Rev. 6-77) PREVIOUS EDITION MAY BE USED UNTIL SUPPLY IS EXHAUSTED.

NOTE: A COPY OF THIS FORM MUST BE RETAINED BY THE ORGINATOR

Figure 14-2. Report of unhealthful or unsafe condition.



NOTICE OF UNHEALTHFUL OR UNSAFE WORKING CONDITION

TO *(Name of Officer-in-Charge of Reporting Unit)*:

REPORTING UNIT

FROM *(Name of Inspector)*:

Occupational Health and Safety Office
Washington, D.C. 20460

An inspection conducted by me on _____ at _____ revealed the following violation(s) of EPA Occupational Health and Safety Standards. These Standards have been adopted in compliance with the Occupational Safety and the Health Act of 1970, PL 91-956, Section 19.

ITEM NO.	STANDARD, REGULATION OR SECTION VIOLATED	DESCRIPTION OF VIOLATION	LOCATION OF VIOLATION	NO. OF WORKING DAYS BY WHICH VIOLATION MUST BE CORRECTED AND DATE

Subpart D of 29CFR 1960.33, Safety and Health Provisions for Federal Employees, requires that a copy of this Notice shall be posted *immediately* in a prominent place at or near each place that the violation(s) referred to in the Notice occurred. The Notice must remained posted until all violations cited therein are corrected, or for three (3) working* days, whichever period is longer. A copy of this Notice shall be sent to the Health and Safety Committee of the establishment or Reporting Unit and to any person(s) who made a report of the unhealthful or unsafe condition which precipitated this inspection pursuant to the provisions of 29CFR 1960.31.

Subpart D of 29CFR 1960.34 requires the Officer-in-Charge of the Reporting Unit to *immediately* submit an abatement plan to the Designated Agency Safety and Health Official, if, in his judgment, the correction of the violation will not be possible within thirty (30) working days*. Such plan shall contain an explanation of the circumstances of the delay in abatement; a proposed timetable for the abatement, and a summary of steps being taken in the interim to protect employees. A copy of the plan shall be sent to the Health and Safety Committee of the establishment or Reporting Unit and to any person(s) who made a report of the unhealthful or unsafe condition which precipitated this inspection pursuant to the provisions of 29CFR 1960.31.

*Under the Occupational Safety and Health Act, the term "Working Day" means Monday through Friday but does not include Saturday, Sunday, or Federal Holidays.

SIGNATURE OF HEALTH AND SAFETY OFFICER

DATE

EPA Hq Form 1440-8 (8-77)

Figure 14-3. Notice of unhealthful or unsafe condition.

APPENDIX A

SUGGESTED CHECKLIST FOR THE SAFETY EVALUATION OF EPA LABORATORY AREAS

Organization: _____ Date: _____

Location: _____ Building: _____

Room(s): _____ By: _____

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
Fire Prevention				
1. Is fire alarm facility available? [.36(b)(7)]				
2. Are all exits maintained to provide free and unobstructed egress from all parts of building? [.36(b)(4)]				
3. Are all exits free of locks or fastening devices that could prevent free escape? [.36(b)(4)]				
4. a. Is the fire detection system in working order? b. Is the sprinkler system in working order? c. Are fire doors in working order? [.36(d)(2)]				
5. Are corridors and hallways at least 44 in wide? [.37(h)(1)]				
6. Do all exits discharge directly to a street, yard, court, or other open space? [.37(h)(1)]				
7. Are all exits marked by proper sign and illuminated? Are letters in sign not less than 6 in high, 3/4 in wide? [.37(q)(8)]				
8. Is access to exits marked in all cases where the exit or the way to reach it is not immediately visible? [.37(q)(5)]				
9. Is care taken to insure that no exit signs are obscured by decorations, furniture, or equipment? [.37(q)(3)]				
10. Is exit access arranged so that it is not necessary to travel toward any high hazard area to escape? [.37(f)(5)]				

Note: Adapted from a safety inspection work sheet developed by the Center for Disease Control (CDC). The pertinent section of the Code of Federal Regulations, title 29, part 1910 is given within brackets at the end of each item.

Listed below are explanations given by OSHA to questions that are not immediately clear on the safety checklist for laboratory areas. Each explanation is numbered according to the corresponding question on the facing page.

1. Self-explanatory.

2. Self-explanatory.

3. At no time should an exit door be locked or fastened in a manner that prevents it from being *immediately* opened from the inside of the building in the event of emergency. Safety inspectors should check all doors marked "EXIT" to insure that they can be readily opened.

4a,b. The building manager should conduct periodic tests (as recommended by the manufacturer or as required by local code) to insure proper working order of the fire detection system and the automatic sprinkler system.

4c. Fire doors are designed to be closed in the event of fire. Automatic fire doors normally remain open; however, the heat produced by a fire will cause them to close. Regular fire doors are designed to stay closed at all times, except for the passage of personnel. *No fire door should ever be blocked open as this will interfere with its function.* Fire doors are typically used to enclose stairways and to separate buildings and corridors.

5. Self-explanatory.

6. An exit should never discharge into a location that could potentially trap personnel. For example, an exit should not discharge into a closed courtyard.

7. Self-explanatory.

8. A sign reading "EXIT" or similar designation, with an arrow indicating the direction, shall be placed in every location where the direction of travel to reach the nearest exit is not immediately apparent.

9. Self-explanatory.

10. In designing and maintaining exit routes from a building, care should be taken to avoid routing people through or near a high hazard area. An example of a high hazard area is a corridor or room where flammable liquids are stored.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
11. Are aisles maintained clear and unobstructed for movement of personnel and fire-fighting equipment? [.22(b)(1)]				
12. Is all fire protection equipment and apparatus identified with the color red? [.144(a)(1)]				
13. Are portable fire extinguishers maintained fully charged and operable and kept in designated places at all times? [.157(a)(1)]				
14. Are fire extinguishers conspicuously located, readily accessible, and available along normal paths of travel? [.157(a)(2)]				
15. Are extinguishers and locations conspicuously marked to indicate intended usage? [.157(a)(4)]				
16. Are extinguishers mounted so that the top is not more than 5 ft above floor; not more than 3½ ft if weight equals more than 40 lb? [.157(a)(6)]				
17. Are all extinguishers mounted in cabinets placed so that the instructions face outward? [.157(a)(7)]				
18. Are extinguishers available suited to the class of fire anticipated in each area? [.157(b)(1)]				
19. Are extinguishers placed according to distances for proper coverage? Within 75 ft—class A. Within 50 in—class B. [.157(c)]				
20. Are extinguishers inspected, maintained, and replaced by spares when they are discharged or missing? [.157(d)]				
21. Are laboratory rooms with potential fire hazards equipped with proper extinguishers for emergency situations? [.157(b)]				
22. If flammable liquids are used in a laboratory, is the mechanical ventilation sufficient to remove vapors before they reach a hazardous concentration? [.106(e)(2)(iii)]				

11. Self-explanatory.

12. Self-explanatory.

13. Self-explanatory. During a safety inspection *all* fire extinguishers should be checked aginst the requirements of this question.

14. Fire extinguishers should *never* be located in places where they are concealed from general view.

15. Fire extinguishers must be clearly labeled to indicate the type of fire they are capable of fighting. The following code is used to classify types of fires:

    Class A–fires in ordinary combustible materials such as wood, cloth, paper, and rubber
    Class B–fires in flammable liquids, gases, and greases
    Class C–fires that involve energized electrical equipment where the electrical nonconductivity of the extinguishing medium is of importance; when electrical equipment is deenergized, extinguishers for class A or B fires may be safely used
    Class D–fires in combustible metals such as magnesium, titanium, zirconium, sodium, and potassium

16. Inspector should make certain that no fire extinguishers (other than wheeled-type extinguishers) are placed on the floor.

17. Self-explanatory.

18. See explanation to question No. 15 for classification of fire hazards. Fire extinguishers (of more than one type, if necessary) should be selected and located according to anticipated fire hazards.

19. Self-explanatory.

20. Self-explanatory.

21. In certain instances, laboratories can be fire traps. When this is the case, fire extinguishers should be provided *inside* the laboratory so that occupants can fight their way out of a fire emergency. Safety inspectors should check for escape routes to the nearest corridor when considering this question.

22. Self-explanatory.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
23. Are hose outlets within easy reach of persons standing on floor and not over 6 ft from floor? [.158(b)(1)(i)]				
24. Do all connections on dry standpipes have a sign reading "DRY STANDPIPE–FOR FIRE DEPARTMENT USE ONLY"? [.158(b)(7)]				
25. Are automatic sprinkler systems provided with at least one fire department connection with at least 4-in pipe size? [.159(b)(1)]				
26. Are fire department connections designated "AUTO SPKR" or "OPEN SPKR"? [.159(b)(4)(v)]				
27. Is there a water flow detection device on the sprinkler system that will activate the fire alarm? [.159(c)(1)]				
28. Are fire alarm boxes readily accessible and within normal path distance of 200 ft? [.163(b)(3)]				
29. Are all fire alarm systems inspected and tested at weekly intervals? [.163(c)]				
30. Are "NO SMOKING" signs posted in prohibited areas? [.106(d)(7)(iii)]				
Flammable Liquid Storage				
31. Are drums which contain flammable liquids constructed of noncombustible materials? [.106(b)(1)(i)]				
32. Are storage drums vented? [.106(b)(2)(iv)]				
33. Are flammable liquids stored in proper containers? [.106(d)(2)(i)]				
34. Are safety cans and portable containers of flammable liquids painted red with yellow band or name of contents? [.144(a)(1)(ii)]				
35. Are storage cabinets being used for storing flammable liquids? [.106(d)(3)]				
36. Are storage cabinets labeled "FLAMMABLE–KEEP FIRE AWAY"? [.106(d)(3)(ii)]				

23. This question applies to buildings equipped with water and hose standpipe systems. Hose outlets are normally located in stairways or in the corridor immediately outside the stairway.

24. Self-explanatory. The building manager should be able to answer this question.

25. Fire department connections to automatic sprinkler systems are normally located on the outside of the building being protected. The size of the connection is usually embossed on a metal plate or on the connection itself.

26. The designations "AUTO-SPKR" or "OPEN-SPKR" are found embossed on a plate at the fire department connection. Failure to display one of the designations is a violation of OSHA.

27. This question is self-explanatory. The building manager should know if the facility is equipped with a sprinkler waterflow detection device.

28. Self-explanatory.

29. This procedure should be part of a regular maintenance program.

30. The laboratory supervisor shall designate areas where smoking is prohibited and "NO SMOKING" signs shall be placed in these areas.

31. Flammable liquid storage drums should be constructed of steel or some other noncombustible material.

32. Self-explanatory.

33. Flammable liquids may be safely stored in glass containers if the total capacity of the container is 1 gal or less. Larger quantities of flammable liquids should be stored in safety cans approved by a recognized testing laboratory.

34. Self-explanatory.

35. Self-explanatory.

36. Self-explanatory.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
37. Is the storage area provided with either a gravity or mechanical exhaust ventilation system? [.106(d)(4)(iv)]				
38. Are extinguishers available where flammable or combustible liquids are stored? [.106(d)(7)]				
39. Is at least one portable fire extinguisher of rating not less than 12-B units located outside of, but not more than 10 ft from, door opening into room used for storage? [.106(d)(7)(i)(a)]				
40. Is at least one portable fire extinguisher with rating not less than 12-B units located not less than 10 ft nor more than 25 ft from flammable liquid storage located outside of a storage room but inside of a building? [.106(d)(7)(i)(b)]				
41. Are "NO SMOKING" signs posted in the flammable or combustible liquid storage areas? [.106(d)(7)(iii)]				
Electrical Hazards				
42. Are all new electrical installations and all replacements, modifications, or repairs made and being maintained in accordance with the National Electrical Code? [.309]				
43. Does the interior wiring system have a grounded conductor? i.e., three-wire system? [.309—NEC(200-2)]				
44. Do all electrical appliances have Underwriter's Laboratories Inc. approval, or that of some other nationally recognized testing laboratory? [.309—NEC(90-8)]				
45. Are the cords of all electrical equipment in good condition, not frayed or spliced, etc.? [.309—NEC(400-5)]				
46. Are cords used properly (not run under rugs)? [.309—NEC(400-4)]				
47. Is there only one plug-in per socket outlet; i.e., no multiple plug-ins to one socket? [.309—NEC(240-2)]				
48. Are the lighting levels such that good illumination is provided in all walking, working, and service areas to insure safety? [.309—NEC(110-16(e))]				

37. The building manager or engineering department should know the answer to this question.

38. Self-explanatory. Fire extinguishers approved for fighting class B fires should be available in flammable liquids storage areas.

39. This question is self-explanatory but should be reread several times for full comprehension. Fire extinguisher ratings are often stamped on the title plate along with other specifications. *Note:* This question is to be used *only* when inspecting flammable-liquid storage rooms.

40. This question is self-explanatory, but should be reread several times for full comprehension. *Note:* This question is to be used only when inspecting flammable liquid storage *outside* of a special designated room, but inside of a building.

41. Self-explanatory.

42. Prior to adding any new electrical facilities to a laboratory, it is the responsibility of the laboratory supervisor or building manager to check with the electrical contractor to insure that the National Electrical Code is observed. This rule is retroactive to Mar. 15, 1972.

43. All convenience outlets shall be of the three-pronged type. These outlets should be checked with a grounding tester to insure proper wiring.

44. Approved appliances will bear the label of a recognized testing laboratory.

45. Self-explanatory.

46. Self-explanatory.

47. Multiple outlet (cube) adaptors or extension cords with multiple outlet ends should not be used to plug more than one appliance into a single socket.

48. Self-explanatory.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
49. Are circuit breaker panels and cutoff switches located so as to be readily accessible? [.309–NEC(240-25(b)) and (1926.400(e))]				
50. Are all circuit breaker switches marked or labeled? [.309–NEC(240-25(e))]				
Aisles, Exits, Floors, and Stairways				
51. Are all floors kept clean and dry? [.22(a)(2)]				
52. Are all floors, areas, and passageways free from protruding nails, splinters, holes, and loose boards? [.22(a)(3)]				
53. Are aisles and passageways clear of all obstructions and in good repair? [.22(b)(1)]				
54. Are aisles and passageways wide enough to operate equipment safely? [.22(b)(1)]				
55. Is floor loading within *posted* maximum limits? [.22(d)]				
56. Does every floor opening having standard guarded railings? [.23(a)(1)]				
57. Do fixed stairs make an angle to the horizontal between 30° to 50°? [.24(e)]				
58. Are all opensided floors, platforms, ramps, 4 ft above adjacent floor or ground, guarded with railing? [.23(c)(1)]				

49. Circuit breaker cabinets should *never* be locked.

50. Each circuit breaker switch shall be labeled as to the lights, outlets, or appliances it controls.

51. Self-explanatory.

52. Self-explanatory.

53. Self-explanatory.

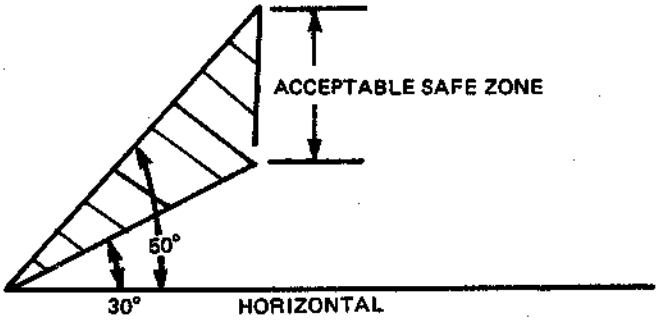
54. Self-explanatory.

55. Safe floor loadings must be *posted* and *observed* in all buildings and on all floors.

56. *Specifications for standard railing:* A standard railing shall consist of a top rail, intermediate rail, and posts. It shall have a vertical height of 42 in nominal from upper surface top rail to floor, platform, runway, or ramp level. The top rail shall be smooth surfaced throughout its length. The intermediate rail shall be approximately halfway between the top rail and the floor, platform, runway, or ramp.

Specifications for standard railing to be used on stairways: A stair railing shall be of construction similar to a standard railing (for a floor opening), but the vertical height shall not be more than 34 in nor less than 30 in from upper surface of top rail to surface of tread in line with face of visor at forward edge of tread.

57. All fixed stairways must rise at an angle within the limits shown:



58. Self-explanatory.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
59. Are flights of stairs having four or more risers equipped with railings or handrails? [.23(d)(1)]				
60. Are stair treads reasonably uniform and slip resistant? [.24(f)]				
61. Are all places kept clean and orderly and in a sanitary condition? [.141(a)(1)(i)]				
62. Are trash receptacles of approved use? [.141(a)(3)]				
63. Is every enclosed work place so constructed and maintained to prevent entrance and harborage of rodents, insects, and vermin? [.141(a)(4)]				
64. Is drinking water potable and available within 200 ft of location at which employees work? [.141(b)(1)(i)]				
65. Are toilet facilities adequate for both sexes and in accordance with regulations listed? [.141(c)(1)]				
66. Are toilet rooms constructed so that each water closet occupies a separate compartment equipped with door, latch, and clothes hanger? [.141(c)(2)(i)]				
67. Does door to toilet room have a self-closing device, and is entrance screened so interior is not visible from outside? [.141(e)(2)(iii)]				
68. Does every water closet have a hinged open-front seat made of nonabsorbent material? [.141(c)(3)(ii)]				
69. Are suitable washing facilities available and maintained in a sanitary condition? [.141(d)(1)]				
70. If employees are allowed to lunch on the premises, is an adequate space provided for that purpose? [.141(g)(2)]				
71. Are adequate waste disposal containers provided? [.141(g)(2)]				
72. Are change rooms provided for each sex where it is necessary to change clothes? [.141(e)(1)]				
73. Are change rooms provided with separate storage facilities for street clothes and protective clothing? [.141(e)]				
74. Are noise levels acceptable? [.95]				

59. Self-explanatory.

60. Stair treads should be free of cracks and other uneven areas.

61. Self-explanatory.

62. Trash receptacles used for garbage disposal should be equipped with tight-fitting lids.

63. Self-explanatory.

64. Self-explanatory.

65. Self-explanatory.

66. Self-explanatory.

67. Self-explanatory.

68. Self-explanatory.

69. Suitable washing facilities consist of a lavatory with hot and cold water, a suitable cleansing agent, and individual hand towels.

70. Self-explanatory. Employees are *not* permitted to eat in *any* laboratory that uses agents that are dangerous to health if ingested. It is the responsibility of the laboratory supervisor to enforce this rule.

71. Self-explanatory.

72. Self-explanatory.

73. Self-explanatory.

74. If any employees are exposed to noise levels greater than 90 dB at any time during the day, a safety expert should be consulted to determine if corrective measures need to be taken.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
75. Is necessary protective equipment provided, used, and maintained in a sanitary, safe, and reliable condition? [.132(a)]				
76. Are eye protectors provided where machines or operations present the hazard of flying objects, glare, liquids, radiation? [.133(a)]				
77. Are sufficient washing facilities (including eye washes and deluge showers) available for all persons required to handle liquids that may burn, irritate, etc.? [.151(c)]				
78. Are employees in the area exposed to air contaminants only in accordance with proper limits? [.134(a)(1)]				
79. Is a respiratory protection program used where needed? [.134(a)(2)]				
80. Are written standard operating procedures governing the selection and use of respirators established? [.134(b)(1)]				
81. Has the user of the respirator been instructed and trained in the proper use and limitations of the respirator? [.134(b)(3)]				
82. Are respirators regularly cleaned, disinfected, inspected, and stored in a convenient, clean, and sanitary location? [.134(b)(5)]				
83. Has the person assigned the task requiring a respirator been determined physically able to perform the work and use the equipment by the local physician? [.134(b)(10)]				
84. Are breathing gas containers marked in accordance with the American National Standards identifying contents? [.134(d)(4)]				
85. Can gas mask canisters be identified by properly worded labels and color code or atmospheric contaminant? [.134(g)(1)]				
86. Is the compressor for supplying air to respirators equipped with necessary safety and standby equipment? [.134(d)(2)(ii)]				

75. Protective equipment, including personal protective equipment, shall be provided, used, and maintained in a sanitary and reliable condition wherever work-associated hazards may cause injury or impairment in function of any part of the body through absorption, inhalation, or physical contact. Laboratory supervisors should recognize such hazards and take the action necessary to insure that employees use adequate personal protection to avoid injury.

76. Safety glasses or goggles may be obtained through the CDC Safety Office.

77. All laboratories using liquids that may burn or irritate must be equipped with some type of emergency eye wash equipment.

78. If laboratory supervisors have any questions concerning safety concentrations of air contaminants, they should contact the CDC Office of Biosafety.

79. Respirators that are applicable and suitable for the purpose intended shall be provided when such equipment is necessary to protect the health of employees. The CDC Office of Biosafety will provide the proper respirators for a given hazard.

80. Self-explanatory.

81. Self-explanatory.

82. Self-explanatory. Respirators should be cleaned and disinfected after each use.

83. Self-explanatory.

84. Self-explanatory.

85. Self-explanatory.

86. Compressors for breathing air should be equipped with receivers of sufficient capacity to enable the respirator wearer to escape from a contaminated atmosphere in the event of compressor failure; alarms to indicate compressor failure and overheating shall be installed in the system.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
87. Is each employee who works in an area where radioactive material is used furnished and wearing film badge? [.96(d)(2)]				
88. Is radiation exposure of individuals to the body limited to 1¼ rems per calendar quarter? [.96(b)]				
89. Is each radiation area posted with the proper radiation caution sign? [.96(e)(2)]				
90. Are all radiation area employees instructed in the safety problems, precautions, and devices to minimize exposure? [.96(i)]				
91. Are records maintained of the radiation exposure of all employees who are monitored? [.96(n)]				
92. Are radioactive materials stored and disposed properly? Are storage containers labeled? [.96(j,k)]				
Compressed Gases				
93. Is each portable gas container for gases such as hydrogen legibly marked with the name of contents? [.252(a)(2)(i)(a)]				
94. Are compressed gas cylinders determined in safe condition by visual and other inspection required in regulations? [.101(a)]				
95. Does the compressed gas cylinder or tank have an installed pressure relief device? [.101(c)]				
96. Are all compressed gas cylinders stored and secured so they cannot fall? [.252(a)(2)(ii)(b)]				
97. Are protection caps in place on compressed gas cylinders except when in use? [.252(a)(2)(ii)(d)]				
98. Is each mobile hydrogen supply unit secured to prevent movement? [.103(b)(1)(iv)(e)]				
99. Is the hydrogen storage area permanently marked "HYDROGEN–FLAMMABLE GAS–NO SMOKING OR OPEN FLAMES"? [.103(b)(1)(v)]				

87. Self-explanatory.

88. Self-explanatory.

89. Self-explanatory.

90. Self-explanatory.

91. Self-explanatory.

92. Self-explanatory.

93. Self-explanatory.

94. Deep dents or heavy corrosion of a gas cylinder might indicate a dangerous situation.

95. Self-explanatory.

96. When either storing or moving a compressed gas cylinder, care must be taken to prevent the cylinder from falling. OSHA requires that compressed gas cylinders either be chained or strapped in an upright position at all times.

97. Self-explanatory.

Preface to Questions 98 through 107

A gaseous hydrogen system is one in which the hydrogen is delivered, stored, and discharged in the gaseous form to the consumer's piping. The system includes stationary or movable containers, pressure regulators, safety relief devices, manifolds, interconnecting piping, and controls. The system terminates at the point where hydrogen at service pressure first enters the consumer's distribution piping. Systems having a total hydrogen content of less than 400 ft^3 are *not* covered by the following questions.

98. Mobile supply units should be strapped or chained to prohibit movement.

99. Self-explanatory.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
100. Is the hydrogen system in an adequately ventilated area? [.103(b)(2)(ii)(d)(1)]				
101. Is the hydrogen system 20 ft from stored flammable materials or oxidizing gases? [.103(b)(2)(ii)(d)(2)]				
102. Is it 25 ft from open flames, electrical equipment, or other sources of ignition? [.103(b)(2)(ii)(d)(3)]				
103. Is it 25 ft from concentrations of people? [.103(b)(2)(ii)(d)(4)]				
104. Is it 50 ft from intakes of ventilation or air-conditioning equipment and air compressors? [.103(b)(2)(ii)(d)(5)]				
105. Is it 50 ft from other flammable gas storage? [.103(b)(2)(ii)(d)(6)]				
106. Is it protected from damage due to falling objects or working activity in the area? [.103(b)(2)(ii)(d)(7)]				
107. Are safety relief devices arranged to discharge upward and unobstructed to the open air and prevent impingement of gas upon container, adjacent structure, or personnel? [.109(b)(1)(ii)(b)]				
Storage				
108. Is storage of material stable and secure against sliding, collapse, falls, or spills? [.176(b)]				
109. Are storage areas kept free from accumulation of materials that constitute hazards from tripping, fire, explosion, or pest harborage? [.176(e)]				
110. Are dangerous parts of machines or energized equipment, which may injure, colored orange where exposed? [.144(a)(2)]				
111. Is yellow the color used for designating physical hazards and caution in the particular environment? [.144(a)(3)]				
112. Is the color green used to designate "SAFETY" and location of first aid equipment? [.144(a)(4)]				
113. Is purple the color used to designate radiation hazards? [.144(a)(6)]				
114. Are the colors black and white used for traffic and housekeeping markings? [.144(a)(7)]				

100. Self-explanatory.

101. Self-explanatory.

102. Self-explanatory.

103. Self-explanatory.

104. Self-explanatory.

105. Self-explanatory.

106. Self-explanatory.

107. Self-explanatory.

108. Self-explanatory but very *important*.

109. Self-explanatory.

110. Self-explanatory.

111. Self-explanatory.

112. Self-explanatory.

113. Self-explanatory.

114. Self-explanatory.

Item Inspected	Yes	No	N.A.	Comments
115. Are all accident prevention signs used to minimize workplace hazards? [.145(e)(e)]				
116. Are all exposed steam and hot water pipes within 7 ft of floor or working platform covered with an insulating material or guarded? [.264(e)(4)(iii)]				
117. At all loading docks employing powered industrial trucks, are wheel chocks used to prevent trailers or railroad cars from rolling? [.178(k)(1)]				
118. Is medical help readily available through personnel and first aid supplies approved by consulting physician? [.151(b)]				

115. Self-explanatory.

116. Self-explanatory.

117. Self-explanatory.

118. In the absence of an infirmary, clinic, or hospital in near proximity to the workplace that is used for treating all injured employees, a person or persons shall be adequately trained to render first aid. First aid supplies approved by the consulting physician shall be readily available.

TECHNICAL REPORT DATA
(Please read Instructions on the reverse before completing)

1. REPORT NO.	2.	3. RECIPIENT'S ACCESSION NO.
EPA-600/4-79-019		

4. TITLE AND SUBTITLE	5. REPORT DATE
Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories	March 1979 issuing date
	6. PERFORMING ORGANIZATION CODE
7. AUTHOR(S)	8. PERFORMING ORGANIZATION REPORT NO.
Editor: Robert L. Booth, EMSL-Cincinnati	
9. PERFORMING ORGANIZATION NAME AND ADDRESS	10. PROGRAM ELEMENT NO.
SAME AS BELOW	1BD801
	11. CONTRACT/GRANT NO.
	In house
12. SPONSORING AGENCY NAME AND ADDRESS	13. TYPE OF REPORT AND PERIOD COVERED
Environmental Monitoring and Support Lab. - Cinn, OH Office of Research and Development U.S. Environmental Protection Agency Cincinnati, Ohio 45268	Final
	14. SPONSORING AGENCY CODE
	EPA/600/06

15. SUPPLEMENTARY NOTES

Project Officer: Robert L. Booth, EMSL-Cincinnati

16. ABSTRACT

This handbook is addressed to laboratory directors, leaders of field investigations, and other personnel who bear responsibility for water and wastewater data. Subject matter of the handbook is concerned primarily with quality control (QC) for chemical and biological tests and measurements. Chapters are also included on QC aspects of sampling, microbiology, biology, radiochemistry, and safety as they relate to water and wastewater pollution control. Sufficient information is offered to allow the reader to inaugurate or reinforce programs of analytical QC that emphasize early recognition, prevention, and correction of factors leading to breakdowns in the validity of water and wastewater pollution control data.

17. KEY WORDS AND DOCUMENT ANALYSIS

a. DESCRIPTORS	b. IDENTIFIERS/OPEN ENDED TERMS	c. COSATI Field/Group
Quality Assurance Quality Control Water Analysis Laboratory Performance Valid Data Analytical Quality Control	Quality Assurance Techniques Analytical Measurements Laboratory Services Instrument Selection Data Handling Skills and Training	07/B

18. DISTRIBUTION STATEMENT	19. SECURITY CLASS *(This Report)*	21. NO. OF PAGES
	Unclassified	164
	20. SECURITY CLASS *(This page)*	22. PRICE
Release to Public	Unclassified	

EPA Form 2220-1 (9-73)

Section 11.0

SUPPLIERS

Ace Glass Co. (609) 692-3333
Vineland, NJ 08360

Acurex Corporation (415) 964-3200
485 Clyde Avenue
Mountain View, CA 94042

Aldrich Chemical Co. (414) 273-3850
940 W. St. Paul Avenue
Milwaukee, WI 53233

Associated Design and Manufacturing Co. (703) 549-5999
814 North Henry St.
Alexandria, VA 22314

Bethlehem Apparatus Co. (215) 838-7034
Front and Depot Streets
Hellertown, PA 18055

Calgon Corporation (412) 923-2345
Pittsburg, PA 15230

Calspan Corporation (716) 632-7500
Buffalo, NY 14225

Davison Chemical Co. (301) 727-3900
Div. W.R. Grace
Charles & Baltimore Sts.
Baltimore, MD 21202

EM Laboratories Elmsford, NY	(914) 592-4660
Fisher Scientific Co. 711 Forbes Avenue Pittsburg, PA 15219	(412) 562-8300
Gelman Instrument Co. 600 S. Wagner Road Ann Arbor, MI 48106	(800) 521-5120
Goldsmith Division National Lead Co. 111 Broadway New York, NY 10006	(212) 732-9400
J.T. Baker Chemical Co. 222 Red School Lane Phillipsburg, NJ 08865	(201) 859-2151
John Manville Co. P.O. Box 5108 Denver, CO 80217	(303) 979-1000
Kontes Glass Co. Spruce Street Vineland, NJ 08360	(609) 692-8500
Micro Filtration Systems 8 Stransbury Court Fredericksburg, VA 22401	(703) 786-7315

Millipore Corporation Bedford, MA 01730	(800) 225-1380
Nalge Co. 75 Panorama Creek Dr. Rochester, NY 14602	(716) 586-8800
Nuclepore Corporation 7035 Commerce Circle Pleasanton, CA 94566	(415) 462-2230
Pall Trincor Corporation 2395 Springfield Avenue Vauxhall, NJ 07088	(201) 245-8400
Quicksilver Products, Inc. 350 Brannan San Francisco, CA 94107	(415) 781-1988
Scientific Glass & Instruments, Inc. Houston, TX 77001	(713) 868-1481
Selas Corporation of America 1957 Pioneer Road Huntington Valley, PA 19006	(215) 672-0400
Supelco, Inc. Supelco Park Bellefonte, PA 16823	(814) 359-2784

Ultrasonics Instruments International Ltd. (516) 333-0213

200 T Shames Drive

Westburg, NY 11580

APPENDIX 1

SAMPLERS AND SAMPLING PROCEDURES FOR HAZARDOUS WASTE STREAMS

by

Emil R. deVera, Bart P. Simmons,
Robert D. Stephens and David L. Storm
California Department of Health Services
Berkeley, California 94704

EPA-600/2-80-018
January 1980

SAMPLERS AND SAMPLING PROCEDURES FOR HAZARDOUS WASTE STREAMS

by

Emil R. deVera, Bart P. Simmons,
Robert D. Stephens and David L. Storm
California Department of Health Services
Berkeley, California 94704

Grant No. R804692010

Project Officer

Richard A. Carnes
Solid and Hazardous Waste Research Division
Municipal Environmental Research Laboratory
Cincinnati, Ohio 45268

MUNICIPAL ENVIRONMENTAL RESEARCH LABORATORY
OFFICE OF RESEARCH AND DEVELOPMENT
U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY
CINCINNATI, OHIO 45268

DISCLAIMER

This report has been reviewed by the Municipal Environmental Research Laboratory, U.S. Environmental Protection Agency, and approved for publication. Approval does not signify that the contents necessarily reflect the views and policies of the U.S. Environmental Protection Agency, nor does mention of trade names or commercial products constitute endorsement or recommendation for use.

FOREWORD

The Environmental Protection Agency was created because of increasing public and government concern about the dangers of pollution to the health and welfare of the American people. Noxious air, foul water, and spoiled land are tragic testimony to the deterioration of our natural environment. The complexity of that environment and the interplay between its components require a concentrated and integrated attack on the problem.

Research and development is that necessary first step in problem solution and it involves defining the problem, measuring its impact, and searching for solutions. The Municipal Environmental Research Laboratory develops new and improved technology and systems for the prevention, treatment, and management of wastewater and solid and hazardous waste pollutant discharges from municipal and community sources, for the preservation and treatment of public drinking water supplies, and to minimize the adverse economic, social, health, and aesthetic effects of pollution. This publication is one of the products of that research; a most vital communications link between the researcher and the user community.

This study involved the development of simple but effective sampling equipment and procedures for collecting, handling, storing, and recording of hazardous wastes. A variety of sampling devices were developed and/or selected to meet the needs of those who regulate and manage hazardous wastes. Of particular importance is the development of the composite liquid waste sampler, the Coliwasa. The sampling procedures developed were designed to provide maximum protection for the sample collector, collection of representative samples of the bulk of wastes, and proper containment, identification, preservation, and handling of the samples.

Francis T. Mayo, Director
Municipal Environmental Research
Laboratory

ABSTRACT

The goal of this project was to develop simple but effective sampling equipment and procedures for collecting, handling, storing, and recording samples of hazardous wastes. The report describes a variety of sampling devices designed to meet the needs of those who regulate and manage hazardous wastes. Particular emphasis is given to the development of a composite liquid waste sampler, the Coliwasa. This simple device is designed for use on liquid and semi-liquid wastes in a variety of containers, tanks, and ponds. Devices for sampling solids and soils are also described.

In addition to the sampling devices, the report describes procedures for development of a sampling plan, sample handling, safety precautions, proper recordkeeping and chain of custody, and sample containment, preservation, and transport. Also discussed are certain limitations and potential sources of error that exist in the sampling equipment and the procedures. The statistics of sampling are covered briefly, and additional references in this area are given.

This report was submitted in partial fulfillment of Research Grant No. R804692010 by the California Department of Health Services under sponsorship of the U.S. Environmental Protection Agency.

CONTENTS

Foreword iii
Abstract iv
Figures vi
Tables vii

1. Introduction 1
2. Conclusions 3
3. Recommendations 4
4. Samplers 5
   - Composite liquid waste sampler 5
   - Solid waste samplers 9
   - Soil samplers 13
   - Procedure for use 14
   - Pond sampler 20
5. Preparation for Sampling 24
6. Sampling Procedures 26
   - General considerations 26
   - Sample handling 39
   - Field log book 41
   - Chain of custody record 42
   - Sample analysis request sheet 42
   - Sample delivery to the laboratory 42
   - Shipping of sample 45
7. Receipt and Logging of Sample 46
8. Preservation and Storage of Samples 48

References 50
Appendices 52
A. Development of the composite liquid waste sampler (Coliwasa) 52
B. Parts for constructing the coliwasa 62
C. Checklist of items required in the field sampling of hazardous wastes 63
D. Random sampling 67
E. Systematic errors in using the coliwasa 68

FIGURES

Number		Page
1	Composite liquid waste sampler (Coliwasa)	6
2	Grain sampler	10
3	Sampling trier	11
4	Trowel or scoop with calibrations	13
5	Soil auger	15
6	Veihmeyer sampler	16
7	Waste pile sampler	20
8	Pond sampler	21
9	Weighted bottle sampler	23
10	Example of waste manifest	28
11	Official sample label	40
12	Example of official sample seal	40
13	Example of chain of custody record	43
14	Example of hazardous waste sample analysis request sheet	44
A-1	Coliwasa, Model 1	53
A-2	Coliwasa, Model 2	55
A-3	Coliwasa, Model 3	56
A-4	Coliwasa, Model 4	58
A-5	Coliwasa, Model 5	58

TABLES

Number		Page
1	Basic Parts and Costs of a Veihmeyer Soil Sampler	17
2	Basic Parts and Approximate Costs of a Pond Sampler	21
3	Samplers Recommended for Various Types of Waste	29
4	Sample Containers and Closures Recommended for Various Types of Waste	31
5	Sampling Points Recommended for Most Waste Containers	32
6	Number of Samples to be Collected	34
7	Respiratory Protective Devices Recommended for Various Hazards	35
8	Methods of Preservation for Hazardous Wastes	49
A-1	Relative Volumes of Liquids in the Two-Phase Mixture	60
A-2	Relative Volumes of Liquids in the Three-Phase Mixture	60
APPENDIX B.	Parts for Constructing the Coliwasa	62
APPENDIX C.	Checklist of Items Required in the Field Sampling of Hazardous Wastes	63, 64, 65, 66
APPENDIX D.	Random Sampling	67
APPENDIX E-1	Sample Volume	69

SECTION 1

INTRODUCTION

The growth in the size and complexity of industry and the implementation of air and waste pollution abatement technology has confronted the nation with the immensely difficult problem of managing large volumes of waste products that are often toxic, flammable, corrosive, and explosive. The problem is further exacerbated by the complexity of the waste. This difficult situation is now being addressed at many levels of government through a variety of regulatory agencies. Solution is being sought through a "cradle-to-grave" regulation of waste generation, transport, reprocessing, and disposal. Significant progress toward a solution is also being made by the private waste management industry with improved techniques in handling, resource recovery, and disposal.

The management of hazardous wastes may be addressed primarily as a chemical problem. With this approach, management decisions must be founded on proper knowledge of waste chemical compositions. Defining the information needed on waste composition to support management decisions presents an additional complication, for such information varies with waste type and with handling or disposal objectives. Regardless of the details, the required information results from chemical and physical testing of the waste.

Industrial waste predominantly occurs in volumes that are large enough to preclude testing or analysis of the entire body of the waste. Obtaining samples adequate in size for the required testing and representative of the bulk volumes of the wastes is therefore necessary. The obtainment of such representative samples presents special problem, for many wastes are complex, multiphase mixtures that vary greatly in viscosity, corrosivity, volatility, flammability, or capability to generate toxic gases.

This study was conducted to develop specialized equipment and procedures designed to handle the widest possible variety of waste sampling situations.

The equipment and procedures that have been developed and described in this report had their origins in the hazardous waste regulatory program of the California Department of Health Services. Early in this program, the necessity of reliable analytical data on waste composition became apprent. As a result, the problem of proper sampling of hazardous

wastes was addressed. Review of the wide variety of industrial wastes produced in California revealed that liquids or liquid-sludge mixtures accounted for the greatest volume of wastes. Most of these materials at some point are contained and/or transported in tank (vacuum) trucks or barrels. A primary concern, therefore, was to develop the capability for sampling these wastes.

The first prototype of a liquid waste sampler was the tube sampler, which was designated the composite liquid waste sampler or Coliwasa.[1] This sampling device, fabricated from readily available materials, was taken to the field and tested for its usability and reliability.

The first large-scale sampling of hazardous wastes was conducted jointly by the California Department of Health Services and the University of Southern California under the sponsorship of the U.S. Environmental Protection Agency (EPA)[2] In this sampling program, approximately 400 waste samples were collected. These samples varied greatly in composition and in physical characteristics.

Approximately 90% of all wastes sampled were liquids or sludges and could be sampled with the Coliwasa. The sampling program established the utility of this sampler. In addition, however, several deficiencies and needed improvments were demonstrated. Along with the need for liquid sampling equipment, a need was also demonstrated for simple but effective equipment for sampling solids, soils, and liquids in large tanks or ponds. This early study also clearly indicated the need for development of good safety procedures and sample handling, preservation, and custody procedures.

In November 1976, under a grant from the EPA, the California Department of Health Services embarked on a development program to establish recommended procedures and equipment for the sampling of hazardous wastes. Commercially available liquid samplers were investigated, but none was found to be adaptable to sampling hazardous wastes. Equipment development centered on the Coliwasa, which had been conceived and initially designed by waste management personnel of the Department. Solid, soil, and pond sampling equipment was obtained after an extensive review of the literature and testing of available equipment for efficiency. Criteria used in choosing candidate procedures were ready availability, reasonable cost, simplicity of design and operation, and chemical inertness. Candidate methods and samplers were subjected to laboratory and field tests. Laboratory tests for the liquid samplers consisted of sampling water as well as multiphase waste mixtures. The samplers were examined for leakage, ease of use and transfer, and cross contamination. In field tests, the samplers for liquids and solids were used on actual wastes existing in a variety of containers, ponds, or soils.

The body of the report gives detailed discussions of recommended samplers, preparation for sampling, sampling procedures, sample handling, and recordkeeping. The appendices present a variety of practical support data for the body of the report.

SECTION 2

CONCLUSIONS

The present study was designed to develop simple but effective sampling equipment for collecting represenative samples of hazardous wastes. In addition, recommended procedures for sample collection, handling, storage, and recording were to be developed. These primary objectives have been met, and the resulting sampling equipment and procedures are presented here.

The sampling equipment and procedures were designed to insure the widest possible applicability in the sampling of various types of hazardous wastes. The methods, however, are not intended to cover all possible sampling situations. Professional judgment on applicability must be exercised.

SECTION 3

RECOMMENDATIONS

The next step in the development of standardized sampling methods should be user verfication. Additional data on applicability, reliability, and other performance characteristics need to be developed before these recommended methods can become standard methods. This next phase will require considerable effort by a large number of collaborators, for the methodology described in this report is intended to be satisfactory for essentially the entire waste-producing industry. Significant benefit is to be gained by both industry and environmental regulatory agencies if efficient, reliable hazardous waste sampling methods can be established. We therefore strongly recommend that work on this validation begin immediately.

SECTION 4

SAMPLERS

Sampling of hazardous wastes requires different types of samplers. Some of these samplers are commercially available, but the others have to be fabricated. This section lists and describes suitable samplers. Their uses and commercial availability as well as directions for their use are reported. Directions for fabricating the commercially unavailable samplers are also outlined.

COMPOSITE LIQUID WASTE SAMPLER (COLIWASA)

The Coliwasa is the single most important hazardous waste sampler discussed in this report. It was chosen from a number of other liquid samplers, based on laboratory and field tests, as the most practical. It permits the representative sampling of multiphase wastes of a wide range of viscosity, corrosivity, volatility, and solids content. Its simple design makes it easy to use and allow the rapid collection of samples, thus minimizing the exposure of the sample collector to potential hazards from the wastes. The sampler is not commercially available, but it is relatively easy and inexpensive to fabricate. The cost of fabrication is low enough that the contaminated parts may be discarded after a single use when they cannot be easily cleaned.

The recommended model of the Coliwasa is shown in Figure 1. The history and development of this sampler is discussed in detail in Appendix A. The main parts of the Coliwasa consist of the sampling tube, the closure-locking mechanism, and the closure system.

The sampling tube consists of a 1.52-m(5-ft.) by 4.13-cm(1 5/8-in.) I.D. translucent plastic pipe, usually polyvinyl chloride (PVC) or borosilicate glass plumbing tube. The closure-locking mechanism consists of a short-length, channeled aluminum bar attached to the sampler's stopper rod by an adjustable swivel. The aluminum bar serves both as a T-handle and lock for the sampler's closure system. When the sampler is in the open position, the handle is place in the T-position and pushed down against the locking block. This manipulation pushes out the neoprene stopper and opens the sampling tube. In the close position, the handle is rotated until one leg of the T is squarely perpendicular against the locking block. This tightly seats the neoprene stopper against the bottom opening of the sampling tube and positively locks the sampler in the close position. The closure tension can be adjusted by shortening or lengthening the stopper rod by screwing it in or out

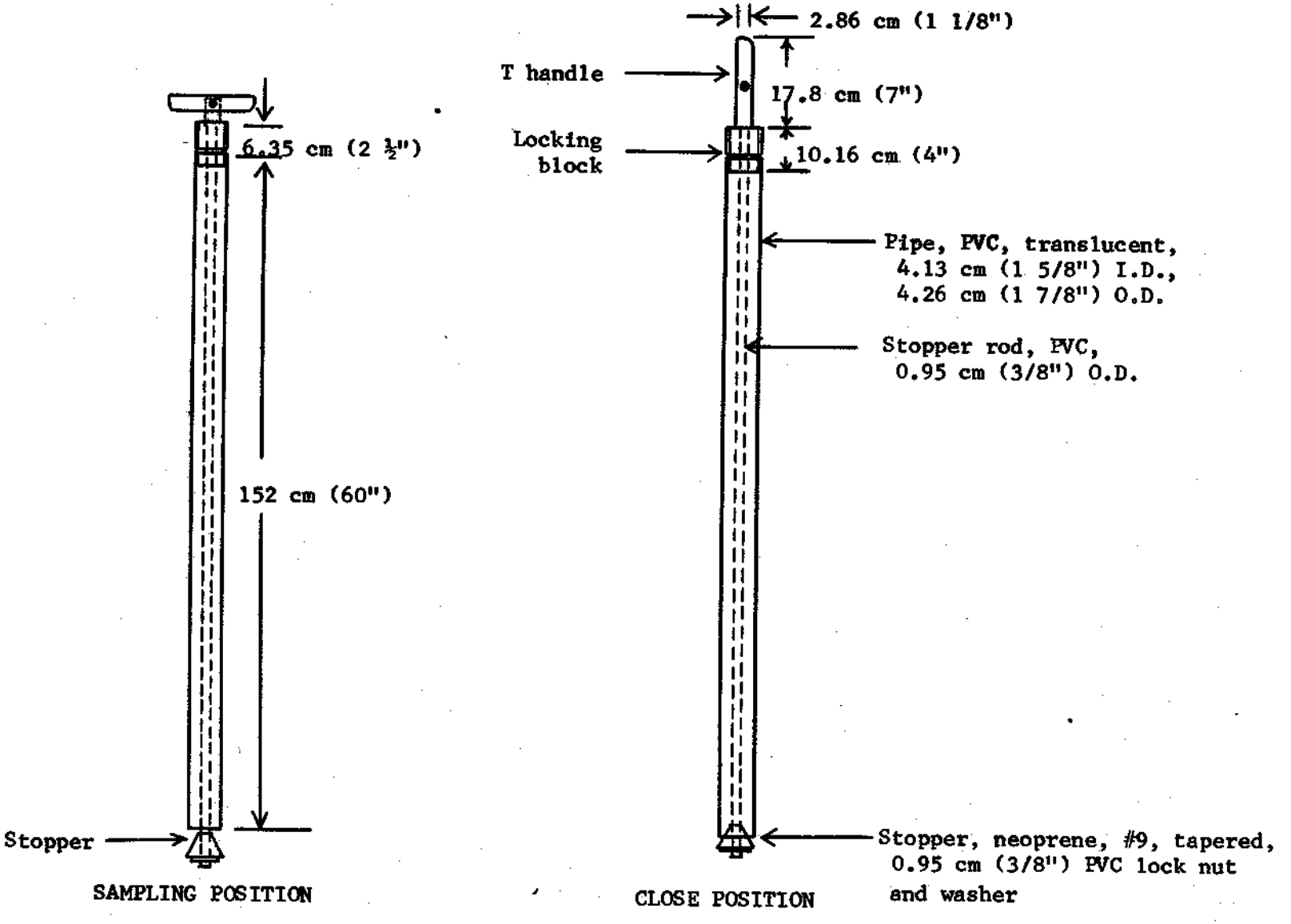


Figure 1. Composite liquid waste sampler (Coliwasa)

of the T-handle swivel. The closure system of the sampler consists of a sharply taped neoprene stopper attached to a 0.95-cm (3/8-in.) O.D. rod, usually PVC. The upper end of the stopper rod is connected to the swivel of the aluminum T-handle. The sharply tapered neoprene stopper can be fabricated according to specifications by plastic products manufacturers at an extremely high price, or it can be made in-house by grinding down the inexpensive stopper with a shop grinder as described in Note 1 of Appendix B.

Two types of Coliwasa samplers are made, namely plastic or glass. The plastic type consists of translucent plastic (usually PVC) sampling tube. The glass Coliwasa uses borosilicate glass plumbing pipe as the sampling tube and Teflon plastic stopper rod.

The complete list of parts for constructing the two types of Coliwasa samplers is given in Appendix B. The suppliers and approximate costs of the parts as well as the directions for fabricating the commercially unavailable parts are also given.

The sampler is assembled as shown in Figure 1 and as follows:

1. Attach the swivel to the T-handle with the 3.18 cm(1¼ in.) long bolt and secure with the 0.48 cm(3/16 in.) National Coarse(NC) washer and lock nut.

2. Attach the neoprene stopper to one end of the stopper rod and secure with the 0.95 cm(3/8 in.) washer and lock nut.

3. Install the stopper and stopper rod assembly in the sampling tube.

4. Secure the locking block sleeve on the block with glue or screws. This block can also be fashioned by shaping a solid plastic rod on a lathe to the required dimensions.

5. Position the locking block on top of the sampling tube such that the sleeveless portion of the block fits inside the tube, the sleeve sits against the top end of the tube, and the upper end of the stopper rod slips through the center hole of the block.

6. Attach the upper end of the stopper rod to the swivel of the T-handle.

7. Place the sampler in the close position and adjust the tension on the stopper by screwing the T-handle in or out.

Uses

The plastic Coliwasa is used to sample most containerized liquid wastes except wastes that contain ketones, nitrobenzene, dimethylforamide, mesityl oxide, and tetrahydrofuran.[3,4]

The glass Coliwasa is used to sample all other containerized liquid wastes that cannot be sampled with the plastic Coliwasa except strong alkali and hydrofluoric acid solutions.

Procedure for Use

1. Choose the plastic or glass Coliwasa for the liquid waste to be sampled and assemble the sampler as shown in Figure 1.

2. Make sure that the sampler is clean (see Section 5).

3. Check to make sure the sampler is functioning properly. Adjust the locking mechanism if necessary to make sure the neoprene rubber stopper provides a tight closure.

4. Wear necessary protective clothing and gear and observe required sampling precautions (see Section 6).

5. Put the sampler in the open position by placing the stopper rod handle in the T-position and pushing the rod down until the handle sits against the sampler's locking block.

6. Slowly lower the sampler into the liquid waste. (Lower the sampler at a rate that permits the levels of the liquid inside and outside the sampler tube to be about the same. If the level of the liquid in the sampler tube is lower than that outside the sampler, the sampling rate is too fast and will result in a nonrepresentative sample).

7. When the sampler stopper hits the bottom of the waste container, push the sampler tube downward against the stopper to close the sampler. Lock the sampler in the close position by turning the T handle until it is upright and one end rests tightly on the locking block.

8. Slowly withdraw the sampler from the waste container with one hand while wiping the sampler tube with a disposable cloth or rag with the other hand.

9. Carefully discharge the sample into a suitable sample container (see Section 6) by slowly opening the sampler. This is done by slowly pulling the lower end of the T handle away from the locking block while the lower end of the sampler is positioned in a sample container.

10. Cap the sample container; attach label and seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

11. Unscrew the T handle of the sampler and disengage the locking block. Clean sampler on site (see Section 5) or store the contaminated parts of the sampler in a plastic storage tube for subsequent cleaning. Store used rags in plastic bags for subsequent disposal.

12. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

SOLID WASTE SAMPLERS

A number of tools are available for sampling solid substances. The most suitable of these for sampling hazardous solid wastes are the grain sampler, sampling trier, and the trowel or scoop.

Grain Sampler

The grain sampler (Figure 2) consists of two slotted telescoping tubes, usually made of brass or stainless steel. The outer tube has a conical, pointed tip on one end that permits the sampler to penetrate the material being sampled. The sampler is opened and closed by rotating the inner tube. Grain samplers are generally 61 to 100 cm (24 to 40 in.) long by 1.27 to 2.54 cm (½ to 1 in.) in diameter, and they are commercially available at laboratory supply houses.

Uses--

The grain sampler is used for sampling powdered or granular wastes or materials in bags, fiberdrums, sacks or similar containers. This sampler is most useful when the solids are no greater than 0.6 cm (¼ in.) in diameter.

Procedure for Use--

1. While the sampler is in the close position, insert it into the granular or powdered material or waste being sampled from a point near a top edge or corner, through the center, and to a point diagonally opposite the point of entry.[5]

2. Rotate the inner tube of the sampler into the open position.

3. Wiggle the sampler a few times to allow materials to enter the open slots.

4. Place the sampler in the close position and withdraw from the material being sampled.

5. Place the sampler in a horizontal position with the slots facing upward.

6. Rotate and slide out the outer tube from the inner tube.

7. Transfer the collected sample in the inner tube into a suitable sample container (see Section 6).

8. Collect two or more core samples at different points (see Section 6), and combine the samples in the same container.

9. Cap the sample container; attach label and seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

10. Clean (see Section 5) or store the sampler in plastic bag for subsequent cleaning.

11. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

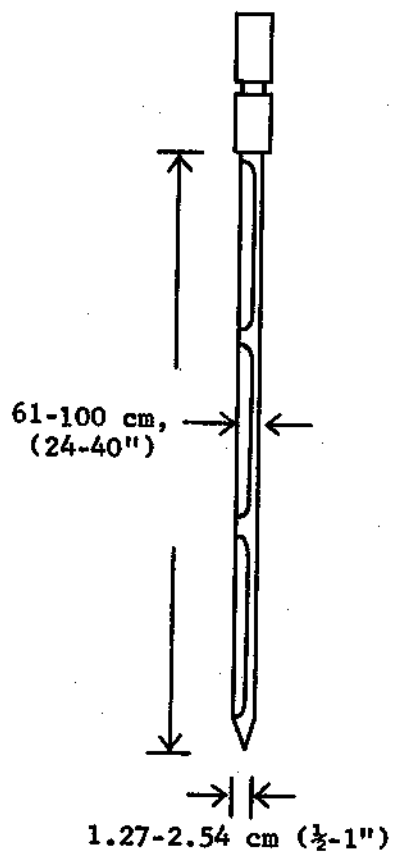


Figure 2. Grain sampler.

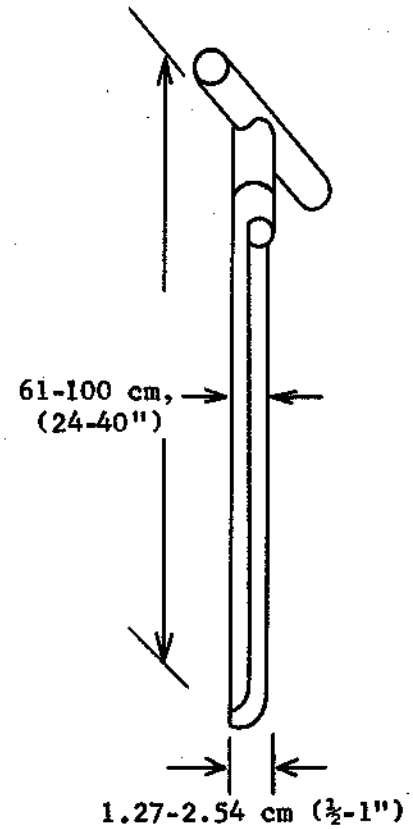


Figure 3. Sampling trier.

Sampling trier

A typical sampling trier (Figure 3) is a long tube with a slot that extends almost its entire length. The tip and edges of the tube slot are sharpened to allow the trier to cut a core of the material to be sampled when rotated after insertion into the material. Sampling triers are usually made of stainless steel with wooden handles. They are about 61 to 100 cm (24 to 40 in.) long and 1.27 to 2.54 cm (½ to 1 in.) in diameter. They can be purchased readily from laboratory supply houses.

Uses--

The use of the trier is similar to that of the grain sampler discussed above. It is preferred over the grain sampler when the powdered or

granular material to be sampled is moist or sticky.

In addition, the sampling trier can be used to obtain soft or loosened soil samples up to a depth of 61 cm(24 in.) as outlined below.

Procedure for Use--

1. Insert the trier into the waste material at a 0 to 45° angle from horizontal. This orientation minimizes the spillage of sample from the sampler. Extraction of samples might require tilting of the containers.

2. Rotate the trier once or twice to cut a core of material.

3. Slowly withdraw the trier, making sure that the slot is facing upward.

4. Transfer the sample into a suitable container (see Section 6) with the aid of a spatula and/or brush.

5. Repeat the sampling at different points (see Section 6). Two or more times and combine the samples in the same sample container.

6. Cap the sample container; attach the label and seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

7. Wipe the sampler clean, or store it in a plastic bag for subsequent cleaning.

8. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

Trowel or Scoop

A garden-variety trowel looks like a small shovel (Figure 4). The blade is usually about 7 by 13 cm(3 by 5 in.) with a sharp tip. A laboratory scoop is similar to the trowel, but the blade is usually more curved and has a closed upper end to permit the containment of material. Scoops come in different sizes and makes. Stainless steel or polypropylene scoops with 7 by 15-cm(2 3/4 by 6-in.) blades are preferred. A trowel can be bought from hardware stores; the scoop can be bought from laboratory supply houses.

Uses--

An ordinary zinc-plated garden trowel can be used in some cases for sampling dry granular or powdered materials in bins or other shallow containers. The laboratory scoop, however, is a superior choice. It is usually made of materials less subject to corrosion or chemical reactions, thus lessening the probability of sample contamination.

The trowel or scoop can also be used in collecting top surface soil samples.

Procedure for Use--

1. At regular intervals (see Section 6), take small, equal portions of sample from the surface or near the surface of the material to be sampled.

2. Combine the samples in a suitable container (see Section 6).

3. Cap the container; attach the label and seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

4. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

SOIL SAMPLERS

There is a variety of soil samplers used. For taking soil core samples, the scoop, sample trier, soil auger, and Veihmeyer sampler can be used. These samplers are commercially available and relatively inexpensive.

Scoop or Trowel

See the preceding section on solid waste samplers for the description of a scoop or trowel (Figure 4).

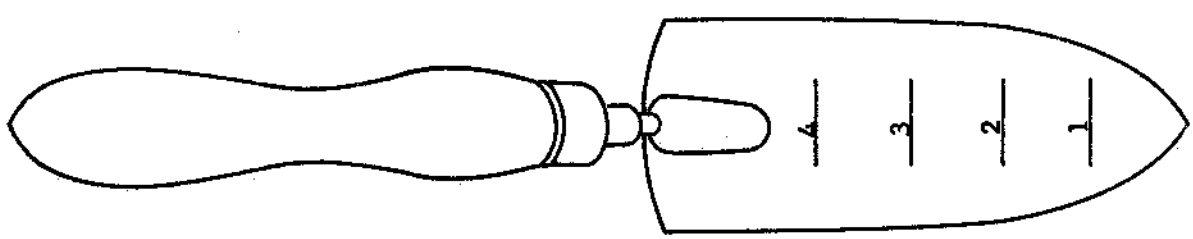


Figure 4. Trowel or scoop with calibrations.

Uses--

The scoop is used to collect soil samples up to 8 cm(3 in.) deep. It is simple to use, but identical mass sample units for a composite sample are difficult to collect with this sampler. The procedure for use of the scoop is outlined in the preceding section on solid waste samplers.

Sampling Trier

See the preceding section on solid waste samplers for the description of a sampling trier (Figure 3).

Uses--

This sampler can be used to collect soil samples at a depth greater than 8 cm(3 in.). The sampling depth is determined by the hardness and types of soil being sampled. This sampler can be difficult to use in stony, dry, very heavy, or sandy soil. The collected sample tends to be slightly compacted, but this method permits observation of the core sample before removal.[6]

Procedure for Use--

Procedure for use of the sampling trier can be found in the section on solid waste samplers.

Soil Auger

This tool consists of a hard metal central shaft and sharpened spiral blades (Figure 5). When the tool is rotated clockwise by its wooden T handle, it cuts the soil as it moves forward and discharges most of the loose soil upward. The cutting diameter is about 5 cm(2 in.). The length is about 1 m(40 in.), with graduations every 15.2 cm(6 in.). The length can be increased up to 2 m(80 in.). This tool can be bought from stores and, in some cases, from laboratory supply houses.

Uses--

The auger is particularly useful in collecting soil samples at depths greater than 8 cm(3 in.). This sampler destroys the structure of cohesive soil and does not distinguish between samples collected near the surface or toward the bottom. It is not recommended, therefore, when an undisturbed soil sample is desired.

Procedure for Use--

1. Select the sampling point. (see Section 6) and remove unnecessary rocks, twigs, and other non-soil materials.

2. Install the sampler's wooden T handle in its socket.

3. Bore a hole through the middle of an aluminum pie pan large enough to allow the blades of the auger to pass through. The pan will be used to catch the sample brought to the surface by the auger.

4. Spot the pan against the selected sampling point.

5. Start augering through the hole in the pan until the desired sampling depth is reached.

6. Back off the auger and transfer the sample collected in the catch pan and the sample adhering to the auger to a suitable container (see Section 6). Spoon out the rest of the loosened sample with a sampling trier.

7. Repeat the sampling at different sampling points (see Section 6), and combine the samples in the same container as in step 6.

8. Cap the sample container; attach label and seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

9. Brush off and wipe the sampler clean, or store it in a plastic bag for subsequent cleaning.

10. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

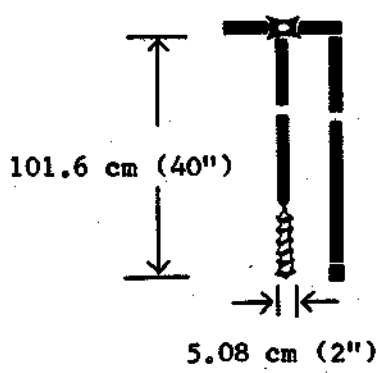


Figure 5. Soil auger.



A. Drive hammer

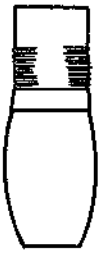


B. Head

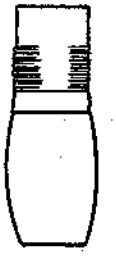
C. Tube



D. Point



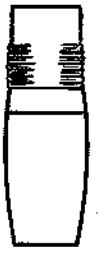
Standard point



Constricted point

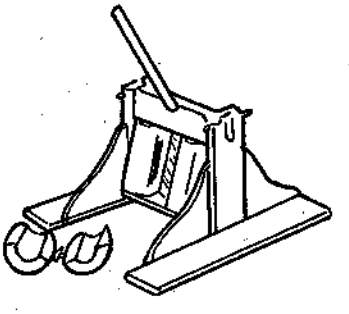


Bulge point



Special point

Point types



Puller jack and grip

Figure 6. Veihmeyer sampler

Veihmeyer Soil Sampler

This sampler was developed by Professor F.J. Veihmeyer of the University of California in Davis.[7] The parts of a basic sampler and the corresponding costs are given in Table 1, and the basic sampler is shown in Figure 6.

TABLE 1. BASIC PARTS AND COSTS OF A VEIHMEYER SOIL SAMPLER

Part[a]	Cost[b]
Tube, 1.5 m (5 ft.)	$ 50.40
Tube, 3 m (10 ft.)	84.75
Tip, type A, general use	25.80
Drive head	29.05
Drop hammer, 6.8 kg (15 lb.)	71.85
Puller jack and grip[c]	161.90
Total	$ 433.75

[a] Only one of each part is needed. They are manufactured by Hansen Machine Works, 334 N. 12th Street, Sacramento, CA 95815.

[b] Based on August 1, 1977, price list.

[c] Recommended for deep soil sampling.

The tube is chromium-molybdenum steel and comes in various standard lengths from 0.91 to 4.9 m(3 to 16 ft.) and calibrated every 30.48 cm(12 in.). Longer tubes can be obtained on special order. Different points (Figure 6) are also available for different types of soil and sampling. Each point is shaped to penetrate specific types of soil without pushing the soil ahead of it, thus preventing the core from compacting in the tube. The standard point is adequate for most general sampling purposes. The inside taper of each point is designed to keep the sample from being sucked out of the tube as it is pulled from the ground. The drive head protects the top of the tube from deforming when the tube is driven into the ground with the drive hammer. The hammer doubles as a drive weight and handle when pulling the sampler from the ground. When the sampler tube cannot be pulled easily from the ground, a special puller jack and grip

are also available. Specifications for the various parts of the Veihmeyer sampler are given as follows:

Points	Chrome-molly steel, heat-treated. Includes a standard point for general use, a constricted point for deep sampling in heavy clay (keeps core from being sucked out of the tube), a bulge point for shallow sampling in heavy clay, and a special point for dry sand. (See Figure 6D).
Drive hammer . .	Standard weight is 6.8 kg (15 lb.). (See Figure 6A)
Tubes . .	Chrome-molly steel. Maximum length is 4.9 m (16 ft.). (See Figure 6C).
Head . .	Chrome-molly steel, heat-treated. (See Figure 6B).
Puller jack . .	Cast aluminum frame with steel roller assembly and handle.
Grip . .	Chrome-molly steel, heat-treated.

Uses--

The Veihmeyer sampler is recommended for core sampling of most types of soil. It may not be applicable to sampling stony, rocky, or very wet soil.

Procedure for Use--

1. Assemble the sampler by screwing in the tip and the drive head on the sampling tube.

2. Insert the tapered handle (drive guide) of the drive hammer through the drive head.

3. Place the sampler in a perpendicular position on the soil to be sampled.

4. With the left hand holding the tube, drive the sampler into the ground to the desired sampling depth by pounding the drive head with the drive hammer. Do not drive the tube further than the tip of the hammer's drive guide.

5. Record the length of the tube that penetrated the ground.

6. Remove the drive hammer and fit the keyhole-like opening on the flat side of the hammer onto the drive head. In this position, the hammer serves as a handle for the sampler.

7. Rotate the sampler at least two revolutions to shear off the sample at the bottom.

8. Lower the sampler handle (hammer) until it just clears the two ear-like protrusions on the drive head and rotate about 90°.

9. Withdraw the sampler from the ground by pulling the handle (hammer) upwards. When the sampler cannot be withdrawn by hand, as in deep soil sampling, use the puller jack and grip.

10. Dislodge the hammer from the sampler; turn the sampler tube upside down; tap the head gently against the hammer; and carefully recover the sample from the tube. The sample should slip out easily.

11. Store the core sample, preferably, in a rigid, transparent, or translucent plastic tube when observation of soil layers is to be made. The use of the tube will keep the sample relatively undisturbed. In other cases, use a 1000-or 2000-ml (1-qt. or ½-gal) sample container (see Section 6) to store the sample.

12. Collect additional core samples at different points (see Section 6).

13. Label the samples; affix the seals; record in the field log book; complete analysis request sheet and chain of custody record; and deliver the samples to the laboratory for analysis (see Section 6).

Waste Pile Sampler

A waste pile sampler (Figure 7) is essentially a large sampling trier. It is commercially available, but it can be easily fabricated from sheet metal plastic pipe. A polyvinyl chloride plumbing pipe 1.52 m(5 ft) long by 3.2 cm(1¼ in.) I.D. by 0.32 cm(1/8 in.) wall thickness is adequate. The pipe is sawed lengthwise (about 60/40 split) until the last 10 cm(4 in.) The narrower piece is sawn off and hence forms a slot in the pipe. The edges of the slot and the tip of the pipe are sharpened to permit the sampler to cut into the waste material being sampled. The unsplit length of the pipe serves as the handle. The plastic pipe can be purchased from hardware stores.

Uses--

The waste pile sampler is used for sampling wastes in large heaps with cross-sectional diameters greater than 1 m(39.4 in.). It can also be used for sampling granular or powdered wastes or materials in large bins, barges, or silos where the grain sampler or sampling trier is not long enough. This sampler does not collect representative samples when the diameters of the solid particles are greater than half the diameter of the tube.

Procedure for Use--

1. Insert the sampler into the waste material being sampled at 0 to 45° from horizontal.

2. Rotate the sampler two or three times in order to cut a core of the material.

3. Slowly withdraw the sampler, making sure that the slot is facing upward.

4. Transfer the sample into a suitable container (see Section 6) with the aid of a spatula and/or brush.

5. Repeat the sampling at different sampling points (see Section 6) two or more times and combine the samples in the same sample container in step 4.

6. Cap the container; attach label and seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

7. Wipe the sampler clean or store it in a plastic bag for subsequent cleaning.

8. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

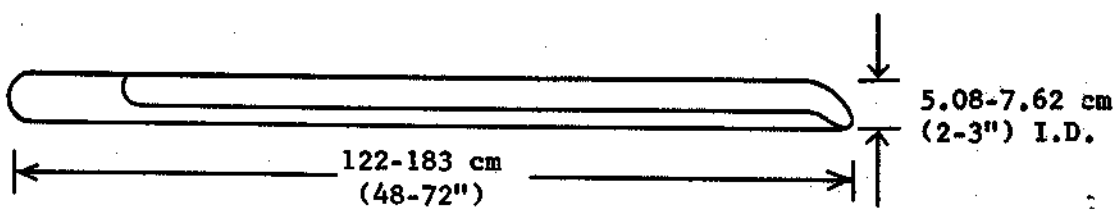


Figure 7. Waste pile sampler.

Pond Sampler

The pond sampler (Figure 8) consists of an adjustable clamp attached to the end of a two or three piece telescoping aluminum tube that serves as the handle. The clamp is used to secure a sampling beaker. The sampler is not commercially available, but it is easily and inexpensively fabri-

cated. The tubes can be readily purchased from most hardware or swimming pool supply stores. The adjustable clamp and sampling beaker can be obtained from most laboratory supply houses. The materials required to fabricate the sampler are given in Table 2.

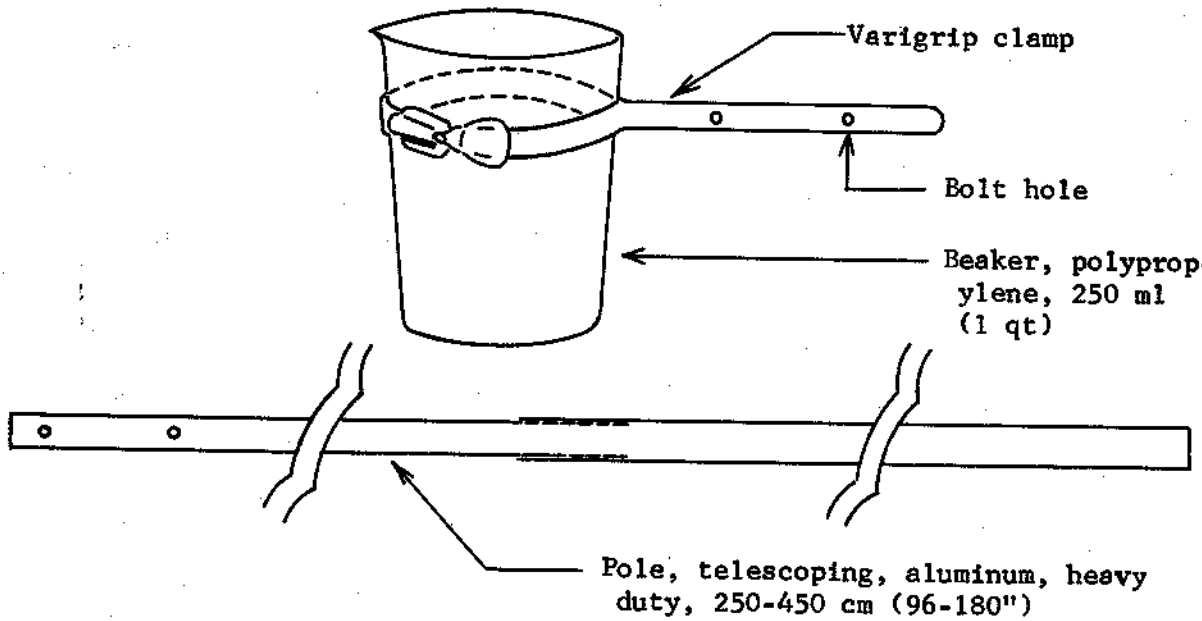


Figure 8. Pond sampler.

TABLE 2. BASIC PARTS AND APPROXIMATE COSTS OF A POND SAMPLER

Quantity	Item	Supplier	Approximate Cost
1	Clamp, adjustable, 6.4 to 8.9 cm(2½ to 3½ in.) for 250-to 600-ml(½ to 1½-pt.) beakers	Laboratory supply houses	$ 7.00
1	Tube, aluminum, heavy duty, telescoping extends 2.5 to 4.5 m(8 to 15 ft.) with joint cam locking mechanism. Pole diameters 2.54 cm(1 in.) I.D. and 3.18 cm(1¼ in.) I.D.	Olympic Swimming Pool Co. 807 Buena Vista Street, Alameda, Calif. 94501 or other general swimming pool supply houses.	16.24
1	Beaker, polypropylene, 250-ml(½ pt.)	Laboratory supply houses.	1.00
4	Bolts, 6.35 by 0.64 cm(2½ by ¼ in.) NC	Hardware stores	.20
4	Nuts, 0.64 cm(¼ in.) NC	Hardware stores	.20
	Total		$24.64

Uses--

The pond sampler is used to collect liquid waste samples from disposal ponds, pits, lagoons, and similar reservoirs. Grab samples can be obtained at distances as far as 3.5 m(11½ ft) from the edge of the ponds. The tubular aluminum handle may bow when sampling very viscous liquids if sampling is not done slowly.

Procedure for Use--

1. Assemble the pond sampler. Make sure that the sampling beaker and the bolts and nuts that secure the clamp to the pole are tightened properly.

2. With proper protective garment and gear (see Section 6), take grab samples from the pond at different distances and depths (see Section 6).

3. Combine the samples in one suitable container (see Section 6).

4. Cap the container; label and affix the seal; record in field log book; and complete sample analysis request sheet and chain of custody record.

5. Dismantle the sampler; wipe the parts with terry towels or rags and store them in plastic bags for subsequent cleaning. Store used towels or rags in garbage bags for subsequent disposal.

6. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6).

Weighted Bottle Sampler

This sampler (Figure 9) consists of a bottle, usually glass, a weight sinker, a bottle stopper, and a line that is used to open the bottle and to lower and raise the sampler during sampling. There are a few variations of this sampler, as illustrated in the ASTM Methods D 270[8] and E 300[9]. The ASTM sampler, which uses a metallic bottle basket that also serves as weight sinker, is preferred. The weighted bottle sampler can either be fabricated or purchased.

Uses--

The weighted bottle sampler can be used to sample liquids in storage tanks, wells, sumps, or other containers that cannot be adequately sampled with a Coliwasa. The sampler cannot be used to collect liquids that are incompatible or that react chemically with the weight sinker and line.

Procedure for use--

1. Assemble the weighted bottle sampler as shown in Figure 9.

2. Using protective sampling equipment, in turn, lower the sampler to proper depths to collect the following samples:

   a) upper sample - middle of upper third of tank contents.
   b) middle sample - middle of tank contents.
   c) lower sample - near bottom of tank contents.

3. Pull out the bottle stopper with a sharp jerk of the sampler line.

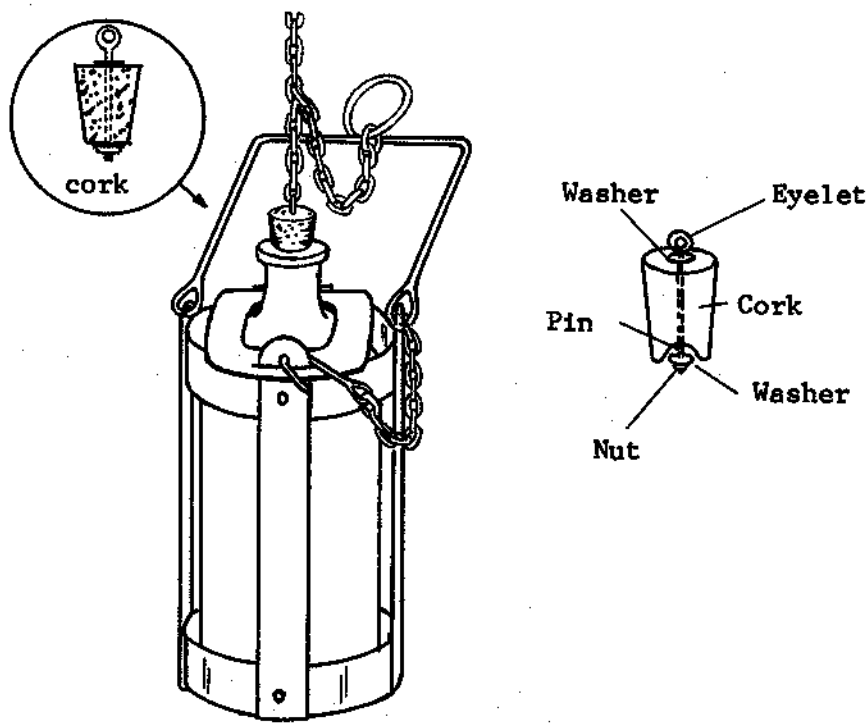
4. Allow the bottle to fill completely, as evidence by the cessation of air bubbles.

5. Raise the sampler and retrieve and cap the bottle. Wipe off the outside of the bottle with a terry towel or rag. The bottle can serve as the sample container.

6. Label each of the three samples collected; affix seal; fill out sample analysis request sheet and chain of custody record; record in the field log book.

7. Clean onsite or store contaminated sampler in a plastic bag for subsequent cleaning.

8. Deliver the sample to the laboratory for analysis (see Section 6). Instruct the laboratory to perform analysis on each sample or a composite of the samples.



1000-ml (1-quart) weighted bottle catcher

Figure 9. Weighted bottle sampler.

SECTION 5

PREPARATION FOR SAMPLING

GENERAL CONSIDERATIONS

Adequate preparation for sampling is necessary to perform proper sampling of any hazardous waste. A checklist of items required for field sampling helps to ensure proper preparation. Such a checklist is given in Appendix C. The appendix lists the minimal equipment, accessories, and supplies necessary to sample any type of solid or liquid waste. When the type of waste to be sampled is known beforehand, the list can be narrowed down to the actual pieces of equipment to be used.

When sample analyses are to be performed in the field, such as for pH, flammability, or explosivity, then the necessary apparatus for such tests should also be included in the preparation for sampling.

CLEANING AND STORAGE OF SAMPLER

All samplers must be clean before use. Used samplers must be washed with warm detergent solution (i.e., Liquinox or Alconox), rinsed several times with tap water, rinsed with distilled water, drained of excess water, and air dried or dried with a stream of warm, dry air or wiped dry. For samplers that have been used to sample petroleum products and oil residues, it may be necessary first to wipe the samplers with absorbent cloth to eliminate the residues. The equipment is then rinsed with an organic solvent such as petroleum naphtha or trichloroethane, followed by washing with the detergent solution and rinsing with water. A necessary piece of equipment for cleaning the tube of a Coliwasa is a bottle brush that fits tightly the inside diameter of the tube. The brush is connected to a rod of sufficient length to allow for reaching the entire length of the sampler tube. Using this ramrod and fiber-reinforced paper towels, the Coliwasa tube may be quickly cleaned.

Improper cleaning of sampling equipment will cause cross contamination of samples. Such contamination is of particular importance in samples taken for legal or regulatory purposes. Also, contamination becomes important when sampling wastes from different production sources within the same time frame. A detailed study of cross contamination as a function of cleaning procedures has not been carried out. A recommended policy is that if samples are to be taken for legal or regulatory purposes, or if analysis is to be performed on samples expected to contain low-level (low ppm range)

concentrations of hazardous components, that a fresh, unused sampler be used. The Coliwasa in particular was designed to be semidisposable. Parts of the device that become contaminated during sampling (i.e., the tube, the stopper rod, and the stopper mechanism) may be discarded at little expense. In addition, or these parts may later be disassembled, secured, and returned to the laboratory for thorough decontamination and reused.

If the cleaning process has the potential for producing toxic fumes, ensure adequate ventilation. If the washings are hazardous, store them in closed waste containers and dispose of them properly in approved disposal sites. Locations of these sites close to one's area may be obtained by calling the agency in the State responsible for the regulation of hazardous wastes. Store the clean samplers in a clean and protected area. Polyethylene plastic tubes or bags are usually adequate for storing the samplers.

SECTION 6

SAMPLING PROCEDURES

PURPOSES AND GENERAL CONSIDERATIONS

Sampling of hazardous wastes is conducted for different purposes. In most instances, it is performed to determine compliance with existing regulations promulgated by the different regulatory agencies. In some cases, it is conducted to obtain data for purposes of classifying, treating, recovering, recycling, or determining compatibility characteristics of the wastes. Sampling is also conducted as an important part of research activities.

In general, sampling of hazardous wastes requires the collection of adequate sized, representative samples of the body of wastes. Sampling situations vary widely and therefore no universal sampling procedure can be recommended. Rather, several procedures are outlined for sampling different types of wastes in various states and containers.

These procedures require a plan of action to maximize safety of sampling personnel, minimize sampling time and cost, reduce errors in sampling, and protect the integrity of the samples after sampling. The following steps are essential in this plan of action:

1. Research background information about the waste.
2. Determine what should be sampled.
3. Select the proper sampler.
4. Select the proper sample container and closure.
5. Design an adequate sampling plan that includes the following:
   a) Choice of the proper sampling point.
   b) Determination of the number of samples to be taken.
   c) Determination of the volumes of samples to be taken.
6. Observe proper sampling precautions.
7. Handle samples properly.
8. Identify samples and protect them from tampering.
9. Record all sample information in a field notebook.
10. Fill out chain of custody record.
11. Fill out the sample analysis request sheet.
12. Deliver or ship the samples to the laboratory for analysis.

BACKGROUND INFORMATION ABOUT THE WASTE

Accurate background information about the waste to be sampled is very important in planning any sampling activity. The information is used to determine the types of protective sampling equipment to be used, sampling precautions to be observed, as well as the types of samplers, sample containers, container closures, and preservatives (when needed) required. Generally, the information about the waste determines the kind of sampling scheme to be used.

Most often, the information about the waste is incomplete. In these instances, as much information as possible must be obtained by examining any documentation pertaining to the wastes, such as the hauler's manifest (Figure 10). When documentation is not available, information may be obtained from the generator, hauler, disposer, or processor. The information obtained is checked for hazardous properties against references such as the Dangerous Properties of Industrial Materials,[10] the Merck Index,[3] the Condensed Chemical Dictionary,[11] Toxic and Hazardous Industrial Chemicals Safety Manual for Handling and Disposal with Toxicity and Hazardous Data,[12] or other chemical references.

SELECTION OF SAMPLER

Hazardous wastes are usually complex, multiphase mixtures of liquids, semisolids, sludges, or solids.[1] The liquid and semisolid mixtures vary greatly in viscosity, corrosivity, volatility, explosivity, and flammability. The solid wastes can range from powders to granules to big lumps. The wastes are contained in drums, barrels, sacks, bins, vacuum trucks, ponds, and other containers. No single type of sampler can therefore be used to collect representative samples of all types of wastes. Table 3 lists most waste types and the corresponding recommended samplers to be used.

SELECTION OF SAMPLE CONTAINER, CONTAINER CLOSURE, AND CLOSURE LINING

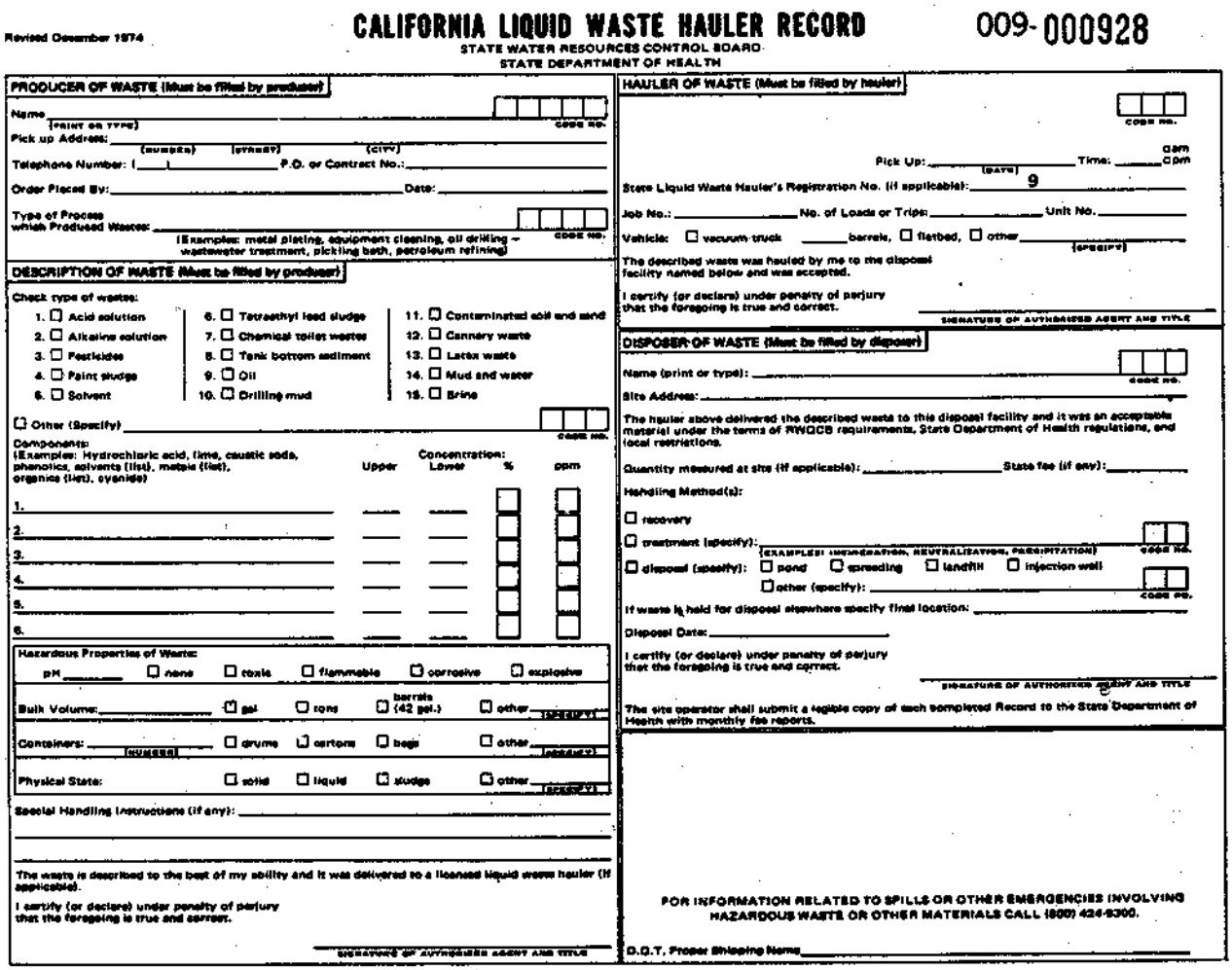
Containers

The most important factors to consider when choosing containers for hazardous waste samples are compatibility, resistance to breakage, and volume. Containers must not melt, rupture, or leak as a result of chemical reactions with constituents of waste samples. Thus, it is important to have some idea of the components of the waste. The containers must have adequate wall thickness to withstand handling during sample collection and transport to the laboratory. Containers with wide mouths are desirable to facilitate transfer of samples from samplers to containers. Also, the containers must be large enough to contain the required volume of samplers or the entire volume of a sample contained in samplers.

Plastic and glass containers are generally used for collection and storage of hazardous waste samples. Commonly available plastic containers

are made of high-density or linear polyethylene (LPE), conventional polyethylene, polypropylene, polycarbonate, teflon FEP (fluorinated ethylene propylene), polyvinyl chloride (PVC), or polymethylpentene. Teflon FEP is the most inert plastic, but LPE offers the best combination of chemical resistance and low cost.

Glass containers are relatively inert to most chemicals and can be used to collect and store almost all hazardous waste samples except those that contain strong alkali and hydrofluoric acid. Soda glass bottles are the cheapest and most readily available. Borosilicate such as Pyrex and Corex glass containers are also commercially available, but they are expensive and not always readily obtainable. Glass containers are breakable and much heavier than plastic containers.



Revised December 1974

CALIFORNIA LIQUID WASTE HAULER RECORD 009-000928

STATE WATER RESOURCES CONTROL BOARD
STATE DEPARTMENT OF HEALTH

PRODUCER OF WASTE (Must be filled by producer)

Name (print or type) code no.
Pick up Address: (number) (street) (city)
Telephone Number: P.O. or Contract No.:
Order Placed By: Date:
Type of Process which Produced Wastes: code no.
(Examples: metal plating, equipment cleaning, oil drilling – wastewater treatment, pickling bath, petroleum refining)

DESCRIPTION OF WASTE (Must be filled by producer)

Check type of wastes:

1. ☐ Acid solution
2. ☐ Alkaline solution
3. ☐ Pesticides
4. ☐ Paint sludge
5. ☐ Solvent
6. ☐ Tetraethyl lead sludge
7. ☐ Chemical toilet wastes
8. ☐ Tank bottom sediment
9. ☐ Oil
10. ☐ Drilling mud
11. ☐ Contaminated soil and sand
12. ☐ Cannery waste
13. ☐ Latex waste
14. ☐ Mud and water
15. ☐ Brine

☐ Other (Specify) code no.

Components: (Examples: Hydrochloric acid, lime, caustic soda, phenolics, solvents (list), metals (list), organics (list), cyanide)	Concentration: Upper	Lower	%	ppm
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				
6.				

Hazardous Properties of Waste:
pH ____ ☐ none ☐ toxic ☐ flammable ☐ corrosive ☐ explosive

Bulk Volume: ☐ gal ☐ tons ☐ barrels (42 gal.) ☐ other (specify)
Containers: (number) ☐ drums ☐ cartons ☐ bags ☐ other (specify)
Physical State: ☐ solid ☐ liquid ☐ sludge ☐ other (specify)
Special Handling Instructions (if any):

The waste is described to the best of my ability and it was delivered to a licensed liquid waste hauler (if applicable).

I certify (or declare) under penalty of perjury that the foregoing is true and correct.

(signature of authorized agent and title)

HAULER OF WASTE (Must be filled by hauler)

code no.
Pick Up: (date) Time: ____ ☐ am ☐ pm
State Liquid Waste Hauler's Registration No. (if applicable): 9
Job No.: No. of Loads or Trips: Unit No.
Vehicle: ☐ vacuum truck ____ barrels, ☐ flatbed, ☐ other (specify)

The described waste was hauled by me to the disposal facility named below and was accepted.

I certify (or declare) under penalty of perjury that the foregoing is true and correct.

(signature of authorized agent and title)

DISPOSER OF WASTE (Must be filled by disposer)

Name (print or type): code no.
Site Address:

The hauler above delivered the described waste to this disposal facility and it was an acceptable material under the terms of RWQCB requirements, State Department of Health regulations, and local restrictions.

Quantity measured at site (if applicable): State fee (if any):
Handling Method(s):

☐ recovery
☐ treatment (specify): (examples: incineration, neutralization, precipitation) code no.
☐ disposal (specify): ☐ pond ☐ spreading ☐ landfill ☐ injection well
☐ other (specify): code no.

If waste is held for disposal elsewhere specify final location:
Disposal Date:

I certify (or declare) under penalty of perjury that the foregoing is true and correct.

(signature of authorized agent and title)

The site operator shall submit a legible copy of each completed Record to the State Department of Health with monthly fee reports.

FOR INFORMATION RELATED TO SPILLS OR OTHER EMERGENCIES INVOLVING HAZARDOUS WASTE OR OTHER MATERIALS CALL (800) 424-9300.

D.O.T. Proper Shipping Name

Figure 10. Example of waste manifest

TABLE 3. SAMPLERS RECOMMENDED FOR VARIOUS TYPES OF WASTE

Waste type	Recommended sampler	Limitations
Liquids, sludges, and slurries in drums, vacuum trucks, barrels, and similar containers	Coliwasa	Not for containers 1.5 m(5 ft) deep.
	a) Plastic	Not for wastes containing ketones, nitrobenzene, dimethylformamide, mesityl oxide, or tetrahydrofuran[3,4].
	b) Glass	Not for wastes containing hydrofluoric acid and concentrated alkali solutions.
Liquids and sludges in ponds, pits, or lagoons	Pond	Cannot be used to collect samples beyond 3.5 m(11.5 ft). Dip and retrieve sampler slowly to avoid bending the tubular aluminum handle.
Powdered or granular solids in bags, drums, barrels, and similar containers	a) Grain sampler	Limited application for sampling moist and sticky solids with a diameter 0.6 cm(¼ in.).
	b) Sampling trier	May incur difficulty in retaining core sample of very dry granular materials during sampling.
Dry wastes in shallow containers and surface soil	Trowel or scoop	Not applicable to sampling deeper than 8 cm(3 in.). Difficult to obtain reproducible mass of samples.
Waste piles	Waste pile sampler	Not applicable to sampling solid wastes with dimensions greater than half the diameter of the sampling tube.
Soil deeper than 8 cm(3 in.)	a) Soil auger	Does not collect undisturbed core sample.
	b) Veihmeyer sampler	Difficult to use on stony, rocky, or very wet soil.
Wastes in storage tanks	Weighted bottle sampler	May be difficult to use on very viscous liquids.

Wide-mouth 1000-and 2000-ml(1 qt-and ½-gal.) glass bottles are recommended for waste samples containing petroleum distillates, chlorinated hydrocarbons, pesticides, and petroleum residues that are mostly incompatible with plastic containers. For all other types of samples, 1000-and 2000-ml(1-qt and ½-gal.) wide-mouth LPE bottles are recommended.

Container Closures and Closure Linings

The containers must have tight, screw-type lids. Plastic bottles are usually provided with screw caps made of the same material as the bottles. No cap liners are usually required. Glass containers usually come with glass or rigid plastic screw caps such as Bakelite. The plastic caps are popularly provided with waxed paper liners. Other liner materials are polyethylene, polypropylene, neoprene, and Teflon FEP plastics. For containing hazardous waste samples requiring petroleum distillates, chlorinated hydrocarbons, pesticides, and petroleum residue analyses. Bakelite caps with Teflon liners are recommended to be used with glass bottles. Teflon liners may be purchased from plastic specialty supply houses (e.g., Scientific Specialties Service, Inc., P.O. Box 352, Randallstown, Md. 21133).

Table 4 shows most types of wastes and the corresponding sampling containers and closures recommended.

SAMPLING PLAN

The sampling plan should be well formulated before any actual sampling is attempted. The plan must be consistent with the objectives of the sampling. It must include the selected point(s) of sampling and the intended number, volumes, and types (i.e., composite, grab, etc.) of samples to be taken. These requirements are discussed below.

POINT OF SAMPLING

A representative sample is crucial to the sampling plan. This sample depends on proper selection of sampling points in the bulk of the waste. Hazardous wastes are usually multiphase mixtures and are contained and stored in containers of different sizes and shapes. No single sampling point can be specified for all types of containers. Table 5 lists most types of containers used for hazardous wastes and the corresponding recommended sampling points.

NUMBER OF SAMPLES

The number of samples to be taken primarily depends on the information desired. Table 6 lists the recommended number of samples to be collected consistent with the information sought and the types of wastes to be sampled. In hazardous waste management, the properties and the average concentrations of the hazardous components are usually desired. In this

TABLE 4. SAMPLE CONTAINERS AND CLOSURES RECOMMENDED FOR VARIOUS TYPES OF WASTE

Waste type item	Recommended container	Recommended closure
Oil wastes except pesticides, HC, chlorinated HC, and photosensitive wastes	Linear polyethylene (LPE) bottles,[a] 1000-and 2000-ml(1-qt. and ½-gal.), wide mouth	LPE caps
Pesticides, HC, and chlorinated HC	Glass bottles,[b] wide-mouth, 1000-and 2000-ml (1-qt. and ½-gal.).	Bakelite caps with Teflon liner[c]
Photosensitive wastes	Amber LPE or brown glass[d] bottles, wide-mouth, 1000-and 200-ml (1-qt. and ½-gal.)	LPE caps for the LPE bottles; Bakelite caps with Teflon liner for the glass bottles

[a]Nalgene, Cat. Nos. 2104-0032 and 2120-0005, or equivalent.

[b]Scientific Products, Cat. Nos. 87519-32 and B7519-64, or equivalent.

[c]Available from Scientific Specialities, P.O. Box 352, Randallstown, Md.

[d]Scientific Products, Cat. Nos. B7528-050 and 7528-2L, or equivalent.

TABLE 5. SAMPLING POINTS RECOMMENDED FOR MOST WASTE CONTAINERS

Container type	Sampling point
Drum, bung on one end	Withdraw sample through the bung opening.
Drum, bung on side	Lay drum on side with bung up. Withdraw sample through the bung opening.
Barrel, fiberdrum, buckets, sacks, bags	Withdraw samples through the top of barrels, fiberdrums, buckets, and similar containers. Withdraw samples through fill openings of bags and sacks. Withdraw samples through the center of the containers and to different points diagonally opposite the point of entry.
Vacuum truck and similar containers	Withdraw sample through open hatch. Sample all other hatches.
Pond, pit, lagoons	Divide surface area into an imaginary grid.[a] Take three samples, if possible: one sample near the surface, one sample at mid-depth or at center, and one sample at the bottom. Repeat the sampling at each grid over the entire pond or site.
Waste pile	Withdraw samples through at least three different points near the top of pile to points diagonally opposite the point of entry.
Storage tank	Sample from the top through the sampling hole.
Soil	Divide the surface area into an imaginary grid.[a] Sample each grid.

[a]The number of grid is determined by the desired number of samples to be collected, which when combined should give a representative sample of the wastes.

respect, collecting one representative sample of a given waste is usually adequate. This sample can either be collected from a single sampling point with a composite sampler, or several samples can be collected from various sampling points and combine into one composite sample.

When gathering evidence for possible legal actions, multiple samples of a waste are usually collected. Three identical samples are desirable: one sample is given to the company or organization responsible for the waste, the second sample is submitted to the laboratory for analysis, and the third sample is kept in storage for possible use as a referee sample. Subdividing a waste sample is not recommended unless it is homogeneous.

VOLUME OF SAMPLES

Sufficient volume of a sample, representative of the main body of the waste, must be collected. This sample must be adequate in size for all needs, including laboratory analysis, splitting with other organizations involved, etc. In collecting liquid waste samples in drums, vacuum trucks, or similar containers, the volume collected in the Coliwasa usually determines the volume of the sample. This volume can range from 200 to 1800 (½ pt. to 1.9 qt.). In most cases, 1000 ml(1 qt.) of a sample is usually sufficient. Hazardous wastes usually contain high concentrations of the hazardous components, and only a small aliquot of the sample is used for analysis.

SAMPLING PRECAUTIONS AND PROTECTIVE GEAR

Proper safety precautions must always be observed when sampling hazardous wastes. In all cases, a person collecting a sample must be aware that the waste can be a strong sensitizer and can be corrosive, flammable, explosive, toxic, and capable of releasing extremely poisonous gases.[13] The background information obtained about the waste should be helpful in deciding the extent of sampling safety precautions to be observed and in choosing protective equipment to be used.

For full protection, the person collecting the sample must use a self-contained breathing apparatus, protective clothing, hard hat, neoprene rubber gloves, goggles, and rubber boots.

A self-contained breathing apparatus consists of an air-tight face mask and a supply of air in a pressure tank equipped with a pressure regulator. Protective clothing consists of long-sleeved neoprene rubber coat and pants, or long-sleeved coverall and oil-and-acid proof apron. In hot weather, the coverall-apron combination might be preferred. Table 7 lists the uses and commercial availability of respiratory protective equipment. All equipment except the respirator must be properly washed and cleaned between uses (see Section 5).

TABLE 6. NUMBER OF SAMPLES TO BE COLLECTED

Case No.	Information desired	Waste type	Container type	Number of samples to be collected
1	Average concentration	Liquid	Drum, vacuum truck, and similar containers	1 Collected with Coliwasa
2	Average concentration	Liquid	Pond, pit, lagoon	1 Composite sample of several samples collected at different sampling points or levels
3	Average concentration	Solid (powder or granular)	Bag, drum, bin sack	Same as Case #2
4	Average concentration	Waste pile	--	Same as Case #2
5	Average concentration	Soil	--	1 Composite sample of several samples collected at different sampling areas
6	Concentration range	Liquid	Drum, vacuum truck, storage tank	3 to 10 separate samples, each from a different depth of the liquid
7	Concentration range	Liquid	Ponds, pit, lagoon	3 to 20 separate samples from different sampling points and depths
8	Concentration range	Solid (powder or granular)	Bag, drum, bin	3 to 5 samples from different sampling points
9	Concentration range	Waste pile	--	Same as Case #8
10	Concentration range	Soil	--	3 to 20 separate samples from different sampling areas
11	Average concentration for legal evidence	All types	All containers	3 Identical samples or 1 composite sample divided into 3 identical samples if homogeneous
12	Average concentration	Liquid	Storage tank	Same as Case #2
13	Average concentration	Liquid	Storage tank	Same as Case #6

TABLE 7. RESPIRATORY PROTECTIVE DEVICES RECOMMENDED FOR VARIOUS HAZARDS

Type of hazard	Recommended respiratory device
Oxygen deficiency	Self-contained breathing apparatus, hose mask with blower
Gaseous contaminant immediately dangerous to life	Self-contained breathing apparatus, hose mask with blower, gas mask
Gaseous contaminant not immediately dangerous to life	Air-line respirator, hose mask without blower, chemical-cartridge respirator
Particulate contaminant	Dust, mist, or fume respirator, air-line respirator, abrasive-blasting respirator
Combination of gaseous and particulate contaminants immediately dangerous to life	Self-contained breathing apparatus, hose mask with blower, gas mask with special filter
Combination of gaseous and particulate contaminants not immediately dangerous to life	Air-line respirator, hose mask without blower, chemical-cartridge respirator with special filter

[a]Source: Reference 14.

The self-contained breathing apparatus may not be required in all sampling situations. In some cases, gas masks or chemical cartridge-type respirators with filters will suffice. Table 7 may be used to select the proper protective respiratory device.

For added protection in sampling, a second person with a radio-telephone and first-aid kit must be present to render any necessary help or call for assistance.

SAMPLING PROCEDURES

The following procedures are recommended for sampling different types of hazardous wastes in various containers.

Sampling a Drum

Drums containing liquid wastes can be under pressure or vacuum. A bulging drum usually indicates that it is under high pressure and should not be sampled until the pressure can be safely relieved. A heavily corroded or rusted drum can readily rupture and spill its contents when disturbed; it should only be sampled with extreme caution. Opening the bung of a drum can produce a spark that might detonate an explosive gas mixture in the drum. This situation is difficult to predict and must be taken into consideration every time a drum is opened. The need for full protective sampling equipment cannot be overemphasized when sampling a drum.

1. Position the drum so that the bung is up (drums with the bung on the end should be positioned upright; drums with bungs on the side should be laid on its side, with the bungs up).

2. Allow the contents of the drum to settle.

3. Slowly loosen the bung with a bung wrench, allowing any gas pressure to release.

4. Remove the bung and collect a sample through the bung hole with a Coliwasa, as directed in Section 4.

5. When there is more than one drum of waste at a site, segregate and sample the drums according to waste types, using a table of random numbers as outlined in Appendix D.

Sampling a Vacuum Truck

Sampling a vacuum truck requires the person collecting the sample to climb onto the truck and walk along a narrow catwalk. In some trucks, it requires climbing access rungs to the tank hatch. These situations present accessability problems to the sample collector, who most usually

wear full protective sampling gear. Preferably, two persons should perform the sampling: One person should do the actual sampling and the other should hand the sampling device, stand ready with the sample container, and help deal with any problems. The sample collector should position himself to collect samples only after the truck driver has opened the tank hatch. The tank is usually under pressure or vacuum. The driver should open the hatch slowly to release pressure or to break the vacuum.

1. Let the truck driver open the tank hatch.

2. Using protective sampling gear, assume a stable stance on the tank catwalk or access rung to the hatch.

3. Collect a sample through the hatch opening with a Coliwasa, as directed in Section 4.

4. If the tank truck is not horizontal, take one additional sample each from the rear and front clean out hatches and combine all three samples in one sample container.

5. When necessary, carefully take sediment sample from the tank through the drain spigot.

Sampling a Barrel, Fiberdrum, Can, Bags, or Sacks Containing Powder or Granular Waste

The proper protective respirator (see Table 7), in addition to the other protective gear, must be worn when sampling dry powdered or granular wastes in these containers. These wastes tend to generate airborne particles when the containers are disturbed. The containers must be opened slowly. The barrels, fiberdrums, and cans must be positioned upright. If possible, sample sacks or bags in the position you find them, since standing them upright might rupture the bags or sacks.

1. Collect a composite sample from the container with a grain sampler or sampler trier, as directed in Section 4.

2. When there is more than one container of waste at a site, segregate and sample the containers according to a table of random numbers, as outlined in Appendix D.

Sampling a Pond

Storage or evaporation ponds for hazardous wastes vary greatly in size from a few to a hundred meters. It is difficult to collect representative samples from the large ponds without incurring huge expense and assuming excessive risks. Any samples desired beyond 3.5m(11½ ft) from the bank may require the use of a boat, which is very risky, or the use of a crane or a helicopter, which is very expensive. The

information sought must be weighed against the risk and expense of collecting the samples. The pond sampler described in Section 4 can be used to collect samples as far as 3.5 m(11½ ft) from the bank.

1. Collect a composite sample with pond sampler, as directed in Section 4.

Sampling Soil

The techniques of soil sampling are numerous. The procedures outlined below are adopted from ASTM methods.[15] The procedures are consistent with the hazardous waste management objective of collecting soil samples which is usually to determine the amount of hazardous material deposited on a particular area of land or to determine the leaching rate of the material and/or determine the residue level on the soil. Elaborate statistically designed patterns have been designed for sampling soils. If one of these patterns is to be used, a good statistics book may have to be consulted. In the following procedures, soil samples are taken in a grid pattern over the entire site to ensure a uniform coverage.

1. Divide the area into an imaginary grid (see Table 5).

2. Sample each grid and combine the samples into one.

3. To sample up to 8 cm(3 in.) deep, collect samples with a scoop, as directed in Section 4.

4. To sample beyond 8 cm(3 in.) deep, collect samples with a soil auger or Veihmeyer soil sampler, as directed in Section 4.

Sampling a Waste Pile

Waste piles can range from small heaps to a large aggregates of wastes. The wastes are predominantly solid and can be a mixture of powders, granules, and chunks as large as or greater than 2.54 cm(1 in.) average diameter. A number of core samples have to be taken at different angles and composited to obtain a sample that, on analysis, will give average values for the hazardous components in the waste pile.

1. Determine the sampling points (see Table 5).

2. Collect a composite sample with a waste pile sampler according to the directions in Section 4.

Sampling a Storage Tank

The collection of liquid samples in storage tanks is extremely discussed in the ASTM methods. The procedure used here is adopted from one of those methods.[16]

Sampling a storage tank requires a great deal of manual dexterity. Usually it requires climbing to the top of the tank through a narrow vertical or spiral stairway while wearing protective sampling equipment and carry sampling paraphernalia. At least two persons must always perform the sampling: One should collect the actual samples and the other should stand back, usually at the head of the stairway, and observe, ready to assist or call for help. The sample collectors must be accompanied by a representative of the company, who must open the sampling hole, usually on the tank roof.

1. Collect one sample each from the upper, middle, and lower sections of the tank contents with a weighted bottle sampler, as outlined in Section 4.

2. Combine the samples one container and submit it as a composite sample.

SAMPLE HANDLING

After a sample is transferred into the proper sample container, the container must be tightly capped as quickly as possible to prevent the loss of volatile components and to exclude possible oxidation from the air.

The use of a preservative or additive is not recommended. However, if only one or two components of a waste are of interest, and if these components are known to rapidly degrade or deteriorate chemically or biochemically, the sample may be refrigerated at 4 to 6°C.(39.2 to 42.8°F.) or treated with preservatives according to Section 8.

To split or withdraw an aliquot of a sample, considerable mixing, homogenization, or quartering is required to ensure that representative or identical portions are obtained. When transferring a sample aliquot, open the container as briefly as possible.

IDENTIFICATION OF SAMPLE

Each sample must be labeled and sealed properly immediately after collection.

Sample Labels

Sample labels (Figure 11) are necessary to prevent misidentification of samples. Gummed paper labels or tags are adequate. The label must include at least the following information:

Name of collector.

Date and time of collection.

Place of collection.

Collector's sample number, which uniquely identifies the sample.

OFFICIAL SAMPLE LABEL

Collector_____ Collector's Sample No._____

Place of Collection_____

_____

Date Sampled_____ Time Sampled_____

Field Information_____

_____

_____

Figure 11. Example of official sample label.

OFFICIAL SAMPLE SEAL

State of California
Department of Health Services

Public Health Division
Hazardous Materials Laboratory

Collected by_____ Collector's Sample No._____
(signature)

Date Collected_____ Time Collected_____

Place Collected_____

_____

_____

Figure 12. Example of official sample seal

Sample Seals

Sample seals are used to preserve the integrity of the sample from the time it is collected until it is opened in the laboratory. Gummed paper seals can be used as official sample seals. The paper seal must carry information such as:

Collector's name

Date and time of sampling

Collector's sample number. (This number must be identical with the number on the sample label).

The seal must be attached in such a way that it is necessary to break it in order to open the sample container. An example of a sample seal is shown in Figure 12.

FIELD LOG BOOK

All information pertinent to a field survey and/or sampling must be recorded in a log book. This must be a bound book, preferablèy with consecutively numbered pages that are 21.6 by 27.9 cm(8½ by 11 in.). Entries in the log book must include at least the following:

Purpose of sampling (e.g., surveillance, etc.)

Location of sampling (e.g., hauler, disposal site, etc.) and address

Name and address of field contact

Producer of waste and address

Type of process (if known) producing waste

Type of waste (e.g., sludge, wastewater, etc.)

Declared waste components and concentrations

Number and volume of sample taken

Description of sampling point

Date and time of collection

Collector's sample identification number(s)

Sample distribution (e.g., laboratory, hauler, etc.)

References such as maps or photographs of the sampling site

Field observations

Any field measurements made such as pH, flammability, explositivity, etc.

Sampling situations vary widely. No general rule can be given as to the extent of information that must be entered in the log book. A good

rule, however, is to record sufficient information so that someone can reconstruct the sampling situation without reliance on the collector's memory.

The log book must be protected and kept in a safe place.

CHAIN OF CUSTODY RECORD

To establish the documentation necessary to trace sample possession from the time of collection, a chain of custody record must be filled out and accompany every sample. This record becomes especially important when the sample is to be introduced as evidence in a court litigation. An example of a chain of custody record is illustrated in Figure 13.

The record must contain the following minimum information:

Collector's sample number

Signature of collector

Date and time of collection

Place and address of collection

Waste type

Signatures of persons involved in the chain of possession

Inclusive dates of possession

SAMPLE ANALYSIS REQUEST SHEET

The sample analysis request sheet (Figure 14) is intended to accompany the sample on delivery to the laboratory. The field portion of this form must be completed by the person collecting the sample and should include most of the pertinent information noted in the log book. The laboratory portion of this form is intended to be completed by laboratory personnel and to include:

Name of person receiving the sample

Laboratory sample number

Date of sample receipt

Sample allocation

Analyses to be performed

SAMPLE DELIVERY TO THE LABORATORY

Preferably, the sample must be delivered in person to the laboratory for analysis as soon as practicable--usually the same day as the sampling. Consult Section 8 when sample preservation is required. The sample must

California Department of Health
Hazardous Materials Laboratory

Collector's Sample No. _____

CHAIN OF CUSTODY RECORD

Hazardous Materials

Location of Sampling: __ Producer __ Hauler __ Disposal Site

__ Other: _____

Company's Name _____ Telephone (___) _____

Address _____
number street city state zip

Collector's Name _____ Telephone (___) _____
signature

Date Sampled _____ Time Sampled _____ hours

Type of Process Producing Waste _____

Waste Type Code _____ Other _____

Field Information _____

_____

_____

Sample Allocation:

1. _____
name of organization
2. _____
name of organization
3. _____
name of organization

Chain of Possession

1.	signature	title	inclusive dates	
2.	signature	title	inclusive dates	
3.	signature	title	inclusive dates	

Figure 13. Example of chain of custody record

PRIORITY_____
(explain)_____

California Department of Health Services
Hazardous Materials Laboratory

HAZARDOUS MATERIALS SAMPLE ANALYSIS REQUEST

PART I: FIELD SECTION

Collector_____ Date Sampled_____ Time_____hours

Location of Sampling_____
name of company, disposal site, etc.

Address_____
number street city state zip

Telephone (___)_____ Company Contact_____

HML NO. (Lab only)	COLLECTOR'S SAMPLE NO.	TYPE OF SAMPLE*	FIELD INFORMATION**

Analysis Requested_____

Special Handling and/or Storage_____

PART II: LABORATORY SECTION

Received by_____ Title_____ Date_____
Sample Allocation: __HML __LBL __LABL __SRL Date_____
Analysis Required_____

*Indicate whether sample is sludge, soil, etc.;**Use back of page for additional information.

Figure 14. Example of hazardous waste sample analysis request sheet

be accompanied by the chain of custody record and by a sample analysis request sheet (Figure 14). The sample must be delivered to the person in the laboratory authorized to receive samples (often referred to as the sample custodian).

SHIPPING OF SAMPLES

When a sample is shipped to the laboratory, it must be packaged in a proper shipping container to avoid leakage and/or breakage. A cardboard box that will provide at least 10 cm(4 in.) of tight packing around the sample container must be used. Acceptable packing materials include sawdust, crumpled newspapers, vermiculite, polyurethane chips, etc. Other samples that require refrigeration must be packed with reusable plastic packs or cans of frozen freezing gels in molded polyurethane boxes with sturdy fiberboard protective case. The boxes must be taped closed with masking tape or fiber plastic tape.

All packages must be accompanied by a sample analysis sheet and chain of custody record. Complete address of the sender and the receiving laboratory must legibly appear on each package. When sent by mail, register the package with return receipt requested. When sent by common carrier, obtain a copy of the bill of lading. Post office receipts and bill of lading copies may be used as part of the chain of custody documentation.[17]

SECTION 7

RECEIPT AND LOGGING OF SAMPLE

Field samples are delivered to the laboratory either personally or through a public carrier. In the laboratory, a sample custodian should be assigned to receive the samples. Upon receipt of a sample, the custodian should inspect the condition of the sample and the sample seal, reconcile the information on the sample label and seal against that on the chain of custody record, assign a laboratory number, log in the sample in the laboratory log book, and store the sample in a secured sample storage room or cabinet until assigned to an analyst for analysis.

SAMPLE INSPECTION

The sample custodian should inspect the sample for any leakage from the container. A leaky container containing multiphase sample should not be accepted for analysis. This sample will no longer be a representative sample. If the sample is contained in a plastic bottle and the walls show any bulging or collapsing, the custodian should note that the sample is under pressure or releasing gases, respectively. A sample under pressure should be treated with caution. It can be explosive or release extremely poisonous gases. The custodian should examine whether the sample seal is intact or broken, since broken seal may mean sample tampering and would make analysis results inadmissible in court as evidence. Discrepancies between the information on the sample label and seal and that on the chain of custody record and the sample analysis request sheet should be resolved before the sample is assigned for analysis. This effort might require communication with the sample collector. Results of the inspection should be noted on the sample analysis request sheet and on the laboratory sample log book.

ASSIGNMENT OF LABORATORY NUMBER

Incoming samples usually carry the inspector's or collector's identification numbers. To further identify these samples, the laboratory should assign its own identification numbers, which normally are given consecutively. Each sample should be marked with the assigned laboratory number. This number is correspondingly recorded on a laboratory sample log book along with the information describing the sample. The sample information is copied from the sample analysis request sheet and cross-checked against that on the sample label.

ASSIGNMENT OF SAMPLE FOR ANALYSIS

In most cases, the laboratory supervisor assigns the sample for analysis. The supervisor should review the information on the sample analysis request sheet, which now includes inspection notes recorded by the laboratory sample custodian. The supervisor should then decide what analyses are to be performed. The sample may have to be split with other laboratories to obtain tne necessary information about the sample. The supervisor should decide on the sample allocation and delineate the types of analyses to be performed on each allocation. In his own laboratory, the supervisor should assign the sample analysis to at least one chemist, who is to be responsible for the care and custody of the sample once it is handed to him. He should be prepared to testify that the sample was in his possession or secured in the laboratory at all times from the moment it was received from the custodian until the analyses were performed.

The receiving chemist should record in his laboratory notebook the identifying information about the sample, the date of receipt, and other pertinent information. This record should also include the subsequent analytical data and calculations.

SECTION 8

PRESERVATION AND STORAGE OF SAMPLES

Ideally, hazardous waste samples should be analyzed immediately after collection for maximum reliability of the analytical results. Hazardous wastes are such complex mixtures that it is difficult to exactly predict the physical, biological, and chemical changes that occur in the samples with time. After collection of samples, pH may change significantly in a matter of minutes; sulfides and cyanides may be oxidized or evolve as gases; and hexavalent chromium may slowly be reduced to the trivalent state. Certain cations may be partly lost as a result of adsorption to the walls of the sample containers. Growth of microorganisms may also cause changes to certain constituents of the sample. Volatile compounds may be rapidly lost.

In a number of cases, the above changes may be slowed down or prevented by refrigeration at 4 to 6°C, or by the addition of preservatives. However, these treatments mostly apply to one or two components or properties. Refrigeration may deter the evolution of volatile components and acid gases such as hydrogen sulfides and hydrogen cyanides, but it also introduces the uncertainty that some salts may precipitate at lower temperature. On warming to room temperature for analysis, the precipitates may not redissolve, thus incurring error in determining the actual concentrations of dissolved sample constituents. Addition or preservatives may retard biochemical changes, whereas other additives may convert some constituents to stable hydroxides, salts, or compounds. Unknown in these treatments, however, is the possible conversion of other compounds to other forms (such as the products of nitration, sulfonation, oxidation, etc., of organic components). In subsequent analyses, the results may not reflect the original identity of the components.

Thus, both advantages and disadvantages are associated with the refrigeration and/or addition of preservatives or additives to waste samples. These methods of preservation or stabilization are not recommended for hazardous waste samples unless only one or two components or properties are to be analyzed.

Standard methods books [18,19] have compilations of useful preservatives for various constitutents. Table 8 is excerpted from these lists and shows only the preservation methods that may be used for hazardous wastes.

TABLE 8. METHODS OF PRESERVATION FOR HAZARDOUS WASTES

Waste constituent to be preserved	Preservation method	Storage time
Acidity	Cool to 4° C	24 hr
Alkalinity	Cool to 4° C	24 hr
Ammonia	Add 1 ml conc. H_2SO_4/ℓ	24 hr
Arsenic	Add 6 ml conc. HNO_3/ ℓ	6 months
Chlorine	Cool to 4° C	24 hr
Chromium (VI)	Add 6 ml conc. H_2SO_4/ℓ	24 hr
Cyanides	Add 2.5 ml of 50% NaOH/ℓ ; cool to 4° C	24 hr
Fluoride	Cool to 4° C	7 days
Metals:		
1) dissolved	Filter on site; add 5 ml conc. HNO_3/ℓ	6 months
2) suspended	Filter on site	6 months
3) Total	Add 5 ml conc. HNO_3/ℓ	6 months
Mercury		
1) dissolved	Filter; add 5 ml conc. HNO_3/ℓ	38 days
2) Total	Add 5 ml conc. HNO_3/ℓ	38 days
pH	Determine on site; cool to 4° C	6 hr
Phenolics	Add H_3PO_4 to pH 4 and 1 g. $CuSO_4$/ℓ ; refrigerate at 4° C	24 hr
Residue, volatile	Cool to 4° C	7 days
Selenium	Add 5 ml conc. HNO_3/ℓ	6 months
Specific conductance	Cool to 4° C	24 hr
Sulfide	Add 2 ml of 2N $Zn(AC)_2$/ℓ	24 hr
Sulfide	Cool to 4° C	24 hr
Zinc	Add 4 ml conc. HCl/ℓ	--

[a]Source: References[18,19,and20]

REFERENCES

1. Stephens, R. D. 1976. Hazardous Sampling; Residual Management by Land Disposal. Proceedings of the Hazardous Waste Research Symposium, University of Arizona, Tucson, Ariz.

2. Eichenberger, B., J. R. Edwards, K. Y. Chen, and R. D. Stephens. 1977. A Case Study of Hazardous Wastes Input Into Class I Landfills. U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio.

3. Merck Index, An Encyclopedia of Chemicals and Drugs. 1968. 9th Ed. Merck & Co., Rahway.

4. Chemical Resistance of Excelon R-4000. 1977. Thermoplastic Process, Inc., Stirling, N.J.

5. Sampling Procedure for Animal Feed. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 1975. 12th Ed. Washington, D.C., p. 129.

6. Guidelines on Sampling and Statistical Methodologies for Ambient Pesticide Monitoring. 1974. Federal Working Group on Pest Management, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C., p. III-5.

7. Veihmeyer, F. J. 1929. An Improved Soil-Sampling Tube. Soil Science 27(2): 147-152.

8. American Society for Testing and Materials. 1975. ASTM D270. ASTM Standards. The Society, Philadelphia, Pa.

9. American Society for Testing and Materials. 1973. ASTM E 300. ASTM Standards. The Society, Philadelphia, Pa.

10. Sax, I. N. 1968. Dangerous Properties of Industrial Materials. 3rd Ed. Van Nostrand Reinhold Co. New York, N.Y.

11. Condensed Chemical Dictionary. 1977. 8th Ed. Van Nostrand Reinhold Co., New York, N.Y.

12. Toxic and Hazardous Industrial Chemicals Safety Manual for Handling and Disposal With Toxicity and Hazardous Data. 1976. International Technical Information Institute, Tokyo, Japan.

13. Dunlap, J. 1972. Industrial Waste Law (AB 596), State of California.

14. Bureau of Labor Standards. Respiratory Protective Equipment. Bulletin 226. Safety in Industry; Environmental and Chemical Hazards, No. 3. U.S. Department of Labor, Washington, D.C.

15. American Society for Testing and Materials. ASTM D1452, D1586 and D3550. ASTM Standards. The Society, Philadelphia, Pa.

16. American Society for Testing and Materials. ASTM D270 and E 300 ASTM Standards. The Society, Philadelphia, Pa.

17. Compliance Monitoring Procedures. 1974. EPA 330/1-74-/002. U.S. Environmental Protection Agency, Denver, Colo.

18. Manual of Methods for Chemical Analysis of Water and Wastewater. 1974. EPA-625/6-74-003. U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C.

19. Standard Methods for Examination of Water and Wastewater. 1975. 14th Ed. American Public Health Association, New York, N.Y.

20. Collection, Storage, Transportation, and Pretreatment of Water and Wastewater Samples. 1971. California Department of Health Services, Berkeley, Ca.

APPENDICES

APPENDIX A. DEVELOPMENT OF THE COMPOSITE LIQUID WASTE SAMPLER (COLIWASA)

Early in the development of the California waste management program, the needs were recognized for accurate information about waste composition and adequate equipment and procedures for sampling and analysis.

In 1975, the California Department of Health Services engaged in a cooperative study with the University of Southern California (Environmental Engineering Department) under U.S. Environmental Protection Agency's sponsorship to collect and analyze a large number of hazardous waste samples at a number of Class I disposal sites in Los Angeles County. In the preparation of this study, the Department of Health Services personnel designed and constructed a simple tube sampler suitable for use in liquid and sludge wastes. The objective of the sampler design was to obtain samples representative of complex, heterogeneous wastes contained in vacuum trucks and drums. In preliminary testing, the prototype design shown in Figure A-1 appeared to give good representative samples. At this time, the sampling device was named the composite liquid waste sampler, or Coliwasa for short.

Requirements for Hazardous Waste Sampling Procedures and Equipment

Approximately 24 of these devices were constructed for use in the Los Angeles County sampling program. During a 2-week period in 1975, 400 samples of hazardous wastes were taken from vacuum trucks and drums. The wastes represented an extremely wide variety of chemical compositions and physical characteristics. The experience given by this sampling program emphasized the following important requirements of hazardous waste sampling procedures and equipment:

1) Sampling equipment must be of simple design to facilitate easy cleaning or to allow discard if necessary to prevent sample cross contamination. Many wastes, because of their chemical composition and/or physical nature, so fouled sampling equipment that it required discarding or extensive cleaning. Extensive cleaning produces a significant volume of cleaning waste that must be properly disposed. Equipment that has complicated valves, levers, and other fittings would never survive many hazardous wastes.

2) Equipment must be light weight and leak proof. Sampling personnel are required to climb and move about on tank trucks and other dangerous areas while holding sampling equipment. Once the sampler is filled with its

charge of hazardous waste, it must not discharge until properly inside a sample receptacle. Thus, a positive locking mechanism is needed.

3) Several types of sampling equipment must be available, for no one design or material meets all hazardous waste sampling requirements.

4) Sampling requires a minimum of two persons equipped with the proper and complete complement of safety equipment. Even at a well-run waste disposal site using an approved manifest system, surprises occur. A waste sample collector never knows for sure what he will find when a vacuum truck or barrel is opened.

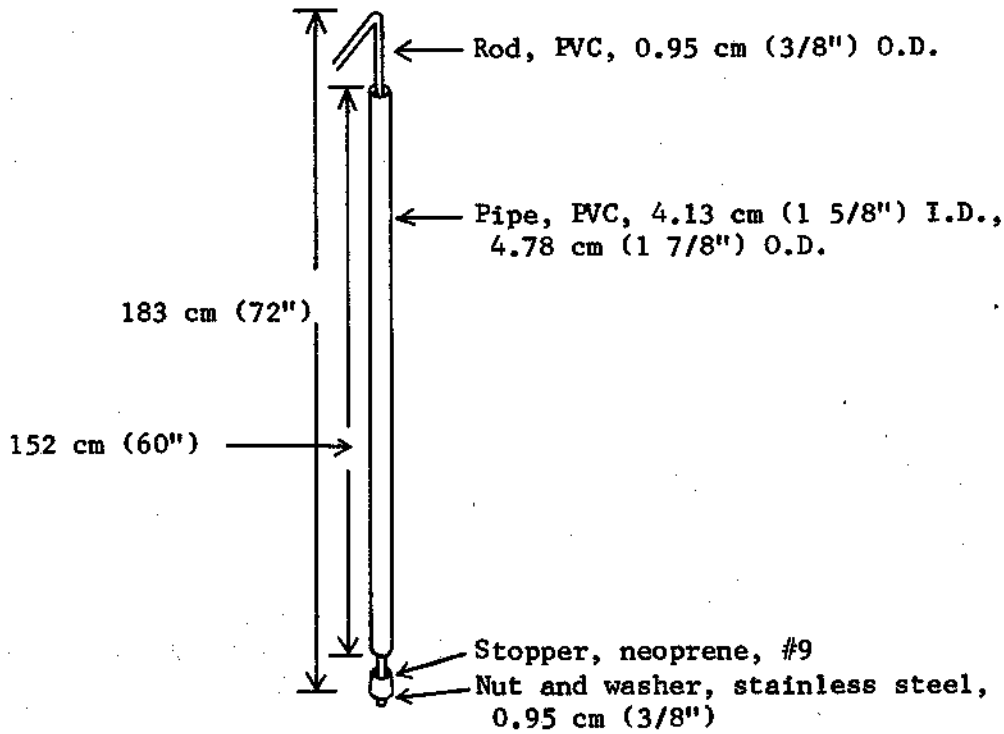


Figure 1. Coliwasa, Model 1.

Sampler Selection

A review of the literature was conducted to investigate the availability of commercial equipment that would better suit the sampling requirements than the Coliwasa. The guidelines used in the selections were commercial availability, cost, simplicity in design, chemical inertness, and adaptability for use in composite sampling of liquid hazardous wastes.

Preliminary tests were performed on a number of candidate liquid samplers. The tests included physical inspections of the sampling mechanisms for ease of operation and applicability. Water was the initial test liquid. The test water was placed in a fabricated tank made out of a

122-cm(4-ft) tall by 15.2-cm(6-in.) I.D. glass cylinder. Each sampler under test was lowered slowly into the tank to determine whether the check valve or closing device or sampling orifice would allow the sample to flow in the sampler. The sampler was then withdrawn and tested for leakage and ease of transfer of the collected sample.

None of the commercially available samplers was found to be satisfactory. The Coliwasa designed by the Department of Health Services appeared to be the most promising.

First Coliwasa Model

The early design of the Coliwasa (Model 1; Figure A-1) consisted of 1.52-m(5-ft.) by 4.13-cm(1 5/8-in.) I.D., opaque PVC pipe as the sampling tube and a neoprene stopper attached to one end of a 0.95-cm(3/8-in.) O.D. PVC rod as the closing mechanism. To collect a sample with this sampler, the stopper is pushed out about 5 cm(2 in.) from the bottom end of the sampling tube. Then the sampler is lowered straight down through the body of liquid waste to be sampled to the bottom of the waste container. The liquid in the tube is trapped by plugging the bottom of the tube with the stopper by pulling up the stopper rod with one hand and holding the tube with the other hand.

This early design of the Coliwasa, albeit functional, was deficient in a number of aspects. First, it was difficult to put the sampler in the close position. The stopper did not easily line up with the bottom opening of the sampling tube. Several manipulations of the stopper rod were usually required to effect closure. This difficulty tended to disturb the bottom layer of the waste being sampled and undoubtedly contributed to the collection of nonrepresentative samples.

Second, the sampler was not equipped with a mechanism that positively and independently locked it closed. Closure was maintained by using one hand to hold the sampling tube and the other hand to maintain a constant upward pressure on the upper end of the stopper rod to keep the stopper tightly seated against the bottom opening of the sampler. In some sampling instances, this method of closure was not always practical. When sampling waste containers as deep as the length of the sampler, the operator could not withdraw the sampler without freeing the hand that maintains the closing pressure on the stopper rod. Thus, the snug contact between the neoprene stopper and the inner opening of the sampling tube was the only force that locked the sampler closed. The weight of the sample contained in the sampling tube has in some cases pushed out the stopper, resulting in lost samples and exposure of the sample collector to unnecessary hazards.

Third, samples contained in the sampler were difficult to transfer into sample containers at regulated rates, and caused some samples to be lost from splashings.

Attempts were made to improve the first model of the Coliwasa. These efforts led to fabrication of the other models shown in Figures A-2 through A-5, and finally to the recommended version as shown in Figure 1 of the text.

Models 2 and 3

The improvement in the second model of the Coliwasa (Figure A-2) consisted of making diametrical slits, 5 cm(2 in.) deep by 2 cm(0.79 in.) wide, and indentations 90° from the slits at the top of the sampler tube. The slits accommodate the T-handle of the stopper rod in the open position, which allows the stopper to extend down about 5 cm(2 in.) below the bottom of the sampler. The indentations serve as support for the T-handle when the sampler is placed in the close position. When this improved Coliwasa was tested the neoprene stopper still did not readily line up with the bottom opening of the sampling tube. Several twisting manipulations of the stopper rod were required to bring the sampler into the close position. This problem was remedied by installing three stainless steel guide wires (18 gauge) on the stopper, with the upper wire ends secured to the stopper rod, as shown in Figure A-3. This version (Model 3) of the sampler was again tested. The sampler was found functional and relatively easy to operate. It can be disassembled and reassembled for cleaning in about 2 minutes. It can be built for less than $10.00. The closing tension on the stopper of this sampler, however, is not easily adjusted while sampling. This drawback might incur some sample loss.

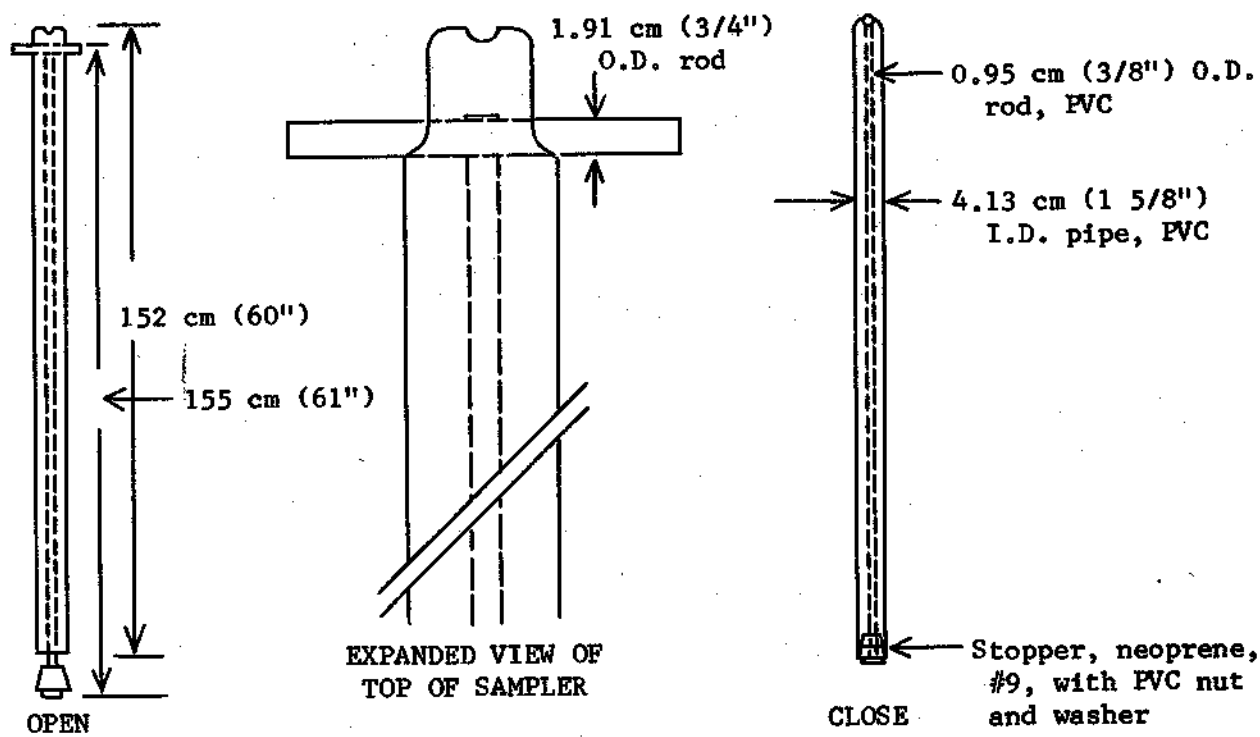


Figure A-2. Coliwasa, Model 2.

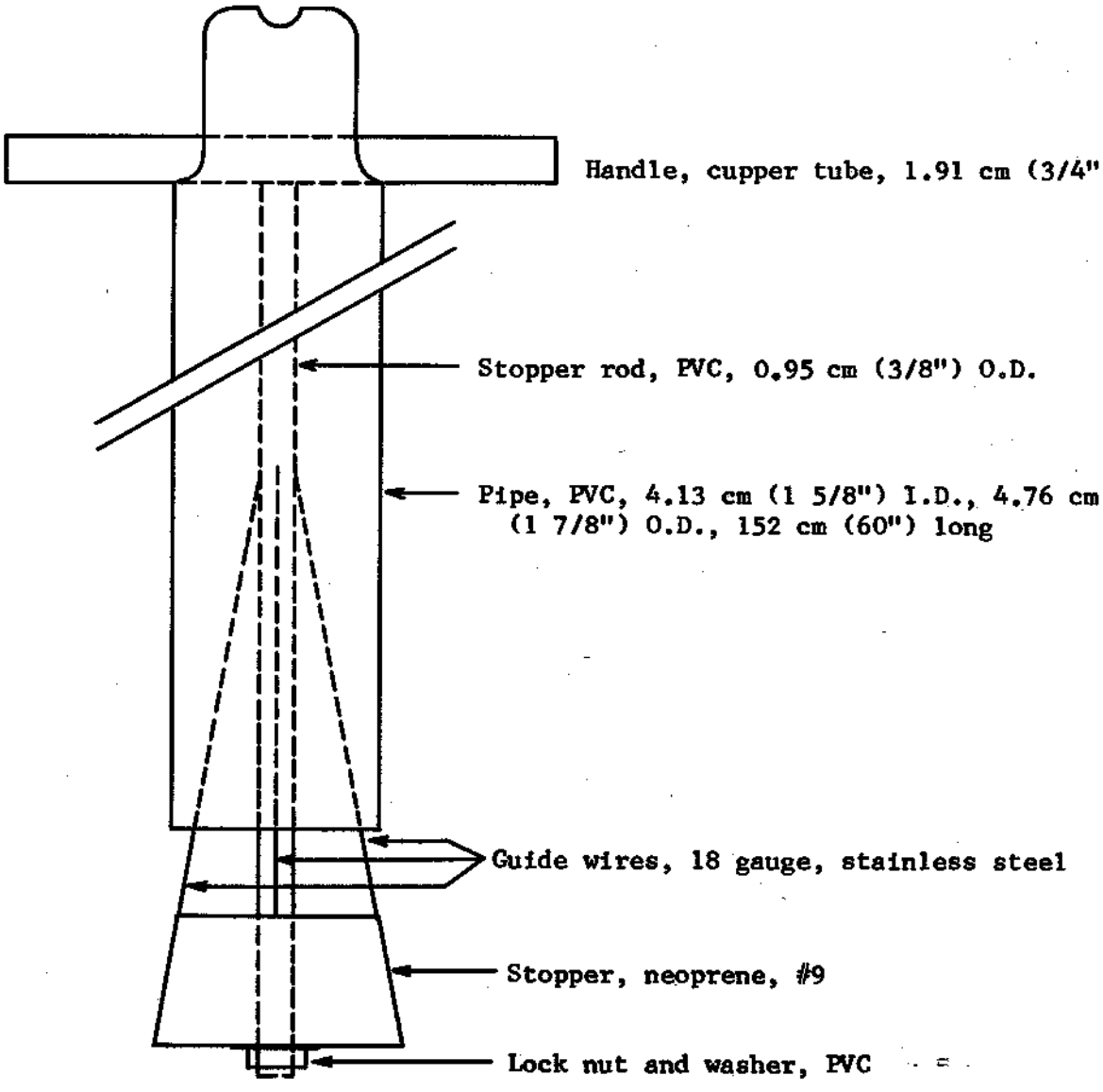


Figure A-3. Coliwasa, Model 3.

Model 4

Further investigation into improving the design of the Coliwasa resulted in Model 4(Figure A-4). In this version, the locking mechanism of the sampler consisted of a threaded PVC plug that rides on a short threaded 0.95-cm(3/8-in.) O.D. metal rod. The metal rod is coupled with the PVC stopper rod. To sample, the plug is screwed out about 5 cm and then the stopper rod is pushed downward to open the sampler. The sampler is lowered slowly into the liquid. Upon reaching the bottom of the container, the stopper rod is pulled up to close the sampler. The PVC plug is screwed in until tight to secure the stopper in the close position. This design of the Coliwasa is simple, functional, and provides the person collecting the sample with control over the tightness of the stopper against the bottom of the sampler. It is, likewise, easily disassembled and reassembled for cleaning. This sampler, however, is slow to operate, the PVC plug does not screw in and out fast enough. This drawback tends to expose the sample collector to the liquid waste during sampling longer than is perhaps necessary.

Model 5

Another model of the Coliwasa was fabricated using a closing principle similar to a float valve (Figure A-5). This sampler was fabricated from a 1.52-m(5-ft) by 5.1-cm(2-in.) I.D. plastic pipe. At the bottom end is a plastic reducer fitting (5.1-cm(2-in.) to 3.18-cm(1.5-in.) I.D.). A manually operated neoprene rubber plug attached to a rod is used as the closing device. When sampling, the rubber plug is raised about 5 cm(2-in.) above its seat, and the sampler is slowly lowered into the liquid. On reaching the bottom of the container, the sampler is closed by slowly lowering the plug back to its seat. The sampler is withdrawn and the sample is discharged into a sample container. Tests performed on this sampler showed no leakage of collected samples. This sampler was also found to be the easiest to disassemble and reassemble for cleaning. However, the annular clearance between the outside diameter of the stopper and the inside diameter of the sampling tube was too narrow. The sampler tended to stir the liquid mixture on filling, which could incur the collection of nonrepresentative sample. In addition, the sampler tended to exclude large particles in the wastes. Increasing the tube/stopper annular clearance did not seem practical because it conversely reduced the opening of the reducer fitting of the sampling tube.

Final Design

A much improved and recommended model of the Coliwasa is shown in Figure 1 of the text. This model features three main improvements over the previous models. The first improvement consists of the use of a positive, quick engaging closing and locking mechanism. This mechanism consists of a short-length, channeled aluminum bar that is attached to the sampler's stopper rod by an adjustable swivel. The aluminum bar serves both as a T-handle and lock for the sampler's closure system. When the sampler is in the open position, the handle is placed in the T-position and pushed down agains the locking block. This manipulation pushes out the

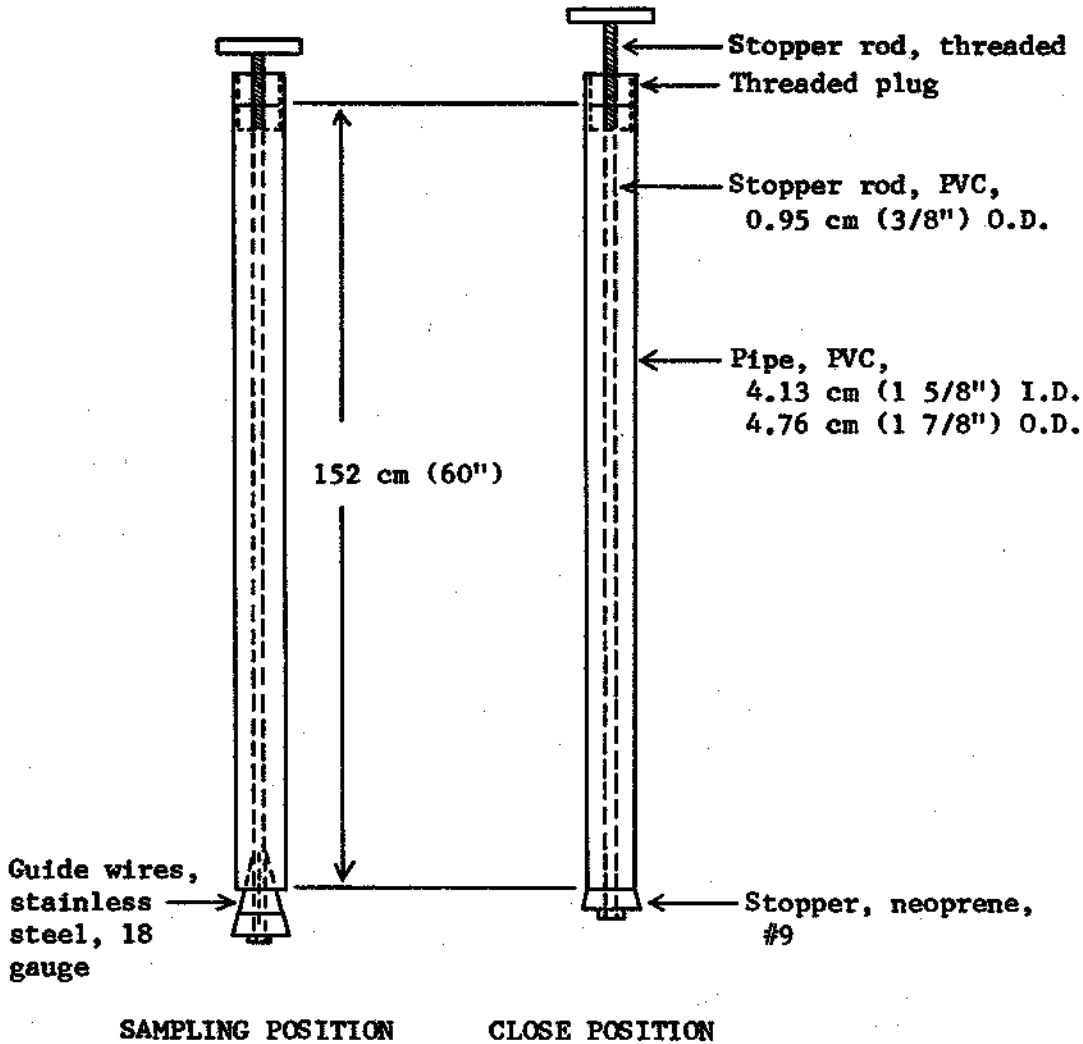


Figure A-4. Coliwasa, Model 4.

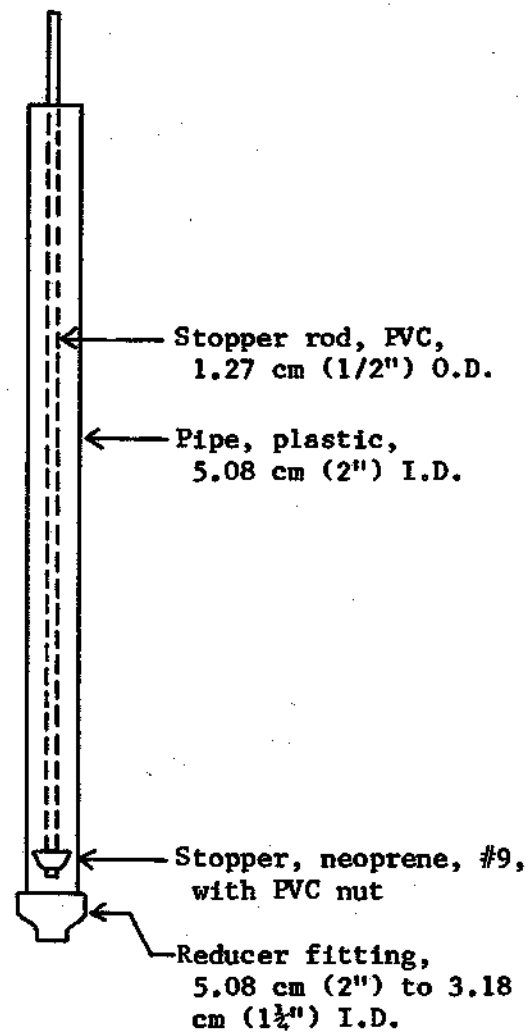


Figure A-5. Coliwasa, Model 5.

neoprene stopper and opens the sampling tube. In the close position, the handle is rotated until one leg of the T is squarely perpendicular against the locking block. This tightly seats the neoprene stopper against the bottom opening of the sampling tube and positively locks the sampler in the close position. The closure tension can be adjusted by shortening or lengthening the stopper rod by slightly screwing it in or out of the T handle swivel. In discharging a collected sample, the T handle is slowly brought into the T-position. This facilitates the opening of the sampler at a controllable rate and permits the transfer of the sample into a sample container at a regulated rate, thus minimizing splashing or loss of sample.

The second improvement made is the use of a sharply tapered neoprene stopper. The sharp taper of the stopper eliminates the use of guide wires and facilitates the proper seating of the stopper against the opening of the sampling tube on closure. This stopper can be fabricated to specfications by plastic products manufacturers at an extremely high price, or it can be made by simply grinding down the inexpensive and commercially available neoprene stopper to the desired taper with a shop grinder (Note 1 in Appendix B).

The third improvement is the use of translucent PVC and glass pipes as the sampling tubes. These tubes permit the observation of the phases of the liquid waste sample collected in the sampler. The glass sampling tube is usually used with a Teflon stopper rod. Each tube is used for different purposes, as described in Section 4 of the text.

The improved model of the Coliwasa was tested in the field and in the laboratory and found to be the most practical and capable of collecting representative samples of multiphase liquid wastes samples.

Laboratory Tests

In the laboratory, the testing was conducted using test liquid mixtures in a 122-cm (4-ft) tall by 15.2-cm(6-in.) I.D. glass cylindrical tank. The glass tank was ideal for the tests because it permitted observation and measurement of the relative heights of the liquid phases.

A two-phase liquid mixture consisting of about 13.9 liters of water and 3.29 liters of waste oil was sampled with the Coliwasa. The sample was emptied into a 1000-ml (1.056 qt) graduated cylinder. The relative volumes of the liquids were determined and given in Table A-1.

The results indicate that the Coliwasa is capable of obtaining a representative sample of a two-phase liquid mixture.

TABLE A-1.

Relative Volumes of Liquids in the Two-Phase Mixture

Item	Oil	Water
% by height of phases in tank	19	81
% by volume collected	22	78

A three-phase mixture was sampled next. The mixture was prepared by combining waste oil, water, and trichloroethylene (TCE) in the test tank. The TCE extracted some of the waste oil and foamy emulsions formed at the oil/water and the water/TCE interfaces. However, three distinct phases were still obtained. Just like the previous experiment, the starting heights of the liquid phases for each trial were measured. The mixture was sampled with the Coliwasa. The samples were each discharged into 1000-ml (1.056 qt) graduated cylinders and the relative volumes of the liquid phases were determined (Table A-2).

TABLE A-2.

Relative Volumes of Liquids in the Three-Phase Mixture

Item	Oil	Aqueous	TCE
Trial I:			
% by height of phases in tank	7.9	77.4	14.7
% by volume collected	9.7	79.6	10.8
Trial II:			
% by height of phases in tank	9.3	75.0	15.0
% by volume collected	10.2	79.0	10.7
Average:			
% by height of phases in tank	8.8	76.0	15.0
% by volume collected	9.8	79.0	11.0

The results indicate that the Coliwasa is capable of collecting a representative sample of a three-phase mixture within 5% accuracy. The greatest nonrepresentative error, as anticipated, occured at the bottom phase because the sampler's rubber stopper prevents sampling of the last 2.54 cm(1 in.) to the bottom of the container. This error decreases as the bottom phase increases in volume as compared to the upper phases. With less viscous and completely immiscible test liquids, the representativeness of the sample collected approaches unity.

Field Tests

The field tests consisted of sampling liquid wastes in drums and in vacuum trucks. Drums of unknown liquid wastes are sampled at a hazardous waste (Class I) disposal site in California. The sampler, which has a 4.8-cm (1 7/8-in.) O.D., easily cleared through the drum's bung holes.

Sampling was relatively fast. From the time a drum was opened, a sample was collected and transferred into a container in less than 5 minutes. While a sample was in the sampler, no leakage was detected, indicating a positive seal by the sampler's closing mechanism. On the transfer of sample to a container, no splashings were observed, showing that the sampler's content can be discharged at a regulated rate.

A drum containing a two-phase liquid waste mixture was also sampled. Replicate samples were obtained, and each was placed in separate containers. The ratios of the liquid phases in each of the samples were determined and found to be approximately the same, indicating that reproducible samples can be collected with the sampler.

Incoming vacuum trucks carrying liquid wastes to the disposal site were sampled next with the Coliwasa. Again, the sampler was found to be functional and very easy to use. Collection of samples was very fast, minimizing the exposure of the sample collector to hazardous fumes and other emissions from the wastes. Only one vacuum truck with a narrow hatch opening and a total depth of about 163 cm(5.3 ft) was not successfully sampled. The sampling tube of the Coliwasa is only 152 cm(5 ft) long. A longer sampling tube (i.e.,183 cm(6 ft) long) could have remedied the problem.

APPENDIX B. PARTS FOR CONSTRUCTING THE COLIWASA

Item	Supplier	Approximate Cost[a]
Sample tube, PVC plastic, translucent, 4.13 cm(1 5/8 in.) I.D. X 1.52 m(5 ft) long X 0.4 cm(5/32 in.)	Plastic supply houses	$ 4.00 each
Sample tube, glass borosilicate, 4.13 cm(1 5/8 in.) I.D. X 1.52 m (5 ft) long, Code 72-1602.	Corning Glass Works, Corning, N.Y.	$18.00 each
Stopper, rubber, neoprene, #9, modified as described in footnote.[b]	Laboratory supply	$ 6.00/0.45 kg(1lb)
Stopper rod, PVC, 0.95 cm(3/8 in.) O.D. X 1.67 m(5½ ft) long.	Plastic supply houses	$ 5.00/6.1 m (20 ft)
Stopper rod, Teflon, 0.95 cm(3/8 in.) O.D. X 1.67 m(5½ ft) long.	Plastic supply houses	$30.00/3.05 m (10 ft)
Locking block without sleeve, PVC, 3.8 cm(1½ in.) O.D. X 10.2 cm(4 in.) long with 1.11-cm(7/16 in.) hole drilled through center.	Fabricate. Rods available at plastic supply houses. Can be bought in 30.48 cm(1 ft)length	
Sleeve, PVC, 4.13 cm(1 5/8 in.) I.D. X 6.35 (2½ in.) long.	Fabricate from stock of 4.13 cm(1 5/8 in.) I.D. PVC pipe. Available at plastic supply houses	$ .80/30.48 cm(ft)
T-handle, aluminum, 18 cm(7 in.)long X 2.86 cm(1 1/8 in.) wide with 1.27 cm(½ in.) wide channel.	Fabricate. Aluminum bar stock available at hardware stores.	$3.00/1.83 m(6 ft)
Swivel, aluminum bar, 1.27 cm(½ in.) square X 3.8 cm(1½ in.)long with 3/8 National Coarse (NC) inside thread to attach stopper rod.	Fabricate. Aluminum bar stock available at hardware stores.	$ 3.00/1.83 m(6 ft)
Nut, PVC, 3/8 in. NC thread	Plastic supply houses	$ .03 each
Washer, PVC, 3/8 in.	Plastic supply houses	$ .03 each
Nut, SS, 3/8 in., NC	Hardware stores	$ .10 each
Washer, SS, 3/8 in.	Hardware stores	$ .10 each
Bolt, 3.12 cm(1 ¼ in.)long X 3/16 in.	Hardware stores	$ .10 each
Nut, 3/16 in., NC	Hardware stores	$ .03 each
Washer, lock 3/16 in.	Hardware stores	$ .03 each

[a] 1977 prices

[b] Shape the stopper into a cone as follows: Bore a 0.95-cm(3/8-in.) diameter center hole through the stopper. Insert a short piece of 0.95-cm(3/8-in.) O.D. handle through the hole until the end of the handle is flush against the bottom (smaller diameter) surface of the stopper. Carefully and uniformly turn the stopper into a cone against a grinding wheel. This is done by turning the stopper with the handle and grinding it down conically from about 0.5 cm(3/16 in.) of the top (larger diameter) surface to the edge of the 0.95-cm(3/8-in.) hole on the bottom surface.

APPENDIX C. CHECKLIST OF ITEMS REQUIRED IN THE FIELD SAMPLING OF HAZARDOUS WASTES.

Quantity	Item	Use	Supplier	Approximate Cost
1	Coliwasa, plastic type (Section 4)	To sample liquid wastes, except ketones, nitrobenzene, dimethylforamide, tetrahydrofuran and pesticides	Fabricate; Parts can be purchased from hardware stores (see Section 4)	$ 16.00
1	Coliwasa, glass type (Section 4)	To sample liquid waste with pesticides, and other wastes that cannot be sampled with plastic Coliwasa except strong alkali and hydrofluoric acid solution	Fabricate; Glass tube available from Corning Glass Co. Corning, N.Y.14830 (see Section 4)	$ 25.00
1	Soil sampler,auger (Section 4)	To sample contaminated soil, dried ponds, etc.	Weyco Distributor 1417 Heskett Way Sacramento,Calif. 95825	$ 70.00
1	Grain sampler (Section 4)	To sample powdered or granular wastes	Laboratory supply houses	$ 50.00
1	Scoop, stainless steel blade (Section 4)	To sample top soil or shallow layers of solid wastes	Cole-Parmer Instruments Chicago, Ill.	$ 25.00

APPENDIX C (continued).

Quantity	Item	Use	Supplier	Approximate Cost
1	Veihmeyer soil sampler (Section 4)	To collect soil core samples	Hansen Machine, 334 N. 125h St., Sacramento,Calif. 95815	$ 200.00
1	Pond sampler (Section 4)	To sample ponds, pits, etc.	Fabricate (see Section 4).Clamps available at Cole-Parmer Instrument 3060 Gibraltar Ave. Costa Mesa,Calif. 92626	$ 9.00
			Telescoping handle available at swimming pool supply houses	$ 16.24
1	Trier, single slot (Section 4)	To sample granular and powdered material in piles, sacks, fiberdrums, etc.	Curtin-Matheson Scientific 470 Valley Drive P.O.Box 386 Brisbane,Calif. 94005	$ 25.00
1	Waste pile sampler (Section 4)	To sample waste piles	Fabricate. PVC pipe available at hardware stores (see Section 4)	$ 3.00
6	1000-,2000-ml(1-qt,2-qt) linear polyethylene	To contain solid and liquid samples except pesticides and chlorinated hydrocarbons	Laboratory supply houses	$ 11.00/ pkg.6
1	Coverall, long-sleeved, cotton	Protective garment	Clothing stores	$ 14.00
1	Suit, neoprene rubber, long-sleeved	Protective garment	MSA,Catalog #33496	$ 210.00
1 pair	Gloves, neoprene rubber	Protective garment	Laboratory supply houses	$ 4.20

APPENDIX C (continued).

Quantity	Item	Use	Supplier	Approximate Cost
1	Self-contained breathing apparatus	For use in atmospheres deficient in oxygen or otherwise immediately dangerous to life.	MSA,Catalog #461704, Model 401 or equivalent	$580.00
1	Respirator, chemical cartridge type	For use in atmospheres not immediately dangerous to life	Comfo 11 Respirator, MSA,Catalog #460968 or equivalent	$ 9.00
4	Cartridges for respirator	For use in atmospheres not immediately dangerous to life	GMC Cartridge,MSA Cat.#459317 & GMD Cartridge, MSA Cat.#459318 or equivalent	$ 5.00
1 pair	Goggles	Eye protection	MSA,Cat.#79179 or equivalent	$ 5.00
1	Portable eyewash	For emergency eyewash	Laboratory supply houses	$ 4.00
1	Fire extinquisher	Fire suppression	Scientific Products S1365-1 or equivalent	$ 60.00
1	Hard hat	Head protection	MSA, Cat.#454740 or equivalent	$ 5.00
1	Gas mask	For use in contaminated atmospheres immediately dangerous to life	MSA, Cat.#448983 or equivalent	$ 70.00
1	18.9-liter (5-gal) water in cubitainer or equivalent with spigot	For miscellaneous washing purposes	Laboratory supply houses	$ 5.50
6	Teflon liners for Bakelite caps	To provide inert cap liners	Scientific Specialties, P.O.Box 352 Randallstown, Md. 21133 or other suppliers	$ 9.00
12 each	Sample labels, seals, sample analysis request sheets, chain of custody records	To document sample	Design using information from Section 6	

APPENDIX C (continued).

Quantity	Item	Use	Supplier	Approximate Cost
1	Field log book (Section 6)	To keep sample records	Office supply stores	$ 2.00
1	Weighted bottom sampler (Section 4)	To sample storage tanks or similar containers	Fabricate (see Section 4 and Figure 9)	$ 25.00
1	Disposable towels or rags	To clean sampling equipment	Terry towels or equivalent. Available at chemical supply houses	$ 4.00/ pkg.
6	Large polyethylene bags	To store waste papers, rags, etc.	Plastic supply houses	$ 11.00/ pkg/100
12	Polyethylene bags	To store sample containers	Plastic supply houses	$ 4.00/ pkg/100
4	Waterproof pens	To complete records and labels	Stationery stores	$ 3.00
1	Technical grade trichloroethylene	To clean samplers	Chemical supply stores	$ 22.00/ gal.
1	Apron, oil and acid proof	Protective garment	McMaster-Carr Co. P.O.Box 4355 Chicago, Ill.	$ 9.00
1	Face mask	Protective garment	MSA 400 Penn Center Blvd. Pittsburg, Pa. 15235	$ 4.00
1	18.9 liter (5-gal) can	To store used cleaning solvent	Hardware stores	$ 5.00

APPENDIX D. RANDOM SAMPLING

Random Numbers

03	47	43	73	86	36	96	47	36	61	46	98	63	71	62
97	74	24	67	62	42	81	14	57	20	42	53	32	37	32
16	76	62	27	66	56	50	26	71	07	32	90	79	78	53
12	56	85	99	26	96	96	68	27	31	05	03	72	93	15
55	59	56	35	64	38	54	82	46	22	31	62	43	09	90
16	22	77	94	39	49	54	43	54	82	17	37	93	23	78
84	42	17	53	31	57	24	55	06	88	77	04	74	47	67
63	01	63	78	59	16	95	55	67	19	98	10	50	71	75
33	21	12	34	29	78	64	56	07	82	52	42	07	44	38
57	60	86	32	44	09	47	27	96	54	49	17	46	09	62
18	18	07	92	46	44	17	16	58	09	79	83	86	19	62
26	62	38	97	75	84	16	07	44	99	83	11	46	32	24
23	42	40	64	74	82	97	77	77	81	07	45	32	14	08
52	36	28	19	95	50	92	26	11	97	00	56	76	31	38
37	85	94	35	12	83	39	50	08	30	42	34	07	96	88
70	29	17	12	13	40	33	20	38	26	13	89	51	03	74
56	62	18	37	35	96	83	50	87	75	97	12	25	93	47
99	49	57	22	77	88	42	95	45	72	16	64	36	16	00
16	08	15	04	72	33	27	14	34	09	45	59	34	68	49
31	16	93	32	43	50	27	89	87	19	20	15	37	00	49

HOW TO USE THE TABLE OF RANDOM NUMBERS:

1. Based on available information, segregate the containers (i.e., drums, sacks, etc.) according to waste types.
2. Number the containers containing the same waste types consecutively, starting from 01.
3. Decide on how many samples you wish to take. This number is usually determined by the objective of the sampling. For regular surveillance sampling, the collection of one or two samples is usually adequate. In this case, random sampling is not necessary. But for regulatory or research purposes, more samples (such as one sample for every group of five containers) taken at random will generate more statistically valid data. Hence if there were 20 drums containing the same type of waste, 5 drums have to be sampled.
4. Using the set of random numbers above, choose any number as a starting point.
5. From this number, go down the column, then to the next column to the right, or go in any predetermined direction until you have selected five numbers between 01 and 20, with no repetitions. Larger numbers are ineligible.

   Example: If you were to choose 19 as the starting point on column four, the next eligible numbers as you go down this column are 12 and 04. So far you have chosen only three

eligible numbers. Proceed to the next column to the right. Going down and starting from the top of this column, the next eligible numbers are 12 and 13. But 12 is already chosen. Proceeding to the sixth column, the next eligible number is 16. Your five random numbers, therefore, are 19, 12, 04, 13 and 16. Thus the drums with corresponding numbers have to be sampled.

APPENDIX E. SYSTEMATIC ERRORS USING THE COLIWASA

Certain systematic errors may occur in the determination of relative phase composition of waste when using the Coliwasa. This error, in which certain phases are disproportionately represented, results from the use of a straight-sided sample tube to sample a container (tank truck) with a circular cross section. On the basis of a two-phase system, error is at a minimum when the phase interface is at the tank center and at a maximum when the interface is near the bottom or top of the tank. These errors do not occur when sampling a drum or other container when sampling is done down the axis of the container (cylinder).

Errors in relative phase composition encountered in sampling the typical cylindrical vacuum truck may be estimated using Table E-1. Numbers given in the table are representative values calculated from the equations given below, which relate the geometry of the sample tube to the geometry of the tank truck.

$$\% A(\text{tank}) = \frac{(\theta - \sin\theta)}{2\pi}$$

$$\% A(\text{sample}) = \frac{1 - \cos \frac{1}{2}\theta}{2}$$

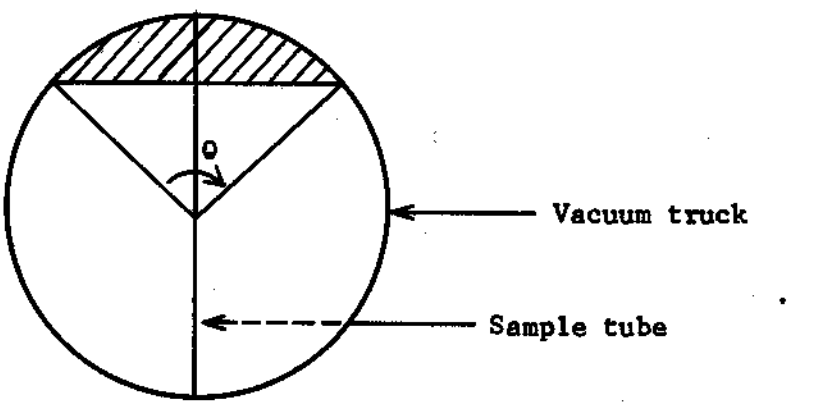


TABLE E-1. SAMPLE VOLUME CORRECTION FACTORS WHEN SAMPLING CYLINDRICAL TANKS WITH COLIWASA

% A in sample	% A in tank	Correction (%)
10	5.20	+ 4.80
20	14.2	+ 5.8
30	25.2	+ 4.8
40	37.4	+ 2.6
50	50	0
60	62.6	- 2.6
70	74.8	- 4.8
80	85.8	- 5.8
90	94.8	- 4.8
100	100	0

TECHNICAL REPORT DATA
(Please read Instructions on the reverse before completing)

1. REPORT NO.	2.	3. RECIPIENT'S ACCESSION NO.
EPA-600/2-80-018		

4. TITLE AND SUBTITLE
Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams

5. REPORT DATE
January 1980 (Issuing Date

6. PERFORMING ORGANIZATION CODE

7. AUTHOR(S)
Emil R. deVera, Bart P. Simmons, Robert D. Stephens and David L. Storm.

8. PERFORMING ORGANIZATION REPORT

9. PERFORMING ORGANIZATION NAME AND ADDRESS
Hazardous Materials Laboratory
California Department of Health Services
2151 Berkeley Way
Berkeley, CA 94704

10. PROGRAM ELEMENT NO.
C73D1C, SOS #1, Task 32

11. CONTRACT/GRANT NO.
R 804692010

12. SPONSORING AGENCY NAME AND ADDRESS
Municipal Environmental Research Laboratory--
Office of Research and Development
U.S. Environmental Protection Agency
Cincinnati, Ohio 45268
Cin.,OH

13. TYPE OF REPORT AND PERIOD COVEI
Final

14. SPONSORING AGENCY CODE
EPA/600/14

15. SUPPLEMENTARY NOTES
Richard A. Carnes, Project Officer (513/684-7871)

16. ABSTRACT

The goal of this project was to develop simple but effective sampling equipment and procedures for collecting, handling, storing, and recording samples of hazardous wastes. The report describes a variety of sampling devices designed to meet the nee of those who regulate and manage hazardous wastes. Particular emphasis is given to the development of a composite liquid waste sampler, the Coliwasa. This simple devi is designed for use on liquid and semi-liquid wastes in a variety of containers, tan and ponds. Devices for sampling solids and soils are also described.

In addition to the sampling devices, the report describes procedures for develc ment of a sampling plan, sample handling, safety precautions, proper recordkeeping and chain of custody, and sample containment, preservation, and transport. Also discussed are certain limitations and potential sources of error that exist in the sampling equipment and the procedures. The statistics of sampling are covered briefly, and additional references in this area are given.

17. KEY WORDS AND DOCUMENT ANALYSIS

a. DESCRIPTORS	b. IDENTIFIERS/OPEN ENDED TERMS	c. COSATI Field/Grou
Samplers Lagoons (ponds)--waste disposal Hazardous materials	Representative sampling Composite sampling Sampling plans Sampling procedures Hazardous waste Composite liquid waste sampler	68C

18. DISTRIBUTION STATEMENT	19. SECURITY CLASS *(This Report)*	21. NO. OF PAGES
Release unlimited	unclassified	78
	20. SECURITY CLASS *(This page)* unclassified	22. PRICE

☆ U.S. GOVERNMENT PRINTING OFFICE: 1980-657-1

APPENDIX II

METHODS FOR CHEMICAL ANALYSIS OF WATER AND WASTES

EPA-600 4-79-020

METHODS FOR CHEMICAL ANALYSIS OF WATER AND WASTES

March 1979

ENVIRONMENTAL MONITORING AND SUPPORT LABORATORY
OFFICE OF RESEARCH AND DEVELOPMENT
U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY
CINCINNATI, OHIO 45268

DISCLAIMER

The mention of trade names or commercial products in this manual is for illustration purposes, and does not constitute endorsement or recommendation for use by the U.S. Environmental Protection Agency.

FOREWORD

The accomplishment of our objective in protecting the environment requires a reliable assessment of the present condition and a determination of the effectiveness of corrective measures. Decisions which must be made on the need for pollution abatement and the most efficient means of achieving environmental quality depend upon the availability of sound data. Test procedures for measurement of the presence and concentration of substances hazardous to human health as well as an evaluation of the quality of the environment are essential to satisfactory decision-making.

This manual of chemical methods was prepared by the staff of the Environmental Monitoring and Support Laboratory of the Environmental Research Laboratory, Cincinnati to provide procedures for monitoring water supplies, waste discharges, and the quality of ambient waters. These test methods have been carefully selected to meet the needs of Federal Legislation and to provide guidance to laboratories engaged in protecting human health and the aquatic environment. The contributions and counsel of scientists in other EPA laboratories are gratefully acknowledged.

Test procedures contained herein, that are approved for water and waste monitoring under the Safe Drinking Water Act (SDWA) and the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES), of PL 92–500 are so indicated at the bottom of each title page. These approved methods are also recommended for ambient monitoring needs of Section 106 and 208 of PL 92–500. Methods without this stated approval are presented for information only. Correspondence on these methods is invited.

Dwight G. Ballinger
Director, Environmental Monitoring and
Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268

ABSTRACT

This manual provides test procedures approved for the monitoring of water supplies, waste discharges, and ambient waters, under the Safe Drinking Water Act, the National Pollutant Discharge Elimination System, and Ambient Monitoring Requirements of Section 106 and 208 of Public Law 92-500. The test methods have been selected to meet the needs of federal legislation and to provide guidance to laboratories engaged in the protection of human health and the aquatic environment.

CONTENTS

Foreword iii
Abstract iv
Introduction xiii
Sample Preservation xv
EPA Quality Assurance Coordinators xx

100 Physical Properties

Color
- Colorimetric, ADMI ..... Method 110.1
- Colorimetric, Platinum-Cobalt ..... Method 110.2
- Spectrophotometric ..... Method 110.3

Conductance
- Specific Conductance ..... Method 120.1

Hardness, Total (mg/l as $CaCO_3$)
- Colorimetric, Automated EDTA ..... Method 130.1
- Titrimetric, EDTA ..... Method 130.2

Odor
- Threshold Odor (Consistent Series) ..... Method 140.1

pH
- Electrometric ..... Method 150.1

Residue
- Filterable
  - Gravimetric, Dried at 180°C ..... Method 160.1
- Non-Filterable
  - Gravimetric, Dried at 103–105°C ..... Method 160.2
- Total
  - Gravimetric, Dried at 103–105°C ..... Method 160.3
- Volatile
  - Gravimetric, Ignition at 550°C ..... Method 160.4
- Settleable Matter
  - Volumetric, Imhoff Cone ..... Method 160.5

Temperature
Thermometric ..... Method 170.1

Turbidity
Nephelometric ..... Method 180.1

200 Metals

Atomic Absorption Methods ..... Section 200.0

Aluminum
AA, Direct Aspiration ..... Method 202.1
AA, Furnace ..... Method 202.2

Antimony
AA, Direct Aspiration ..... Method 204.1
AA, Furnace ..... Method 204.2

Arsenic
AA, Furnace ..... Method 206.2
AA, Hydride ..... Method 206.3
Spectrophotometric, SDDC ..... Method 206.4
Digestion Method for Hydride and SDDC ..... Method 206.5

Barium
AA, Direct Aspiration ..... Method 208.1
AA, Furnace ..... Method 208.2

Beryllium
AA, Direct Aspiration ..... Method 210.1
AA, Furnace ..... Method 210.2

Boron
Colorimetric, Curcumin ..... Method 212.3

Cadmium
AA, Direct Aspiration ..... Method 213.1
AA, Furnace ..... Method 213.2

Calcium
AA, Direct Aspiration ..... Method 215.1
Titrimetric, EDTA ..... Method 215.2

Chromium
AA, Direct Aspiration ..... Method 218.1
AA, Furnace ..... Method 218.2
Chelation-Extraction ..... Method 218.3
Hexavalent, Chelation-Extraction ..... Method 218.4

Cobalt
AA, Direct Aspiration ..... Method 219.1
AA, Furnace ..... Method 219.2

Copper
AA, Direct Aspiration ..... Method 220.1
AA, Furnace ..... Method 220.2

Gold
AA, Direct Aspiration ..... Method 231.1
AA, Furnace ..... Method 231.2

Iridium
AA, Direct Aspiration ..... Method 235.1
AA, Furnace ..... Method 235.2

Iron
AA, Direct Aspiration ..... Method 236.1
AA, Furnace ..... Method 236.2

Lead
AA, Direct Aspiration ..... Method 239.1
AA, Furnace ..... Method 239.2

Magnesium
AA, Direct Aspiration ..... Method 242.1

Manganese
AA, Direct Aspiration ..... Method 243.1
AA, Furnace ..... Method 243.2

Mercury
Cold Vapor, Manual ..... Method 245.1
Cold Vapor, Automated ..... Method 245.2
Cold Vapor, Sediments ..... Method 245.5

Molybdenum
AA, Direct Aspiration ..... Method 246.1
AA, Furnace ..... Method 246.2

Nickel
AA, Direct Aspiration ..... Method 249.1
AA, Furnace ..... Method 249.2

Osmium
AA, Direct Aspiration ..... Method 252.1
AA, Furnace ..... Method 252.2

Palladium
AA, Direct Aspiration ..... Method 253.1
AA, Furnace ..... Method 253.2

Platinum
AA, Direct Aspiration ..... Method 255.1
AA, Furnace ..... Method 255.2

Potassium
AA, Direct Aspiration ..... Method 258.1

Rhenium
AA, Direct Aspiration ..... Method 264.1
AA, Furnace ..... Method 264.2

Rhodium
AA, Direct Aspiration ..... Method 265.1
AA, Furnace ..... Method 265.2

Ruthenium
AA, Direct Aspiration ..... Method 267.1
AA, Furnace ..... Method 267.2

Selenium
AA, Furnace ..... Method 270.2
AA, Hydride ..... Method 270.3

Silver
AA, Direct Aspiration ..... Method 272.1
AA, Furnace ..... Method 272.2

Sodium
AA, Direct Aspiration ..... Method 273.1

Thallium
AA; Direct Aspiration ..... Method 279.1
AA, Furnace ..... Method 279.2

Tin
AA, Direct Aspiration ..... Method 282.1
AA, Furnace ..... Method 282.2

Titanium
AA, Direct Aspiration ..... Method 283.1
AA, Furnace ..... Method 283.2

Vanadium
AA, Direct Aspiration ..... Method 286.1
AA, Furnace ..... Method 286.2

Zinc
AA, Direct Aspiration ..... Method 289.1
AA, Furnace ..... Method 289.2

300 Inorganic, Non-metallics

Acidity
Titrimetric ..... Method 305.1

Alkalinity
Titrimetric (pH 4.5) ..... Method 310.1
Colorimetric, Automated Methyl Orange ..... Method 310.2

Bromide
Titrimetric ..... Method 320.1

Chloride
Colorimetric, Automated Ferricyanide, AA I ..... Method 325.1
Colorimetric, Automated Ferricyanide, AA II ..... Method 325.2
Titrimetric, Mercuric Nitrate ..... Method 325.3

Chlorine, Total Residual
Titrimetric, Amperometric ..... Method 330.1
Titrimetric, Back-Iodometric ..... Method 330.2

Titrimetric, Iodometric ..... Method 330.3
Titrimetric, DPD-FAS ..... Method 330.4
Spectrophotometric, DPD ..... Method 330.5

Cyanide
Amenable to Chlorination
Titrimetric, Spectrophotometric ..... Method 335.1
Total
Titrimetric, Spectrophotometric ..... Method 335.2
Colorimetric, Automated UV ..... Method 335.3

Fluoride
Colorimetric, SPADNS with Bellack
Distillation ..... Method 340.1
Potentiometric, Ion Selective Electrode ..... Method 340.2
Colorimetric, Automated Complexone ..... Method 340.3

Iodide
Titrimetric ..... Method 345.1

Nitrogen
Ammonia
Colorimetric, Automated Phenate ..... Method 350.1
Colorimetric; Titrimetric; Potentiometric –
Distillation Procedure ..... Method 350.2
Potentiometric, Ion Selective Electrode ..... Method 350.3

Kjeldahl, Total
Colorimetric, Automated Phenate ..... Method 351.1
Colorimetric, Semi-Automated
Block Digester AAII ..... Method 351.2
Colorimetric; Titrimetric; Potentiometric ..... Method 351.3
Potentiometric, Ion Selective Electrode ..... Method 351.4

Nitrate
Colorimetric, Brucine ..... Method 352.1

Nitrate-Nitrite
Colorimetric, Automated Hydrazine
Reduction ..... Method 353.1
Colorimetric, Automated Cadmium Reduction ..... Method 353.2
Colorimetric, Manual Cadmium Reduction ..... Method 353.3

Nitrite
Spectrophotometric ..... Method 354.1/

Oxygen, Dissolved
Membrane Electrode ..... Method 360.1
Modified Winkler (Full Bottle Technique) ..... Method 360.2

Phosphorus
All Forms
Colorimetric, Automated, Ascorbic Acid ..... Method 365.1
Colorimetric, Ascorbic Acid,
Single Reagent ..... Method 365.2
Colorimetric, Ascorbic Acid,
Two Reagent ..... Method 365.3
Total
Colorimetric, Automated, Block Digestor, AA II ..... Method 365.4

Silica, Dissolved
Colorimetric ..... Method 370.1

Sulfate
Colorimetric, Automated Chloranilate ..... Method 375.1
Colorimetric, Automated Methyl Thymol Blue, AA II ..... Method 375.2
Gravimetric ..... Method 375.3
Turbidimetric ..... Method 375.4

Sulfide
Titrimetric, Iodine ..... Method 376.1
Colorimetric, Methylene Blue ..... Method 376.2

Sulfite
Titrimetric ..... Method 377.1

400 Organics

Biochemical Oxygen Demand
BOD (5 day, 20°C) ..... Method 405.1

Chemical Oxygen Demand
Titrimetric, Mid-Level ..... Method 410.1
Titrimetric, Low Level ..... Method 410.2
Titrimetric, High Level for Saline Waters ..... Method 410.3
Colorimetric, Automated; Manual ..... Method 410.4

Oil and Grease, Total Recoverable
Gravimetric, Separatory Funnel Extraction ..... Method 413.1
Spectrophotometric, Infrared ..... Method 413.2

Organic Carbon, Total
Combustion or Oxidation ..... Method 415.1

Petroleum Hydrocarbons, Total, Recoverable
Spectrophotometric, Infrared ..... Method 418.1

Phenolics, Total Recoverable
Spectrophotometric, Manual 4-AAP with Distillation ..... Method 420.1
Colorimetric, Automated 4-AAP with Distillation ..... Method 420.2
Spectrophotometric, MBTH with Distillation ..... Method 420.3

Methylene Blue Active Substances (MBAS)
Colorimetric ..... Method 425.1

NTA
Colorimetric, Manual, Zinc-Zincon ..... Method 430.1
Colorimetric, Automated, Zinc-Zincon, ... Method 430.2

INTRODUCTION

This third edition of "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes" contains the chemical analytical procedures used in U.S. Environmental Protection Agency (EPA) laboratories for the examination of ground and surface waters, domestic and industrial waste effluents, and treatment process samples. Except where noted under "Scope and Application", the methods are applicable to both water and wastewaters, and both fresh and saline water samples. The manual provides test procedures for the measurement of physical, inorganic, and selected organic constituents and parameters. Methods for pesticides, industrial organic waste materials, and sludges are given in other publications of the Agency. The methods were chosen through the combined efforts of the EPA Regional Quality Assurance Coordinators, the staff of the Physical and Chemical Methods Branch, Environmental Monitoring and Support Laboratory, and other senior chemists in both federal and state laboratories. Method selection was based on the following criteria:

(1) The method should measure the desired property or constituent with precision, accuracy, and specificity sufficient to meet the data needs of EPA, in the presence of the interfering materials encountered in water and waste samples.
(2) The procedure should utilize the equipment and skills available in modern water pollution control laboratories.
(3) The selected method is in use in many laboratories or has been sufficiently tested to establish its validity.
(4) The method should be rapid enough to permit routine use for the examination of a large number of samples.

Instrumental methods have been selected in preference to manual procedures because of the improved speed, accuracy, and precision. In keeping with this policy, procedures for the Technicon AutoAnalyzer have been included for laboratories having this equipment available. Other continuous flow automated systems using these identical procedures are acceptable.

Intralaboratory and interlaboratory precision and accuracy statements are provided where such data are available. These interlaboratory statements are derived from interlaboratory studies conducted by the Quality Assurance Branch, Environmental Monitoring and Support Laboratory; the American Society for Testing Materials; or the Analytical Reference Service of the US Public Health Service, DHEW. These methods may be used for measuring both total and dissolved constituents of the sample. When the dissolved concentration is to be determined, the sample is filtered through a 0.45-micron membrane filter and the filtrate analyzed by the procedure specified. The sample should be filtered as soon as possible after it is collected, preferably in the field. Where field filtration is not practical, the sample should be filtered as soon as it is received in the laboratory.

Many water and waste samples are unstable. In situations where the interval between sample collection and analysis is long enough to produce changes in either the concentration or the physical state of the constituent to be measured, the preservation practices in Table I are recommended.

This manual is a basic reference for monitoring water and wastes in compliance with the requirements of the Federal Water Pollution Control Act Amendments of 1972. Although other test procedures may be used, as provided in the Federal Register issue of October 16, 1973 (38FR 28758) and in subsequent amendments, the methods described in this manual will be used by the Environmental Protection Agency in determining compliance with applicable water and effluent standards established by the Agency.

Although a sincere effort has been made to select methods that are applicable to the widest range of sample types, significant interferences may be encountered in certain isolated samples. In these situations, the analyst will be providing a valuable service to EPA by defining the nature of the interference with the method and bringing this information to the attention of the Director, Environmental Monitoring and Support Laboratory, through the appropriate Quality Assurance Coordinator.

SAMPLE PRESERVATION

Complete and unequivocal preservation of samples, either domestic sewage, industrial wastes, or natural waters, is a practical impossibility. Regardless of the nature of the sample, complete stability for every constituent can never be achieved. At best, preservation techniques can only retard the chemical and biological changes that inevitably continue after the sample is removed from the parent source. The changes that take place in a sample are either chemical or biological. In the former case, certain changes occur in the chemical structure of the constituents that are a function of physical conditions. Metal cations may precipitate as hydroxides or form complexes with other constituents; cations or anions may change valence states under certain reducing or oxidizing conditions; other constituents may dissolve or volatilize with the passage of time. Metal cations may also adsorb onto surfaces (glass, plastic, quartz, etc.), such as, iron and lead. Biological changes taking place in a sample may change the valence of an element or a radical to a different valence. Soluble constituents may be converted to organically bound materials in cell structures, or cell lysis may result in release of cellular material into solution. The well known nitrogen and phosphorus cycles are examples of biological influence on sample composition. Therefore, as a general rule, it is best to analyze the samples as soon as possible after collection. This is especially true when the analyte concentration is expected to be in the low *ug*/l range.

Methods of preservation are relatively limited and are intended generally to (1) retard biological action, (2) retard hydrolysis of chemical compounds and complexes, (3) reduce volatility of constituents, and (4) reduce absorption effects. Preservation methods are generally limited to pH control, chemical addition, refrigeration, and freezing.

The recommended preservative for various constituents is given in Table 1. These choices are based on the accompanying references and on information supplied by various Quality Assurance Coordinators. As more data become available, these recommended holding times will be adjusted to reflect new information. Other information provided in the table is an estimation of the volume of sample required for the analysis, the suggested type of container, and the maximum recommended holding times for samples properly preserved.

TABLE 1

RECOMMENDATION FOR SAMPLING AND PRESERVATION OF SAMPLES ACCORDING TO MEASUREMENT[1]

Measurement	Vol. Req. (ml)	Container[2]	Preservative	Holding Time[3]
100 Physical Properties				
Color	50	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.
Conductance	100	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.[4]
Hardness	100	P,G	Cool, 4°C HNO_3 to pH < 2	6 Mos.[5]
Odor	200	G only	Cool, 4°C	24 Hrs.
pH	25	P,G	Det. on site	6 Hrs.
Residue				
Filterable	100	P,G	Cool, 4°C	7 Days
Non-Filterable	100	P,G	Cool, 4°C	7 Days
Total	100	P,G	Cool, 4°C	7 Days
Volatile	100	P,G	Cool, 4°C	7 Days
Settleable Matter	1000	P,G	None Req.	24 Hrs.
Temperature	1000	P,G	Det. on site	No Holding
Turbidity	100	P,G	Cool, 4°C	7 Days
200 Metals				
Dissolved	200	P,G	Filter on site HNO_3 to pH < 2	6 Mos.[5]
Suspended	200		Filter on site	6 Mos.
Total	100	P,G	HNO_3 to pH < 2	6 Mos.[5]

TABLE 1 (CONT)

Measurement	Vol. Req. (ml)	Container[2]	Preservative	Holding Time[3]
Mercury				
Dissolved	100	P,G	Filter on site HNO_3 to pH < 2	38 Days (Glass) 13 Days (Hard Plastic)
Total	100	P,G	HNO_3 to pH < 2	38 Days (Glass) 13 Days (Hard Plastic)
300 Inorganics, Non-Metallics				
Acidity	100	P,G	None Req	24 Hrs.
Alkalinity	100	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.
Bromide	100	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.
Chloride	50	P,G	None Req.	7 Days
Chlorine	200	P,G	Det. on site	No Holding
Cyanides	500	P,G	Cool, 4°C NaOH to pH 12	24 Hrs.
Fluoride	300	P,G	None Req.	7 Days
Iodide	100	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.
Nitrogen				
Ammonia	400	P,G	Cool,4°C H_2SO_4 to pH < 2	24 Hrs.
Kjeldahl, Total	500	P,G	Cool, 4°C H_2SO_4 to pH < 2	24 Hrs.[6]
Nitrate plus Nitrite	100	P,G	Cool, 4°C H_2SO_4 to pH < 2	24 Hrs.[6]
Nitrate	100	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.
Nitrite	50	P,G	Cool, 4°C	48 Hrs.

TABLE 1 (CONT)

Measurement	Vol. Req. (ml)	Container[2]	Preservative	Holding Time[3]
Dissolved Oxygen				
Probe	300	G only	Det. on site	No Holding
Winkler	300	G only	Fix on site	4–8 Hours
Phosphorus				
Ortho-phosphate, Dissolved	50	P,G	Filter on site Cool, 4°C	24 Hrs.
Hydrolyzable	50	P,G	Cool, 4°C H_2SO_4 to pH < 2	24 Hrs.[6]
Total	50	P,G	Cool, 4°C H_2SO_4 to pH < 2	24 Hrs.[6]
Total, Dissolved	50	P,G	Filter on site Cool, 4°C H_2SO_4 to pH < 2	24 Hrs.[6]
Silica	50	P only	Cool, 4°C	7 Days
Sulfate	50	P,G	Cool, 4°C	7 Days
Sulfide	500	P,G	2 ml zinc acetate	24 Hrs.
Sulfite	50	P,G	Det. on site	No Holding
400 Organics				
BOD	1000	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.
COD	50	P,G	H_2SO_4 to pH < 2	7 Days[6]
Oil & Grease	1000	G only	Cool, 4°C H_2SO_4 or HCl to pH < 2	24 Hrs.
Organic carbon	25	P,G	Cool, 4°C H_2SO_4 or HCl to pH < 2	24 Hrs.
Phenolics	500	G only	Cool, 4°C H_3PO_4 to pH < 4 1.0 g $CuSO_4$/1	24 Hrs.
MBAS	250	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.

TABLE 1 (CONT)

Measurement	Vol. Req. (ml)	Container[2]	Preservative	Holding Time[3]
NTA	50	P,G	Cool, 4°C	24 Hrs.

1. More specific instructions for preservation and sampling are found with each procedure as detailed in this manual. A general discussion on sampling water and industrial wastewater may be found in ASTM, Part 31, p. 72–82 (1976) Method D-3370.

2. Plastic (P) or Glass (G). For metals, polyethylene with a polypropylene cap (no liner) is preferred.

3. It should be pointed out that holding times listed above are recommended for properly preserved samples based on currently available data. It is recognized that for some sample types, extension of these times may be possible while for other types, these times may be too long. Where shipping regulations prevent the use of the proper preservation technique or the holding time is exceeded, such as the case of a 24-hour composite, the final reported data for these samples should indicate the specific variance.

4. If the sample is stabilized by cooling, it should be warmed to 25°C for reading, or temperature correction made and results reported at 25°C.

5. Where HNO_3 cannot be used because of shipping restrictions, the sample may be initially preserved by icing and immediately shipped to the laboratory. Upon receipt in the laboratory, the sample must be acidified to a pH <2 with HNO_3 (normally 3 ml 1:1 HNO_3/liter is sufficient). At the time of analysis, the sample container should be thoroughly rinsed with 1:1 HNO_3 and the washings added to the sample (volume correction may be required).

6. Data obtained from National Enforcement Investigations Center-Denver, Colorado, support a four-week holding time for this parameter in Sewerage Systems. (SIC 4952).

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY
REGIONAL QUALITY ASSURANCE COORDINATORS

REGION I

Warren H. Oldaker
New England Region Laboratory
60 Westview Street
Lexington, MA 02173
(617–861–6700)
FTS 861–6700

REGION II

Gerard F. McKenna
Edison Environmental Lab.
Edison, NJ 08817
(201–321–6645)
FTS 340–6645

REGION III

Charles Jones, Jr.
(3SA60)
6th & Walnut Streets
Philadelphia, PA 19106
(215–597–9162)
FTS 597–9162

REGION IV

Bobby J. Carroll
Southeast Envr. Res. Lab.
College Station Road
Athens, GA 30601
(404–546–3111)
FTS 250–3111

REGION V

David Payne
Central Regional Lab.
536 South Clark Street
Chicago, IL 60605
(312–353–9351)
FTS 353–9351

REGION VI

Myron Knudson
1201 Elm St., First Int'l Bldg.
Dallas, TX 75270
(214–767–2697)
FTS 729–2697

REGION VII

Dr. Harold G. Brown
25 Funston Road
Kansas City, KS 66115
(816–374–4285)
FTS 758–4285

REGION VIII

Douglas M. Skie
1860 Lincoln St.
Denver, CO 80295
(303–837–4935)
FTS 327–4935

REGION IX

Dr. Ho Young
215 Fremont Street
San Francisco, CA 94102
(415–556–2270)
FTS 555–2270

REGION X

Arnold R. Gahler
1555 Alaskan Way, South
Bldg 3
Seattle, WA 98134
(206–442–5840)
FTS 399–5840

pH

Method 150.1 (Electrometric)

STORET NO.
Determined on site 00400
Laboratory 00403

1. Scope and Application
   1.1 This method is applicable to drinking, surface, and saline waters, domestic and industrial wastes.
2. Summary of Method
   2.1 The pH of a sample is determined electrometrically using either a glass electrode in combination with a reference potential or a combination electrode.
3. Sample Handling and Preservation
   3.1 Samples should be analyzed as soon as possible preferably in the field at the time of sampling.
   3.2 High-purity waters and waters not at equilibrium with the atmosphere are subject to changes when exposed to the atmosphere, therefore the sample containers should be filled completely and kept sealed prior to analysis.
4. Interferences
   4.1 The glass electrode, in general, is not subject to solution interferences from color, turbidity, colloidal matter, oxidants, reductants or high salinity.
   4.2 Sodium error at pH levels greater than 10 can be reduced or eliminated by using a "low sodium error" electrode.
   4.3 Coatings of oily material or particulate matter can impair electrode response. These coatings can usually be removed by gentle wiping or detergent washing, followed by distilled water rinsing. An additional treatment with hydrochloric acid (1 + 9) may be necessary to remove any remaining film.
   4.4 Temperature effects on the electrometric measurement of pH arise from two sources. The first is caused by the change in electrode output at various temperatures. This interference can be controlled with instruments having temperature compensation or by calibrating the electrode-instrument system at the temperature of the samples. The second source is the change of pH inherent in the sample at various temperatures. This error is sample dependent and cannot be controlled, it should therefore be noted by reporting both the pH and temperature at the time of analysis.
5. Apparatus
   5.1 pH Meter-laboratory or field model. A wide variety of instruments are commercially available with various specifications and optional equipment.

Approved for NPDES
Issued 1971
Editorial revision 1978

5.2 Glass electrode.

5.3 Reference electrode–a calomel, silver-silver chloride or other reference electrode of constant potential may be used.

NOTE 1: Combination electrodes incorporating both measuring and reference functions are convenient to use and are available with solid, gel type filling materials that require minimal maintenance.

5.4 Magnetic stirrer and Teflon-coated stirring bar.

5.5 Thermometer or temperature sensor for automatic compensation.

6. Reagents

6.1 Primary standard buffer salts are available from the National Bureau of Standards and should be used in situations where extreme accuracy is necessary.

6.1.1 Preparation of reference solutions from these salts require some special precautions and handling[1] such as low conductivity dilution water, drying ovens, and carbon dioxide free purge gas. These solutions should be replaced at least once each month.

6.2 Secondary standard buffers may be prepared from NBS salts or purchased as a solution from commercial vendors. Use of these commercially available solutions, that have been validated by comparison to NBS standards, are recommended for routine use.

7. Calibration

7.1 Because of the wide variety of pH meters and accessories, detailed operating procedures cannot be incorporated into this method. Each analyst must be acquainted with the operation of each system and familiar with all instrument functions. Special attention to care of the electrodes is recommended.

7.2 Each instrument/electrode system must be calibrated at a minimum of two points that bracket the expected pH of the samples and are approximately three pH units or more apart.

7.2.1 Various instrument designs may involve use of a "balance" or "standardize" dial and/or a slope adjustment as outlined in the manufacturer's instructions. Repeat adjustments on successive portions of the two buffer solutions as outlined in procedure 8.2 until readings are within 0.05 pH units of the buffer solution value.

8. Procedure

8.1 Standardize the meter and electrode system as outlined in Section 7.

8.2 Place the sample or buffer solution in a clean glass beaker using a sufficient volume to cover the sensing elements of the electrodes and to give adequate clearance for the magnetic stirring bar.

8.2.1 If field measurements are being made the electrodes may be immersed directly in the sample stream to an adequate depth and moved in a manner to insure sufficient sample movement across the electrode sensing element as indicated by drift free (<0.1 pH) readings.

8.3 If the sample temperature differs by more than 2°C from the buffer solution the measured pH values must be corrected. Instruments are equipped with automatic or manual

[1]National Bureau of Standards Special Publication 260.

compensators that electronically adjust for temperature differences. Refer to manufacturer's instructions.

8.4 After rinsing and gently wiping the electrodes, if necessary, immerse them into the sample beaker or sample stream and stir at a constant rate to provide homogeneity and suspension of solids. Rate of stirring should minimize the air transfer rate at the air water interface of the sample. Note and record sample pH and temperature. Repeat measurement on successive volumes of sample until values differ by less than 0.1 pH units. Two or three volume changes are usually sufficient.

9. Calculation

9.1 pH meters read directly in pH units. Report pH to the nearest 0.1 unit and temperature to the nearest °C.

10. Precision and Accuracy

10.1 Forty-four analysts in twenty laboratories analyzed six synthetic water samples containing exact increments of hydrogen-hydroxyl ions, with the following results:

pH Units	Standard Deviation pH Units	Bias, %	Accuracy as Bias, pH Units
3.5	0.10	–0.29	–0.01
3.5	0.11	–0.00	
7.1	0.20	+1.01	+0.07
7.2	0.18	–0.03	–0.002
8.0	0.13	–0.12	–0.01
8.0	0.12	+0.16	+0.01

(FWPCA Method Study 1, Mineral and Physical Analyses)

10.2 In a single laboratory (EMSL), using surface water samples at an average pH of 7.7, the standard deviation was ±0.1.

Bibliography

1. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, p 460, (1975).
2. Annual Book of ASTM Standards, Part 31, "Water", Standard D1293–65, p 178 (1976).

METALS

(Atomic Absorption Methods)

1. Scope and Application

1.1 Metals in solution may be readily determined by atomic absorption spectroscopy. The method is simple, rapid, and applicable to a large number of metals in drinking, surface, and saline waters, and domestic and industrial wastes. While drinking waters free of particulate matter may be analyzed directly, domestic and industrial wastes require processing to solubilize suspended material. Sludges, sediments and other solid type samples may also be analyzed after proper pretreatment.

1.2 Detection limits, sensitivity and optimum ranges of the metals will vary with the various makes and models of satisfactory atomic absorption spectrophotometers. The data shown in Table 1, however, provide some indication of the actual concentration ranges measurable by direct aspiration and using furnace techniques. In the majority of instances the concentration range shown in the table by direct aspiration may be extended much lower with scale expansion and conversely extended upwards by using a less sensitive wavelength or by rotating the burner head. Detection limits by direct aspiration may also be extended through concentration of the sample and/or through solvent extraction techniques. Lower concentrations may also be determined using the furnace techniques. The concentration ranges given in Table 1 are somewhat dependent on equipment such as the type of spectrophotometer and furnace accessory, the energy source and the degree of electrical expansion of the output signal. When using furnace techniques, however, the analyst should be cautioned as to possible chemical reactions occurring at elevated temperatures which may result in either suppression or enhancement of the analysis element. To insure valid data with furnace techniques, the analyst must examine each matrix for interference effects (see 5.2.1) and if detected, treat accordingly using either successive dilution, matrix modification or method of standard additions (see 8.5).

1.3 Where direct aspiration atomic absorption techniques do not provide adequate sensitivity, in addition to the furnace procedure, reference is made to specialized procedures such as the gaseous hydride method for arsenic and selenium, the cold vapor technique for mercury, and the chelation–extraction procedure for selected metals. Reference to approved colorimetric methods is also made.

1.4 Atomic absorption procedures are provided as the methods of choice; however, other instrumental methods have also been shown to be capable of producing precise and accurate analytical data. These instrumental techniques include emission spectroscopy, X-ray fluorescence, spark source mass spectroscopy, and anodic stripping to name but a few. The analyst should be cautioned that these methods are highly specialized techniques requiring a high degree of skill to interpret results and obtain valid data.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1969
Editorial revision 1974 and 1978

These above mentioned techniques are presently considered as alternate test procedures and approval must be obtained prior to their use.

2. Summary of Method

2.1 In direct aspiration atomic absorption spectroscopy a sample is aspirated and atomized in a flame. A light beam from a hollow cathode lamp whose cathode is made of the element to be determined is directed through the flame into a monochromator, and onto a detector that measures the amount of light absorbed. Absorption depends upon the presence of free unexcited ground state atoms in the flame. Since the wavelength of the light beam is characteristic of only the metal being determined, the light energy absorbed by the flame is a measure of the concentration of that metal in the sample. This principle is the basis of atomic absorption spectroscopy.

2.2 Although methods have been reported for the analysis of solids by atomic absorption spectroscopy (Spectrochim Acta, *24B* 53, 1969) the technique generally is limited to metals in solution or solubilized through some form of sample processing.

2.2.1 Preliminary treatment of wastewater and/or industrial effluents is usually necessary because of the complexity and variability of the sample matrix. Suspended material must be subjected to a solubilization process before analysis. This process may vary because of the metals to be determined and the nature of the sample being analyzed. When the breakdown of organic material is necessitated, the process should include a wet digestion with nitric acid.

2.2.2 In those instances where complete characterization of a sample is desired, the suspended material must be analyzed separately. This may be accomplished by filtration and acid digestion of the suspended material. Metallic constituents in this acid digest are subsequently determined and the sum of the dissolved plus suspended concentrations will then provide the total concentrations present. The sample should be filtered as soon as possible after collection and the filtrate acidified immediately.

2.2.3 The total sample may also be treated with acid without prior filtration to measure what may be termed "total recoverable" concentrations.

2.3 When using the furnace technique in conjunction with an atomic absorption spectrophotometer, a representative aliquot of a sample is placed in the graphite tube in the furnace, evaporated to dryness, charred, and atomized. As a greater percentage of available analyte atoms are vaporized and dissociated for absorption in the tube than the flame, the use of small sample volumes or detection of low concentrations of elements is possible. The principle is essentially the same as with direct aspiration atomic absorption except a furnace, rather than a flame, is used to atomize the sample. Radiation from a given excited element is passed through the vapor containing ground state atoms of that element. The intensity of the transmitted radiation decreases in proportion to the amount of the ground state element in the vapor.

TABLE 1

Atomic Absorption Concentration Ranges[1]

	Direct Aspiration					Furnace Procedure[4,5]				
Metal	Detection Limit mg/l	Sensitivity mg/l	Optimum Concentration Range mg/l			Detection Limit ug/l	Optimum Concentration Range ug/l			
Aluminum	0.1	1	5	–	50	3	20	–	200	
Antimony	0.2	0.5	1	–	40	3	20	–	300	
Arsenic[2]	0.002	–	0.002	–	0.02	1	5	–	100	
Barium(p)	0.1	0.4	1	–	20	2	10	–	200	
Beryllium	0.005	0.025	0.05	–	2	0.2	1	–	30	
Cadmium	0.005	0.025	0.05	–	2	0.1	0.5	–	10	
Calcium	0.01	0.08	0.2	–	7	–	–		–	
Chromium	0.05	0.25	0.5	–	10	1	5	–	100	
Cobalt	0.05	0.2	0.5	–	5	1	5	–	100	
Copper	0.02	0.1	0.2	–	5	1	5	–	100	
Gold	0.1	0.25	0.5	–	20	1	5	–	100	
Iridium(p)	3	8	20	–	500	30	100	–	1500	
Iron	0.03	0.12	0.3	–	5	1	5	–	100	
Lead	0.1	0.5	1	–	20	1	5	–	100	
Magnesium	0.001	0.007	0.02	–	0.5	–	–		–	
Manganese	0.01	0.05	0.1	–	3	0.2	1	–	30	
Mercury[3]	0.0002	–	0.0002	–	0.01	–	–		–	
Molybdenum(p)	0.1	0.4	1	–	40	1	3	–	60	
Nickel(p)	0.04	0.15	0.3	–	5	1	5	–	100	
Osmium	0.3	1	2	–	100	20	50	–	500	
Palladium(p)	0.1	0.25	0.5	–	15	5	20	–	400	
Platinum(p)	0.2	2	5	–	75	20	100	–	2000	
Potassium	0.01	0.04	0.1	–	2	–	–			
Rhenium(p)	5	15	50	–	1000	200	500	–	5000	
Rhodium(p)	0.05	0.3	1	–	30	5	20	–	400	
Ruthenium	0.2	0.5	1	–	50	20	100	–	2000	
Selenium[2]	0.002	–	0.002	–	0.02	2	5	–	100	
Silver	0.01	0.06	0.1	–	4	0.2	1	–	25	
Sodium	0.002	0.015	0.03	–	1	–	–		–	
Thallium	0.1	0.5	1	–	20	1	5	–	100	
Tin	0.8	4	10	–	300	5	20	–	300	
Titanium (p)	0.4	2	5	–	100	10	50	–	500	
Vanadium (p)	0.2	0.8	2	–	100	4	10	–	200	
Zinc	0.005	0.02	0.05	–	1	0.05	0.2	–	4	

(1) The concentrations shown are not contrived values and should be obtainable with any satisfactory atomic absorption spectrophotometer.

(2) Gaseous hydride method.

(3) Cold vapor technique.

(4) For furnace sensitivity values consult instrument operating manual.

(5) The listed furnace values are those expected when using a 20 *ul* injection and normal gas flow except in the case of arsenic and selenium where gas interrupt is used. The symbol (p) indicates the use of pyrolytic graphite with the furnace procedure.

The metal atoms to be measured are placed in the beam of radiation by increasing the temperature of the furnace thereby causing the injected specimen to be volatilized. A monochromator isolates the characteristic radiation from the hollow cathode lamp and a photosensitive device measures the attenuated transmitted radiation.

3. Definition of Terms

3.1 Optimum Concentration Range: A range, defined by limits expressed in concentration, below which scale expansion must be used and above which curve correction should be considered. This range will vary with the sensitivity of the instrument and the operating condition employed.

3.2 Sensitivity: The concentration in milligrams of metal per liter that produces an absorption of 1%.

3.3 Detection Limit: Detection limits can be expressed as either an instrumental or method parameter. The limiting factor of the former using acid water standards would be the signal to noise ratio and degree of scale expansion used; while the latter would be more affected by the sample matrix and preparation procedure used. The Scientific Apparatus Makers Association (SAMA) has approved the following definition for detection limit: that concentration of an element which would yield an absorbance equal to twice the standard deviation of a series of measurements of a solution, the concentraton of which is distinctly detectable above, but close to blank absorbance measurement. The detection limit values listed in Table I and on the individual analysis sheets are to be considered minimum working limits achievable with the procedures given in this manual. These values may differ from the optimum detection limit reported by the various instrument manufacturers.

3.4 Dissolved Metals: Those constituents (metals) which will pass through a 0.45 u membrane filter.

3.5 Suspended Metals: Those constituents (metals) which are retained by a 0.45 u membrane filter.

3.6 Total Metals: The concentration of metals determined on an unfiltered sample following vigorous digestion (Section 4.1.3), or the sum of the concentrations of metals in both the dissolved and suspended fractions.

3.7 Total Recoverable Metals: The concentration of metals in an unfiltered sample following treatment with hot dilute mineral acid (Section 4.1.4).

4. Sample Handling and Preservation

4.1 For the determination of trace metals, contamination and loss are of prime concern. Dust in the laboratory environment, impurities in reagents and impurities on laboratory apparatus which the sample contacts are all sources of potential contamination. For liquid samples, containers can introduce either positive or negative errors in the measurement of trace metals by (a) contributing contaminants through leaching or surface desorption and (b) by depleting concentrations through adsorption. Thus the collection and treatment of the sample prior to analysis requires particular attention. The sample bottle whether borosilicate glass, linear polyethylene, polyproplyene or Teflon should be thoroughly washed with detergent and tap water; rinsed with 1:1 nitric acid,

tap water, 1:1 hydrochloric acid, tap water and finally deionized distilled water in that order.

NOTE 1: Chromic acid may be useful to remove organic deposits from glassware; however, the analyst should be cautioned that the glassware must be thoroughly rinsed with water to remove the last traces of chromium. This is especially important if chromium is to be included in the analytical scheme. A commercial product—NOCHROMIX—available from Godax Laboratories, 6 Varick St. New York, N.Y. 10013, may be used in place of chromic acid. [Chromic acid should not be used with plastic bottles.]

NOTE 2: If it can be documented through an active analytical quality control program using spiked samples, reagent and sample blanks, that certain steps in the cleaning procedure are not required for routine samples, those steps may be eliminated from the procedure.

Before collection of the sample a decision must be made as to the type of data desired, i.e., dissolved, suspended, total or total recoverable. For container preference, maximum holding time and sample preservation at time of collection see Table 1 in the front part of this manual. Drinking water samples containing suspended and setteable material should be prepared using the total recoverable metal procedure (section 4.1.4).

4.1.1 For the determination of dissolved constituents the sample must be filtered through a 0.45 u membrane filter as soon as practical after collection. (Glass or plastic filtering apparatus using plain, non-grid marked, membrane filters are recommended to avoid possible contamination.) Use the first 50–100 ml to rinse the filter flask. Discard this portion and collect the required volume of filtrate. Acidify the filtrate with 1:1 redistilled HNO_3 to a pH of < 2. Normally, 3 ml of (1:1) acid per liter should be sufficient to preserve the sample (See Note 3). If hexavalent chromium is to be included in the analytical scheme, a portion of the filtrate should be transferred before acidification to a separate container and analyzed as soon as possible using Method 218.3. Analyses performed on a sample so treated shall be reported as "dissolved" concentrations.

NOTE 3: If a precipitate is formed upon acidification, the filtrate should be digested using 4.1.3. Also, it has been suggested (International Biological Program, Symposium on Analytical Methods, Amsterdam, Oct. 1966) that additional acid, as much as 25 ml of conc. HCl/liter, may be required to stabilize certain types of highly buffered samples if they are to be stored for any length of time. Therefore, special precautions should be observed for preservation and storage of unusual samples intended for metal analysis.

4.1.2 For the determination of suspended metals a representative volume of unpreserved sample must be filtered through a 0.45 *u* membrane filter. When considerable suspended material is present, as little as 100 ml of a well mixed sample is filtered. Record the volume filtered and transfer the membrane filter containing the insoluble material to a 250 ml Griffin beaker and add 3 ml conc. redistilled HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and heat gently. The warm acid will soon dissolve the membrane. Increase the temperature of the hot plate and digest the material. When the acid has nearly evaporated, cool the beaker and watch glass and add another 3 ml of conc. redistilled HNO_3. Cover and continue heating until

the digestion is complete, generally indicated by a light colored digestate. Evaporate to near dryness (DO NOT BAKE), add 5 ml distilled HCl (1:1) and warm the beaker gently to dissolve any soluble material. (If the sample is to be analyzed by the furnace procedure, 1 ml of 1:1 distilled HNO_3 per 100 ml dilution should be substituted for the distilled 1:1 HCl.) Wash down the watch glass and beaker walls with deionized distilled water and filter the sample to remove silicates and other insoluble material that could clog the atomizer. Adjust the volume to some predetermined value based on the expected concentrations of metals present. This volume will vary depending on the metal to be determined. The sample is now ready for analysis. Concentrations so determined shall be reported as "suspended" (See Note 4.)

NOTE 4: Certain metals such as antimony arsenic, gold, iridium, mercury, osmium, palladium, platinium, rhenium, rhodium, ruthenium, selenium, silver, thallium, tin and titanium require modification of the digestion procedure and the individual sheets for these metals should be consulted.

4.1.3 For the determination of total metals the sample is acidified with 1:1 redistilled HNO_3 to a pH of less than 2 at the time of collection. The sample is not filtered before processing. Choose a volume of sample appropriate for the expected level of metals. If much suspended material is present, as little as 50–100 ml of well mixed sample will most probably be sufficient. (The sample volume required may also vary proportionally with the number of metals to be determined.)

Transfer a representative aliquot of the well mixed sample to a Griffin beaker and add 3 ml of conc. redistilled HNO_3. Place the beaker on a hot plate and evaporate to near dryness cautiously, making certain that the sample does not boil. (DO NOT BAKE.) Cool the beaker and add another 3 ml portion of conc. redistilled HNO_3. Cover the beaker with a watch glass and return to the hot plate. Increase the temperature of the hot plate so that a gentle reflux action occurs. Continue heating, adding additional acid as necessary, until the digestion is complete (generally indicated when the digestate is light in color or does not change in appearance with continued refluxing). Again, evaporate to near dryness and cool the beaker. Add a small quantity of redistilled 1:1 HCl (5 ml/100 ml of final solution) and warm the beaker to dissolve any precipitate or residue resulting from evaporation. (If the sample is to be analyzed by the furnace procedure, substitute distilled HNO_3 for 1:1 HCl so that the final dilution contains 0.5% (v/v) HNO_3.) Wash down the beaker walls and watch glass with distilled water and filter the sample to remove silicates and other insoluble material that could clog the atomizer. Adjust the volume to some predetermined value based on the expected metal concentrations. The sample is now ready for analysis. Concentrations so determined shall be reported as "total" (see Note 4).

4.1.4 To determine total recoverable metals, acidify the entire sample at the time of collection with conc. redistilled HNO_3, 5 ml/1. At the time of analysis a 100 ml aliquot of well mixed sample is transferred to a beaker or flask. Five ml of distilled HCl (1:1) is added and the sample heated on a steam bath or hot plate until the

volume has been reduced to 15–20 ml making certain the samples do not boil. (If the sample is being prepared for furnace analysis, the same process should be followed except HCl should be omitted.) After this treatment the sample is filtered to remove silicates and other insoluble material that could clog the atomizer and the volume adjusted to 100 ml. The sample is then ready for analysis. Concentrations so determined shall be reported as "total". (See Notes 4, 5, and 6.)

NOTE 5: The analyst should be cautioned that this digestion procedure may not be sufficiently vigorous to destroy certain metal complexes if a colorimetric procedure is to be employed for the final determination. When this is suspect, the more vigorous digestion given in 4.1.3 should be followed.

NOTE 6: For drinking water analyses by direct aspiration, the final volume may be reduced to effect up to a 10X concentration of the sample, provided the total dissolved solids in the original sample do not exceed 500 mg/1, the determination is corrected for any non-specific absorbance and there is no loss by precipitation.

5. Interferences

5.1 Direct Aspiration

5.1.1 The most troublesome type of interference in atomic absorption spectrophotometry is usually termed "chemical" and is caused by lack of absorption of atoms bound in molecular combination in the flame. This phenomenon can occur when the flame is not sufficiently hot to dissociate the molecule, as in the case of phosphate interference with magnesium, or because the dissociated atom is immediately oxidized to a compound that will not dissociate further at the temperature of the flame. The addition of lanthanum will overcome the phosphate interference in the magnesium, calcium and barium determinations. Similarly, silica interference in the determination of manganese can be eliminated by the addition of calcium.

5.1.2 Chemical interferences may also be eliminated by separating the metal from the interfering material. While complexing agents are primarily employed to increase the sensitivity of the analysis, they may also be used to eliminate or reduce interferences.

5.1.3 The presence of high dissolved solids in the sample may result in an interference from non-atomic absorbance such as light scattering. If background correction is not available, a non-absorbing wavelength should be checked. Preferably, high solids type samples should be extracted (see 5.1.1 and 9.2).

5.1.4 Ionization interferences occur where the flame temperature is sufficiently high to generate the removal of an electron from a neutral atom, giving a positive charged ion. This type of interference can generally be controlled by the addition, to both standard and sample solutions, of a large excess of an easily ionized element.

5.1.5 Although quite rare, spectral interference can occur when an absorbing wavelength of an element present in the sample but not being determined falls within the width of the absorption line of the element of interest. The results of the determination will then be erroneously high, due to the contribution of the interfering element to the atomic absorption signal. Also, interference can occur

when resonant energy from another element in a multi-element lamp or a metal impurity in the lamp cathode falls within the bandpass of the slit setting and that metal is present in the sample. This type of interference may sometimes be reduced by narrowing the slit width.

5.2 Flameless Atomization

5.2.1 Although the problem of oxide formation is greatly reduced with furnace procedures because atomization occurs in an inert atmosphere, the technique is still subject to chemical and matrix interferences. The composition of the sample matrix can have a major effect on the analysis. It is those effects which must be determined and taken into consideration in the analysis of each different matrix encountered. To help verify the absence of matrix or chemical interference use the following procedure. Withdraw from the sample two equal aliquots. To one of the aliquots add a known amount of analyte and dilute both aliquots to the same predetermined volume. [The dilution volume should be based on the analysis of the undiluted sample. Preferably, the dilution should be 1:4 while keeping in mind the optimum concentration range of the analysis. Under no circumstances should the dilution be less than 1:1]. The diluted aliquots should then be analyzed and the unspiked results multiplied by the dilution factor should be compared to the original determination. Agreement of the results (within ±10%) indicates the absence of interference. Comparison of the actual signal from the spike to the expected response from the analyte in an aqueous standard should help confirm the finding from the dilution analysis. Those samples which indicate the presence of interference, should be treated in one or more of the following ways.

a. The samples should be successively diluted and reanalyzed to determine if the interference can be eliminated.

b. The matrix of the sample should be modified in the furnace. Examples are the addition of ammonium nitrate to remove alkali chlorides, ammonium phosphate to retain cadmium, and nickel nitrate for arsenic and selenium analyses [ATOMIC ABSORPTION NEWSLETTER Vol. 14, No. 5, p 127, Sept-Oct 1975]. The mixing of hydrogen with the inert purge gas has also been used to suppress chemical interference. The hydrogen acts as a reducing agent and aids in molecular dissociation.

c. Analyze the sample by method of standard additions while noting the precautions and limitations of its use (See 8.5).

5.2.2 Gases generated in the furnace during atomization may have molecular absorption bands encompassing the analytical wavelength. When this occurs, either the use of background correction or choosing an alternate wavelength outside the absorption band should eliminate this interference. Non-specific broad band absorption interference can also be compensated for with background correction.

5.2.3 Interference from a smoke-producing sample matrix can sometimes be reduced by extending the charring time at a higher temperature or utilizing an ashing cycle in

the presence of air. Care must be taken, however, to prevent loss of the analysis element.

5.2.4 Samples containing large amounts of organic materials should be oxidized by conventional acid digestion prior to being placed in the furnace. In this way broad band absorption will be minimized.

5.2.5 From anion interference studies in the graphite furnace it is generally accepted that nitrate is the preferred anion. Therefore nitric acid is preferable for any digestion or solubilization step. If another acid in addition to HNO_3 is required a minimum amount should be used. This applies particularly to hydrochloric and to a lesser extent to sulfuric and phosphoric acids.

5.2.6 Carbide formation resulting from the chemical environment of the furnace has been observed with certain elements that form carbides at high temperatures. Molybdenum may be cited as an example. When this takes place, the metal will be released very slowly from the carbide as atomization continues. For molybdenum, one may be required to atomize for 30 seconds or more before the signal returns to baseline levels. This problem is greatly reduced and the sensitivity increased with the use of pyrolytically-coated graphite.

5.2.7 Ionization interferences have to date not been reported with furnace techniques.

5.2.8 For comments on spectral interference see section 5.1.5.

5.2.9 Contamination of the sample can be a major source of error because of the extreme sensitivities achieved with the furnace. The sample preparation work area should be kept scrupulously clean. All glassware should be cleaned as directed in part 6.9 of the Atomic Absorption Methods section of this manual. Pipet tips have been known to be a source of contamination. If suspected, they should be acid soaked with 1:5 HNO_3 and rinsed thoroughly with tap and deionized water. The use of a better grade pipet tip can greatly reduce this problem. It is very important that special attention be given to reagent blanks in both analysis and the correction of analytical results. Lastly, pyrolytic graphite because of the production process and handling can become contaminated. As many as five to possibly ten high temperature burns may be required to clean the tube before use.

6. Apparatus

6.1 Atomic absorption spectrophotometer: Single or dual channel, single-or double-beam instrument having a grating monochromator, photomultiplier detector, adjustable slits, a wavelength range of 190 to 800 nm, and provisions for interfacing with a strip chart recorder.

6.2 Burner: The burner recommended by the particular instrument manufacturer should be used. For certain elements the nitrous oxide burner is required.

6.3 Hollow cathode lamps: Single element lamps are to be preferred but multi-element lamps may be used. Electrodeless discharge lamps may also be used when available.

6.4 Graphite furnace: Any furnace device capable of reaching the specified temperatures is satisfactory.

6.5 Strip chart recorder: A recorder is strongly recommended for furnace work so that there will be a permanent record and any problems with the analysis such as drift, incomplete atomization, losses during charring, changes in sensitivity, etc., can be easily recognized.

6.6 Pipets: Microliter with disposable tips. Sizes can range from 5 to 100 microliters as required. **NOTE 7:** Pipet tips which are white in color, do not contain CdS, and have been found suitable for research work are available from Ulster Scientific, Inc. 53 Main St. Highland, NY 12528 (914) 691–7500.

6.7 Pressure-reducing valves: The supplies of fuel and oxidant shall be maintained at pressures somewhat higher than the controlled operating pressure of the instrument by suitable valves.

6.8 Separatory flasks: 250 ml, or larger, for extraction with organic solvents.

6.9 Glassware: All glassware, linear polyethylene, polyproplyene or Teflon containers, including sample bottles, should be washed with detergent, rinsed with tap water, 1:1 nitric acid, tap water, 1:1 hydrochloric acid, tap water and deionized distilled water in that order. [See Notes 1 and 2 under (4.1) concerning the use of chromic acid and the cleaning procedure.]

6.10 Borosilicate glass distillation apparatus.

7. Reagents

7.1 Deionized distilled water: Prepare by passing distilled water through a mixed bed of cation and anion exchange resins. Use deionized distilled water for the preparation of all reagents, calibration standards, and as dilution water.

7.2 Nitric acid (conc.): If metal impurities are found to be present, distill reagent grade nitric acid in a borosilicate glass distillation apparatus or use a spectrograde acid.

Caution: Distillation should be performed in hood with protective sash in place.

7.2.1 Nitric Acid (1:1): Prepare a 1:1 dilution with deionized, distilled water by adding the conc. acid to an equal volume of water.

7.3 Hydrochloric acid (1:1): Prepare a 1:1 solution of reagent grade hydrochloric acid and deionized distilled water. If metal impurities are found to be present, distill this mixture from a borosilicate glass distillation apparatus or use a spectrograde acid.

7.4 Stock standard metal solutions: Prepare as directed in (8.1) and under the individual metal procedures. Commercially available stock standard solutions may also be used.

7.5 Calibration standards: Prepare a series of standards of the metal by dilution of the appropriate stock metal solution to cover the concentration range desired.

7.6 Fuel and oxidant: Commercial grade acetylene is generally acceptable. Air may be supplied from a compressed air line, a laboratory compressor, or from a cylinder of compressed air. Reagent grade nitrous oxide is also required for certain determinations. Standard, commercially available argon and nitrogen are required for furnace work.

7.7 Special reagents for the extraction procedure.

7.7.1 Pyrrolidine dithiocarbamic acid (PDCA) "see footnote": Prepare by adding 18 ml of analytical reagent grade pyrrolidine to 500 ml of chloroform in a liter flask.

The name pyrrolidine dithiocarbamic acid (PDCA), although commonly referenced in the scientific literature is ambiguous. From the chemical reaction of pyrrolidine and carbon disulfide a more proper name would be 1-pyrrolidine carbodithioic acid, PCDA (CAS Registry No. 25769-03-3).

(See Note 8) Cool and add 15 ml of carbon disulfide in small portions and with swirling. Dilute to 1 liter with chloroform. The solution can be used for several months if stored in a brown bottle in a refrigerator.

NOTE 8: An acceptable grade of pyrrolidine may be obtained from the Aldrich Chemical Co., 940 West St. Paul Ave., Milwaukee, WI. 53233 (414, 273–3850).

7.7.2 Ammonium hydroxide, 2N: Dilute 3 ml conc. NH_4OH to 100 ml with deionized distilled water.

7.7.3 Bromphenol blue indicator (1g/liter): Dissolve 0.1g bromphenol blue in 100 ml of 50 percent ethanol or isopropanol.

7.7.4 HCl, 2.5% v/v: Dilute 2 ml redistilled HCl to 40 ml with deionized distilled water.

8. Preparation of Standards and Calibration

8.1 Stock standard solutions are prepared from high purity metals, oxides or nonhygroscopic reagent grade salts using deionized distilled water and redistilled nitric or hydrochloric acids. (See individual analysis sheets for specific instruction.) Sulfuric or phosphoric acids should be avoided as they produce an adverse effect on many elements. The stock solutions are prepared at concentrations of 1000 mg of the metal per liter. Commercially available standard solutions may also be used.

8.2 Calibration standards are prepared by diluting the stock metal solutions at the time of analysis. For best results, calibration standards should be prepared fresh each time an analysis is to be made and discarded after use. Prepare a blank and at least four calibration standards in graduated amounts in the appropriate range. The calibration standards should be prepared using the same type of acid or combination of acids and at the same concentration as will result in the samples following processing. As filtered water samples are preserved with 1:1 redistilled HNO_3 (3 ml per liter), calibration standards for these analyses should be similarly prepared with HNO_3. Beginning with the blank and working toward the highest standard, aspirate the solutions and record the readings. Repeat the operation with both the calibration standards and the samples a sufficient number of times to secure a reliable average reading for each solution. Calibration standards for furnace procedures should be prepared as described on the individual sheets for that metal.

8.3 Where the sample matrix is so complex that viscosity, surface tension and components cannot be accurately matched with standards, the method of standard addition must be used. This technique relies on the addition of small, known amounts of the analysis element to portions of the sample—the absorbance difference between those and the original solution giving the slope of the calibration curve. The method of standard addition is described in greater detail in (8.5).

8.4 For those instruments which do not read out directly in concentration, a calibration curve is prepared to cover the appropriate concentration range. Usually, this means the preparation of standards which produce an absorption of 0 to 80 percent. The correct method is to convert the percent absorption readings to absorbance and plot that value against concentration. The following relationship is used to convert absorption values to absorbance:

$$\text{absorbance} = \log(100/\%T) = 2 - \log \%T$$
$$\text{where } \%T = 100 - \% \text{ absorption}$$

As the curves are frequently nonlinear, especially at high absorption values, the number of standards should be increased in that portion of the curve.

8.5 Method of Standard Additions: In this method, equal volumes of sample are added to a deionized distilled water blank and to three standards containing different known amounts of the test element. The volume of the blank and the standards must be the same. The absorbance of each solution is determined and then plotted on the vertical axis of a graph, with the concentrations of the known standards plotted on the horizontal axis. When the resulting line is extrapolated back to zero absorbance, the point of interception of the abscissa is the concentration of the unknown. The abscissa on the left of the ordinate is scaled the same as on the right side, but in the opposite direction from the ordinate. An example of a plot so obtained is shown in Fig. 1.

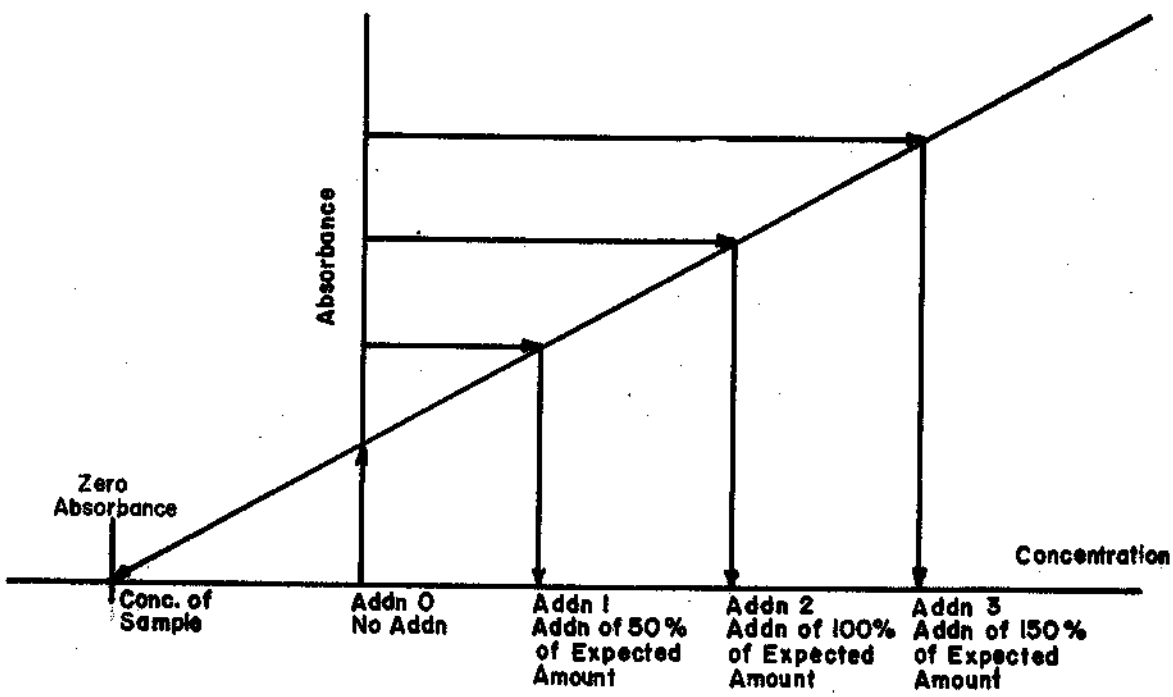


FIGURE 1. STANDARD ADDITION PLOT

The method of standard additions can be very useful, however, for the results to be valid the following limitations must be taken into consideration:

a) the absorbance plot of sample and standards must be linear over the concentration range of concern. For best results the slope of the plot should be nearly the same as the slope of the aqueous standard curve. If the slope is significantly different (more than 20%) caution should be exercised.

b) the effect of the interference should not vary as the ratio of analyte concentration to sample matrix changes and the standard addition should respond in a similar manner as the analyte.

c) the determination must be free of spectral interference and corrected for non-specific background interference.

9. General Procedure for Analysis by Atomic Absorption

9.1 Direct Aspiration: Differences between the various makes and models of satisfactory atomic absorption spectrophotometers prevent the formulation of detailed instructions applicable to every instrument. The analyst should follow the manufacturer's operating instructions for his particular instrument. In general, after choosing the proper hollow cathode lamp for the analysis, the lamp should be allowed to warm up for a minimum of 15 minutes unless operated in a double beam mode. During this period, align the instrument, position the monochromator at the correct wavelength, select the proper monochromator slit width, and adjust the hollow cathode current according to the manufactuerer's recommendation. Subsequently, light the flame and regulate the flow of fuel and oxidant, adjust the burner and nebulizer flow rate for maximum percent absorption and stability, and balance the photometer. Run a series of standards of the element under analysis and construct a calibration curve by plotting the concentrations of the standards against the absorbance. For those instruments which read directly in concentration set the curve corrector to read out the proper concentration. Aspirate the samples and determine the concentrations either directly or from the calibration curve. Standards must be run each time a sample or series of samples are run.

9.1.1 Calculation - Direct determination of liquid samples: Read the metal value in mg/l from the calibration curve or directly from the readout system of the instrument.

9.1.1.1 If dilution of sample was required:

$$\text{mg/l metal in sample} = A \left(\frac{C + B}{C}\right)$$

where:

A = mg/l of metal indiluted aliquot from calibration curve
B = ml of deionized distilled water used for dilution
C = ml of sample aliquot

9.1.2 For samples containing particulates:

$$\text{mg/l metal in sample} = A\left(\frac{V}{C}\right)$$

where:

A = mg/l of metal in processed sample from calibration curve
V = final volume of the processed sample in ml
C = ml of sample aliquot processed

9.1.3 For solid samples: report all concentrations as mg/kg dry weight

9.1.3.1 Dry sample:

$$\text{mg metal/kg sample} = \frac{A \times V}{D}$$

where:

A = mg/l of metal in processed sample from calibration curve
V = final volume of the processed sample in ml
D = weight of dry sample in grams

9.1.3.2 Wet sample:

$$\text{mg metal/kg sample} = \frac{A \times V}{W \times P}$$

where:

A = mg/l of metal in processed sample from calibration curve
V = final volume of the processed sample in ml
W = weight of wet sample in grams
P = % solids

9.2 Special Extraction Procedure: When the concentration of the metal is not sufficiently high to determine directly, or when considerable dissolved solids are present in the sample, certain metals may be chelated and extracted with organic solvents. Ammonium pyrrolidine dithiocarbamate (APDC) (see footnote) in methyl isobutyl ketone (MIBK) is widely used for this purpose and is particularly useful for zinc, cadmium, iron, manganese, copper, silver, lead and chromium^{+6}. Tri-valent chromium does not react with APDC unless it has first been converted to the hexavalent form [Atomic Absorption Newsletter *6*, p 128 (1967)]. This procedure is described under method 218.3.

The name ammonium pyrrolidine dithiocarbamate (APDC) is somewhat ambiguous and should more properly be called ammonium, 1-pyrollidine carbodithioate (APCD), CAS Registry No. 5108–96–3.

Aluminum, beryllium, barium and strontium also do not react with APDC. While the **APDC-MIBK** chelating-solvent system can be used satisfactorily, it is possible to experience difficulties. (See Note 9.)

NOTE 9: Certain metal chelates, manganese-APDC in particular, are not stable in MIBK and will redissolve into the aqueous phase on standing. The extraction of other metals is sensitive to both shaking rate and time. As with cadmium, prolonged extraction beyond 1 minute, will reduce the extraction efficiency, whereas 3 minutes of vigorous shaking is required for chromium.

Also, when multiple metals are to be determined either larger sample volumes must be extracted or individual extractions made for each metal being determined. The acid form of APDC-pyrrolidine dithiocarbamic acid prepared directly in chloroform as described by Lakanen, [Atomic Absorption Newsletter *5*, p 17 (1966)], (see 7.7.1) has been found to be most advantageous. In this procedure the more dense chloroform layer allows for easy combination of multiple extractions which are carried out over a broader pH range favorable to multielement extractions. Pyrrolidine dithiocarbamic acid in chloroform is very stable and may be stored in a brown bottle in the refrigerator for months. Because chloroform is used as the solvent, it may not be aspirated into the flame. The following procedure is suggested.

9.2.1 Extraction procedure with pyrrolidine dithiocarbamic acid (PDCA) in chloroform.

9.2.1.1 Transfer 200 ml of sample into a 250 ml separatory funnel, add 2 drops bromphenol blue indicator solution (7.7.3) and mix.

9.2.1.2 Prepare a blank and sufficient standards in the same manner and adjust the volume of each to approximately 200 ml with deionized distilled water. All of the metals to be determined may be combined into single solutions at the appropriate concentration levels.

9.2.1.3 Adjust the pH by addition of 2N NH_4OH solution (7.7.2) until a blue color persists. Add HCl (7.7.4) dropwise until the blue color just disappears; then add 2.0 ml HCl (7.7.4) in excess. The pH at this point should be 2.3. (The pH adjustment may be made with a pH meter instead of using indicator.)

9.2.1.4 Add 5 ml of PDCA-chloroform reagent (7.7.1) and shake vigorously for 2 minutes. Allow the phases to separate and drain the chloroform layer into a 100 ml beaker. (See NOTE 10.)

NOTE 10: If hexavalent chromium is to be extracted, the aqueous phase must be readjusted back to a pH of 2.3 after the addition of PDCA–chloroform and maintained at that pH throughout the extraction. For multielement extraction, the pH may adjusted upward after the chromium has been extracted.

9.2.1.5 Add a second portion of 5 ml PDCA-chloroform reagent (7.7.1) and shake vigorously for 2 minutes. Allow the phases to separate and combine the chloroform phase with that obtained in step (9.2.1.4).

9.2.1.6 Determine the pH of the aqueous phase and adjust to 4.5.

9.2.1.7 Repeat step (9.2.1.4) again combining the solvent extracts.

9.2.1.8 Readjust the pH to 5.5, and extract a fourth time. Combine all extracts and evaporate to dryness on a steam bath.

9.2.1.9 Hold the beaker at a 45 degree angle, and slowly add 2 ml of conc. distilled nitric acid, rotating the beaker to effect thorough contact of the acid with the residue.

9.2.1.10 Place the beaker on a low temperature hotplate or steam bath and evaporate just to dryness.

9.2.1.11 Add 2 ml of nitric acid (1:1) to the beaker and heat for 1 minute. Cool, quantitatively transfer the solution to a 10 ml volumetric flask and bring to volume with distilled water. The sample is now ready for analysis.

9.2.2 Prepare a calibration curve by plotting absorbance versus the concentration of the metal standard (*ug*/l) in the 200 ml extracted standard solution. To calculate sample concentration read the metal value in *ug*/l from the calibration curve or directly from the readout system of the instrument. If dilution of the sample was required use the following equation:

$$\text{mg/l metal in sample} = Z\left(\frac{C + B}{C}\right)$$

where:

Z = *ug*/l of metal in diluted aliquot from calibration curve
B = ml of deionized distilled water used for dilution
C = ml of sample aliquot

9.3 Furnace Procedure: Furnace devices (flameless atomization) are a most useful means of extending detection limits. Because of differences between various makes and models of satisfactory instruments, no detailed operating instuctions can be given for each instrument. Instead, the analyst should follow the instructions provided by the manufacturer of his particular instrument and use as a guide the temperature settings and other instrument conditions listed on the individual analysis sheets which are recommended for the Perkin-Elmer HGA-2100. In addition, the following points may be helpful.

9.3.1 With flameless atomization, background correction becomes of high importance especially below 350 nm. This is because certain samples, when atomized, may absorb or scatter light from the hollow cathode lamp. It can be caused by the presence of gaseous molecular species, salt particules, or smoke in the sample

beam. If no correction is made, sample absorbance will be greater than it should be, and the analytical result will be erroneously high.

9.3.2 If during atomization all the analyte is not volatilized and removed from the furnace, memory effects will occur. This condition is dependent on several factors such as the volatility of the element and its chemical form, whether pyrolytic graphite is used, the rate of atomization and furnace design. If this situation is detected through blank burns, the tube should be cleaned by operating the furnace at full power for the required time period as needed at regular intervals in the analytical scheme.

9.3.3 Some of the smaller size furnace devices, or newer furnaces equipped with feedback temperature control (Instrumentation Laboratories MODEL 555, Perkin-Elmer MODELS HGA 2200 and HGA 76B, and Varian MODEL CRA-90) employing faster rates of atomization, can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than those listed in this manual.

9.3.4 Although prior digestion of the sample in many cases is not required providing a representative aliquot of sample can be pipeted into the furnace, it will provide for a more uniform matrix and possibly lessen matrix effects.

9.3.5 Inject a measured microliter aliquot of sample into the furnace and atomize. If the concentration found is greater than the highest standard, the sample should be diluted in the same acid matrix and reanalyzed. The use of multiple injections can improve accuracy and help detect furnace pipetting errors.

9.3.6 To verify the absence of interference, follow the procedure as given in part 5.2.1.

9.3.7 A check standard should be run approximately after every 10 sample injections. Standards are run in part to monitor the life and performance of the graphite tube. Lack of reproducibility or significant change in the signal for the standard indicates that the tube should be replaced. Even though tube life depends on sample matrix and atomization temperature, a conservative estimate would be that a tube will last at least 50 firings. A pyrolytic-coating would extend that estimate by a factor of 3.

9.3.8 Calculation–For determination of metal concentration by the furnace: Read the metal value in *u*g/l from the calibration curve or directly from the readout system of the instrument.

9.3.8.1 If different size furnace injection volumes are used for samples than for standards:

$$u\text{g/l of metal in sample} = Z\left(\frac{S}{U}\right)$$

where:

Z = *u*g/l of metal read from calibration curve or readout system
S = ul volume standard injected into furnace for calibration curve
U = ul volume of sample injected for analysis

9.3.8.2 If dilution of sample was required but sample injection volume same as for standard:

$$\mu g/l \text{ of metal in sample} = Z \left(\frac{C + B}{C}\right)$$

where:

Z = $\mu g/l$ metal in diluted aliquot from calibration curve
B = ml of deionized distilled water used for dilution
C = ml of sample aliquot

9.3.9 For sample containing particulates:

$$\mu g/l \text{ of metal in sample} = Z \left(\frac{V}{C}\right)$$

where:

Z = $\mu g/l$ of metal in processed sample from calibration curve (See 9.3.8.1)
V = final volume of processed sample in ml
C = ml of sample aliquot processed

9.3.10 For solid samples: Report all concentrations as mg/kg dry weight

9.3.10.1 Dry sample:

$$\text{mg metal/kg sample} = \frac{\left(\frac{Z}{1{,}000}\right)V}{D}$$

where:

Z = $\mu g/l$ of metal in processed sample from calibration curve (See 9.3.8.1)
V = final volume of processed sample in ml
D = weight of dry sample in grams

9.3.10.2 Wet sample:

$$\text{mg metal/kg sample} = \frac{\left(\frac{Z}{1{,}000}\right)V}{W \times P}.$$

where:

Z = $\mu g/l$ of metal in processed sample from calibration curve (See 9.3.8.1)
V = final volume of processed sample in ml
W = weight of wet sample in grams
P = % solids

10 Quality Control For Drinking Water Analysis

10.1 Minimum requirements

10.1.1 All quality control data should be maintained and available for easy reference or inspection.

10.1.2 An unknown performance sample (when available) must be analyzed once per year for the metals measured. Results must be within the control limit established by EPA. If problems arise, they should be corrected, and a follow-up performance sample should be analyzed.

10.2 Minimum Daily control

10.2.1 After a calibration curve composed of a minimum of a reagent blank and three standards has been prepared, subsequent calibration curves must be verified by use of at least a reagent blank and one standard at or near the MCL. Daily checks must be within ±10 percent of original curve.

10.2.2 If 20 or more samples per day are analyzed, the working standard curve must be verified by running an additional standard at or near the MCL every 20 samples. Checks must be within ±10 percent of original curve.

10.3 Optional Requirements

10.3.1 A current service contract should be in effect on balances and the atomic absorption spectrophotometer.

10.3.2 Class S weights should be available to make periodic checks on balances.

10.3.3 Chemicals should be dated upon receipt of shipment and replaced as needed or before shelf life has been exceeded.

10.3.4 A known reference sample (when available) should be analyzed once per quarter for the metals measured. The measured value should be within the control limits established by EPA.

10.3.5 At least one duplicate sample should be run every 10 samples, or with each set of samples to verify precision of the method. Checks should be within the control limit established by EPA.

10.3.6 Standard deviation should be obtained and documented for all measurements being conducted.

10.3.7 Quality Control charts or a tabulation of mean and standard deviation should be used to document validity of data on a daily basis.

ANTIMONY

Method 204.1 (Atomic absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01097
Dissolved 01095
Suspended 01096

Optimum Concentration Range: 1–40 mg/1 using a wavelength of 217.6 nm
Sensitivity: 0.5 mg/1
Detection Limit: 0.2 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Carefully weigh 2.7426 g of antimony potassium tartrate (analytical reagent grade) and dissolve in deionized distilled water. Dilute to 1 liter with deionized distilled water. 1 ml = 1 mg Sb (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 through 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Antimony hollow cathode lamp
2. Wavelength: 217.6 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Air
5. Type of flame: Fuel lean

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES
Issued 1974
Editorial revision 1978

Interferences

1. In the presence of lead (1000 mg/1), a spectral interference may occur at the 217.6 nm resonance line. In this case the 231.1 nm antimony line should be used.
2. Increasing acid concentrations decrease antimony absorption. To avoid this effect, the acid concentration in the samples and in the standards should be matched.

Notes

1. Data to be entered into **STORET** must be reported as *ug*/1.
2. For concentrations of antimony below 0.35 mg/1, the furnace procedure (Method 204.2) is recommended.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using a mixed industrial-domestic waste effluent at concentrations of 5.0 and 15 mg Sb/1, the standard deviations were ±0.08 and ±0.1, respectively. Recoveries at these levels were 96% and 97%, respectively.

ANTIMONY

Method 204.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. Total 01097
Dissolved 01095
Suspended 01096

Optimum Concentration Range: 20–300 *ug*/1
Detection Limit: 3 *ug*/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. These solutions are also to be used for "standard additions".
3. The calibration standard should be diluted to contain 0.2% (v/v) HNO_3.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 thru 4.1.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual should be followed including the addition of sufficient 1:1 HCl to dissolve the digested residue for the analysis of suspended or total antimony. The sample solutions used for analysis should contain 2% (v/v) HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–800°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2700°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 217.6 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES
Issued 1978

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.
2. The use of background correction is recommended.
3. Nitrogen may also be used as the purge gas.
4. If chloride concentration presents a matrix problem or causes a loss previous to atomization, add an excess of 5 mg of ammonium nitrate to the furnace and ash using a ramp accessory or with incremental steps until the recommended ashing temperature is reached.
5. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
6. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
7. Data to be entered into STORET must be reported as *ug/*1.

Precision and Accuracy

1. Precision and accuracy data are not available at this time.

ARSENIC

Method 206.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. Total 01002
Dissolved 01000
Suspended 01001

Optimum Concentration Range: 5–100 *ug/1*
Detection Limit: 1 *ug/1*

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Dissolve 1.320 g of arsenic trioxide, As_2O_3 (analytical reagent grade) in 100 ml of deionized distilled water containing 4 g NaOH. Acidify the solution with 20 ml conc. HNO_3 and dilute to 1 liter. 1 ml = 1 mg As (1000 mg/1).

2. Nickel Nitrate Solution, 5%: Dissolve 24.780 g of ACS reagent grade $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ in deionized distilled water and make up to 100ml.

3. Nickel Nitrate Solution, 1%: Dilute 20 ml of the 5% nickel nitrate to 100 ml with deionized distilled water.

4. Working Arsenic Solution: Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. Withdraw appropriate aliquots of the stock solution, add 1 ml of conc. HNO_3, 2ml of 30% H_2O_2 and 2ml of the 5% nickel nitrate solution. Dilute to 100 ml with deionized distilled water.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml Griffin beaker, add 2 ml of 30% H_2O_2 and sufficient conc. HNO_3 to result in an acid concentration of 1%(v/v). Heat for 1 hour at 95°C or until the volume is slightly less than 50 ml.

2. Cool and bring back to 50 ml with deionized distilled water.

3. Pipet 5 ml of this digested solution into a 10-ml volumetric flask, add 1 ml of the 1% nickel nitrate solution and dilute to 10 ml with deionized distilled water. The sample is now ready for injection into the furnace.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

NOTE: If solubilization or digestion is not required, adjust the HNO_3 concentration of the sample to 1% (v/v) and add 2 ml of 30%H_2O_2 and 2 ml of 5% nickel nitrate to each 100 ml of sample. The volume of the calibration standard should be adjusted with deionized distilled water to match the volume change of the sample.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–1100°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2700°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 193.7 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.
2. The use of background correction is recommended.
3. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
4. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
5. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. Data to be entered into STORET must be reported as ug/1.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using a mixed industrial-domestic waste effluent containing 15 ug/1 and spiked with concentrations of 2, 10 and 25 ug/1, recoveries of 85%, 90% and 88% were obtained respectively. The relative standard deviation at these concentrations levels were ±8.8%, ±8.2%, ±5.4% and ±8.7%, respectively.
2. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 20, 50 and 100 ug As/1, the standard deviations were ±0.7, ±1.1 and ±1.6 respectively. Recoveries at these levels were 105%, 106% and 101%, respectively.

ARSENIC

Method 206.3 (Atomic Absorption—gaseous hydride)

STORET NO. Total 01002
Dissolved 01000
Suspended 01001

1. Scope and Application
   1.1 The gaseous hydride method determines inorganic arsenic when present in concentrations at or above 2 *ug*/1. The method is applicable to drinking water and most fresh and saline waters in the absence of high concentrations of chromium, cobalt, copper, mercury, molybdenum, nickel and silver.
2. Summary of Method
   2.1 Arsenic in the sample is first reduced to the trivalent form using $SnCl_2$ and converted to arsine, AsH_3, using zinc metal. The gaseous hydride is swept into an argon-hydrogen flame of an atomic absorption spectrophotometer. The working range of the mehtod is 2–20 *ug*/1. The 193.7 nm wavelength line is used.
3. Comments
   3.1 In analyzing drinking water and most surface and ground waters, interferences are rarely encountered. Industrial waste samples should be spiked with a known amount of arsenic to establish adequate recovery.
   3.2 Organic forms of arsenic must be converted to inorganic compounds and organic matter must be oxidized before beginning the analysis. The oxidation procedure given in Method 206.5 (Standard Methods, 14th Edition, Method 404B, p. 285, Procedure 4.a) has been found suitable.
   3.3 For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
   3.4 For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
   3.5 Data to be entered into **STORET** must be reported as *ug*/1.
4. Precision and Accuracy
   4.1 Ten replicate solutions of o-arsenilic acid at the 5, 10 and 20 *ug*/1 level were analyzed by a single laboratory. Standard deviations were ±0.3, ±0.9 and ±1.1 with recoveries of 94, 93 and 85%, respectively. (Caldwell, J. S., Lishka, R. J., and McFarren, E. F., "Evaluation of a Low Cost Arsenic and Selenium Determination at Microgram per Liter Levels", JAWWA., vol 65, p 731, Nov., 1973.)

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1974

5. References

5.1. Except for the perchloric acid step, the procedure to be used for this determination is found in: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, p159, Method 301A(VII),(1975)

BARIUM

Method 208.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01007
Dissolved 01005
Suspended 01006

Optimum Concentration Range: 1–20 mg/1 using a wavelength of 553.6 nm
Sensitivity: 0.4 mg/1
Detection Limit: 0.1 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Dissolve 1.7787 g barium chloride ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$, analytical reagent grade) in deionized distilled water and dilute to 1 liter. 1 ml = 1 mg Ba (1000 mg/1).
2. Potassium chloride solution: Dissolve 95 g potassium chloride, KCl, in deionized distilled water and make up to 1 liter.
3. Prepare dilutions of the stock barium solution to be used as calibration standards at the time of analysis. To each 100 ml of standard and sample alike add 2.0 ml potassium chloride solution. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 through 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Barium hollow cathode lamp
2. Wavelength: 553.6 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Nitrous oxide
5. Type of flame: Fuel rich

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1974

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Interferences

1. The use of a nitrous oxide-acetylene flame virtually eliminates chemical interference; however, barium is easily ionized in this flame and potassium must be added (1000 mg/1) to standards and samples alike to control this effect.
2. If the nitrous oxide flame is not available and acetylene-air is used, phosphate, silicon and aluminum will severely depress the barium absorbance. This may be overcome by the addition of 2000 mg/1 lanthanum.

Notes

1. Data to be entered into **STORET** must be reported as ug/1.
2. For concentrations of barium below 0.2 mg/1, the furnace procedure (Method 208.2) is recommended.
3. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using a mixed industrial-domestic waste effluent at concentrations of 0.40 and 2.0 mg Ba/1, the standard deviations were ±0.043 and ±0.13, respectively. Recovereis at these levels were 94% and 113%, respectively.
2. In a round-robin study reported by Standard Methods (13th Edition, p215, method 129A, 1971), three synthetic samples containing barium were analyzed by 13 laboratories. At concentrations of 500, 1000 and 5000 ug Ba/1, the reported standard deviations were ±50, ±89 and ±185 ug, respectively. The relative error at these concentrations was 8.6%, 2.7% and 1.4%, respectively.

BARIUM

Method 208.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. 01007
Dissolved 01005
Suspended 01006

Optimum Concentration Range: 10–200 *ug*/1
Detection Limit: 2 *ug*/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. These solutions are also to used for "standard additions".
3. The calibration standard should be diluted to contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–1200°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2800°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 553.6 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and pyrolytic graphite.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

2. The use of halide acid should be avoided.
3. Because of possible chemical interaction, nitrogen should not be used as a purge gas.
4. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
5. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
7. Data to be entered into STORET must be reported as *ug*/1.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 500 and 1000 *ug* Ba/1, the standard deviations were ±2.5 and ±2.2 *ug*, respectively. Recoveries at these levels were 96% and 102%, respectively A dilution of 1:10 was required to bring the spikes within the analytical range of the method.

BERYLLIUM

Methods 210.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01012
Dissolved 01010
Suspended 01011

Optimum Concentration Range: 0.05–2 mg/1 using a wavelength of 234.9 nm
Sensitivity: 0.025 mg/1
Detection Limit: 0.005 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Dissolve 11.6586 g beryllium sulfate, $BeSO_4$, in deionized distilled water containing 2 ml conc. nitric acid and dilute to 1 liter. 1 ml = 1 mg Be (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 through 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Beryllium hollow cathode lamp
2. Wavelength: 234.9 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Nitrous oxide
5. Type of flame: Fuel rich

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES
Issued 1974

Interferences

1. Sodium and silicon at concentrations in exoess of 1000 mg/1 have been found to severely depress the beryllium absorbance.
2. Bicarbonate ion is reported to interfere; however, its effect is eliminated when samples are acidified to a pH of 1.5.
3. Aluminum at concentrations of 500 *ug/1* is reported to depress the sensitivity of beryllium [Spectrochim Acta 22, 1325 (1966)].

Notes

1. Data to be entered into **STORET** must be reported as *ug/1*.
2. The "aluminon colorimetric method" may also be used (Standard Methods, 14th Edition, p 177). The minimum detectable concentration by this method is 5 *ug/1*.
3. For concentrations of beryllium below 0.02 mg/1, the furnace procedure (Method 210.2) is recommended.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using a mixed industrial-domestic waste effluent at concentrations of 0.01, 0.05 and 0.25 mg Be/1, the standard deviations were ±0.001, ±0.001 and ±0.002, respectively. Recoveries at these levels were 100%, 98% and 97%, respectively.

BERYLLIUM

Method 210.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. 01012
Dissolved 01010
Suspended 01011

Optimum Concentration Range: 1–30 *ug*/1
Detection Limit: 0.2 *ug*/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. These solutions are also to be used for "standard additions".
3. The calibration standard should be diluted to contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–1000°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2800°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 234.9 nm
6. The operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption methods section of this manual.

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can

Approved for NPDES
Issued 1978

be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.

2. The use of background correction is recommended.
3. Because of possible chemical interaction and reported lower sensitivity, nitrogen should not be used as the purge gas.
4. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
5. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. Data to be entered into STORET must be reported as *ug/1*.

Precision and Accuracy

1. Precision and Accuracy data are not available at this time.

CADMIUM

Method 213.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01027
Dissolved 01025
Suspended 01026

Optimum Concentration Range: 0.05–2 mg/1 using a wavelength of 228.8 nm
Sensitivity: 0.025 mg/1
Detection Limit: 0.005 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Carefully weigh 2.282 g of cadmium sulfate ($3CdSO_4 \cdot 8H_2O$, analytical reagent grade) and dissolve in deionized distilled water. 1 ml = 1 mg Cd (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 through 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Cadmium hollow cathode lamp
2. Wavelength: 228.8 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Air
5. Type of flame: Oxidizing

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1971
Editorial revision 1974

Notes

1. For levels of cadmium below 20 ug/1, either the Special Extraction Procedure given in Part 9.2 of the Atomic Absorption methods section as the furnace technique, Method 213.2 is recommended.
2. Data to be entered into **STORET** must be reported as ug/1.
3. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Precision and Accuracy

1. An interlaboratory study on trace metal analyses by atomic absorption was conducted by the Quality Assurance and Laboratory Evaluation Branch of EMSL. Six synthetic concentrates containing varying levels of aluminum, cadmium, chromium, copper, iron, manganese, lead and zinc were added to natural water samples. The statistical results for cadmium were as follows:

Number of Labs	True Values ug/liter	Mean Value ug/liter	Standard Deviation ug/liter	Accuracy as % Bias
74	71	70	21	–2.2
73	78	74	18	–5.7
63	14	16.8	11.0	19.8
68	18	18.3	10.3	1.9
55	1.4	3.3	5.0	135
51	2.8	2.9	2.8	4.7

CADMIUM

Method 213.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. 01027
Dissolved 01025
Suspended 01026

Optimum Concentration Range: 0.5–10 *ug*/l
Detection Limit: 0.1 *ug*/l

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Ammonium Phosphate solution (40%): Dissolve 40 grams of ammonium phosphate, $(NH_4)2HPO_4$ (analytical reagent grade) in deionized distilled water and dilute to 100 ml.
3. Prepare dilutions of the stock cadmium solution to be used as calibration standards at the time of analysis. To each 100 ml of standard and sample alike add 2.0 ml of the ammonium phosphate solution. The calibration standards should be prepared to contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–500°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–1900°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 228.8 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.
2. The use of background correction is recommended.
3. Contamination from the work area is critical in cadmium analysis. Use of pipet tips which are free of cadmium is of particular importance. (See part 5.5.7 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.)
4. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
5. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
7. Data to be entered into STORET must be reported as ug/1.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 2.5, 5.0 and 10.0 ug Cd/1, the standard deviations were ±0.10, ±0.16 and ±0.33, respectively. Recoveries at these levels were 96%, 99% and 98%, respectively.

CHROMIUM

Method 218.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01034
Dissolved 01030
Suspended 01031

Optimum Concentration Range: 0.5–10 mg/1 using a wavelength of 357.9 nm
Sensitivity: 0.25 mg/1
Detection Limit: 0.05 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Dissolve 1.923 g of chromium trioxide (CrO_3, reagent grade) in deionized distilled water. When solution is complete, acidify with redistilled HNO_3 and dilute to 1 liter with deionized distilled water. 1 ml = 1 mg Cr (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 thru 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Chromium hollow cathode lamp
2. Wavelength: 357.9 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Nitrous oxide
5. Type of flame: Fuel rich

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1971
Editorial revision 1974 and 1978

Notes

1. The following wavelengths may also be used:
   359.3 nm Relative Sensitivity 1.4
   425.4 nm Relative Sensitivity 2
   427.5 nm Relative Sensitivity 3
   428.9 nm Relative Sensitivity 4

2. The fuel rich air–acetylene flame provides greater sensitivity but is subject to chemical and matrix interference from iron, nickel, and other metals. If the analysis is performed in a lean flame the interference can be lessened but the sensitivity will also be reduced.
3. The suppression of both Cr (III) and Cr (VI) absorption by most interfering ions in fuel rich air-acetylene flames is reportedly controlled by the addition of 1% ammonium bifluoride in 0.2% sodium sulfate [Talanta 20, 631 (1973)]. A 1% oxine solution is also reported to be useful.
4. For levels of chromium between 50 and 200 *ug*/l where the air-acetylene flame can not be used or for levels below 50 *ug*/l, either the furnace procedure or the extraction procedure is recommended. See Method 218.2 for the furnace procedure and Method 218.3 for the chelation–extraction procedure.
5. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. Data to be entered into **STORET** must be reported as *ug*/l.

Precision and Accuracy

1. An interlaboratory study on trace metal analyses by atomic absorption was conducted by the Quality Assurance and Laboratory Evaluation Branch of EMSL. Six synthetic concentrates containing varying levels of aluminum, cadmium, chromium, copper, iron, manganese, lead and zinc were added to natural water samples. The statistical results for chromium were as follows:

Number of Labs	True Values *ug*/liter	Mean Value *ug*/liter	Standard Deviation *ug*/liter	Accuracy as % Bias
74	370	353	105	-4.5
76	407	380	128	-6.5
72	74	72	29	-3.1
70	93	84	35	-10.2
47	7.4	10.2	7.8	37.7
47	15.0	16.0	9.0	6.8

CHROMIUM

Method 218.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. 01034
Dissolved 01030
Suspended 01031

Optimum Concentration Range: 5–100 *ug/1*
Detection Limit: 1 *ug/1*

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Calcium Nitrate Solution: Dissolve 11.8 grams of calcium nitrate, $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ (analytical reagent grade) in deionized distilled water and dilute to 100 ml.1 ml = 20 mg Ca.
3. Prepare dilutions of the stock chromium solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared to contain 0.5% (v/v) HNO_3. To each 100 ml of standard and sample alike, add 1 ml of 30% H_2O_2 and 1 ml of the calcium nitrate solution.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods secton of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% v/v HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–1000°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2700°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 357.9 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injecton, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite.
2. Hydrogen peroxide is added to the acidified solution to convert all chromium to the trivalent state. Calcium is added to a level above 200 mg/1 where its suppressive effect becomes constant up to 1000 mg/1.
3. Background correction may be required if the sample contains high dissolved solids.
4. Nitrogen should not be used as a purge gas because of possible CN band interference.
5. Pipet tips have been reported to be a possible source of contamination. (See part 5.5.7 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.)
6. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
7. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
8. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
9. Data to be entered into STORET must be reported as ug/1.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 19, 48, and 77 ug Cr/1, the standard deviations were ±0.1, ±0.2, and ±0.8, respectively. Recoveries at these levels were 97%, 101%, and 102%, respectively.

LEAD
Method 239.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01051
Dissolved 01049
Suspended 01050

Optimum Concentration Range: 1–20 mg/1 using a wavelength of 283.3 nm
Sensitivity: 0.5 mg/1
Detection Limit: 0.1 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Carefully weigh 1.599 g of lead nitrate, $Pb(NO_3)_2$ (analytical reagent grade), and dissolve in deionized distilled water. When solution is complete acidify with 10 ml redistilled HNO_3 and dilute to 1 liter with deionized distilled water. 1 ml = 1 mg Pb (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 thru 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Lead hollow cathode lamp
2. Wavelength: 283.3 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Air
5. Type of flame: Oxidizing

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1971
Editorial revision 1974 and 1978

Notes

1. The analysis of this metal is exceptionally sensitive to turbulence and absorption bands in the flame. Therefore, some care should be taken to position the light beam in the most stable, center portion of the flame. To do this, first adjust the burner to maximize the absorbance reading with a lead standard. Then, aspirate a water blank and make minute adjustments in the burner alignment to minimize the signal.
2. For levels of lead below 200 *ug*/1, either the Special Extraction Procedure given in part 9.2 of the Atomic Absorption Methods section or the furnace technique, Method 239.2, is recommended.
3. The following lines may also be used:
   217.0 nm Relative Sensitivity 0.4
   261.4 nm Relative Sensitivity 10
4. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
5. Data to be entered into **STORET** must be reported as *ug*/1.

Precision and Accuracy

1. An interlaboratory study on trace metal analyses by atomic absorption was conducted by the Quality Assurance and Laboratory Evaluation Branch of EMSL. Six synthetic concentrates containing varying levels of aluminum, cadmium, chromium, copper, iron, manganese, lead and zinc were added to natural water samples. The statistical results for lead were as follows:

Number of Labs	True Values *ug*/liter	Mean Value *ug*/liter	Standard Deviation *ug*/liter	Accuracy as % Bias
74	367	377	128	2.9
74	334	340	111	1.8
64	101	101	46	–0.2
64	84	85	40	1.1
61	37	41	25	9.6
60	25	31	22	25.7

LEAD
Method 239.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. Total 01051
Dissolved 01049
Suspended 01050

Optimum Concentration Range: 5–100 *ug/*l
Detection Limit: 1 *ug/*l

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Lanthanum Nitrate Solution: Dissolve 58.64 g of ACS reagent grade La_2O_3 in 100 ml conc. HNO_3 and dilute to 1000 ml with deionized distilled water. 1 ml = 50 mg La.
3. Working Lead Solution: Prepare dilutions of the stock lead solution to be used as calibration standards at the time of analysis. Each calibration standard should contain 0.5% (v/v) HNO_3. To each 100 ml of diluted standard add 10 ml of the lanthanum nitrate solution.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% (v/v) HNO_3.
2. To each 100 ml of prepared sample solution add 10 ml of the lanthanum nitrate solution.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–500°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2700°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 283.3 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure in the calculation see "Furnace Procedure", part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 *u*l injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.
2. The use of background correction is recommended.
3. Greater sensitivity can be achieved using the 217.0 nm line, but the optimum concentration range is reduced. The use of a lead electrodeless discharge lamp at this lower wavelength has been found to be advantageous. Also a lower atomization temperature (2400°C) may be preferred.
4. To suppress sulfate interference (up to 1500 ppm) lanthanum is added as the nitrate to both samples and calibration standards. (Atomic Absorption Newsletter Vol. 15, No. 3, p 71, May-June 1976.)
5. Since glassware contamination is a severe problem in lead analysis, all glassware should be cleaned immediately prior to use, and once cleaned, should not be open to the atmosphere except when necessary.
6. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
7. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
8. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
9. Data to be entered into STORET must be reported as *u*g/1.

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 25, 50, and 100 *u*g Pb/1, the standard deviations were ±1.3, ±1.6, and ±3.7, respectively. Recoveries at these levels were 88%, 92%, and 95% respectively.

MERCURY
Method 245.1 (Manual Cold Vapor Technique)

STORET NO. Total 71900
Dissolved 71890
Suspended 71895

1. Scope and Application
   1.1 This method is applicable to drinking, surface, and saline waters, domestic and industrial wastes.
   1.2 In addition to inorganic forms of mercury, organic mercurials may also be present. These organo-mercury compounds will not respond to the cold vapor atomic absorption technique unless they are first broken down and converted to mercuric ions. Potassium permanganate oxidizes many of these compounds, but recent studies have shown that a number of organic mercurials, including phenyl mercuric acetate and methyl mercuric chloride, are only partially oxidized by this reagent. Potasssium persulfate has been found to give approximately 100% recovery when used as the oxidant with these compounds. Therefore, a persulfate oxidation step following the addition of the permanganate has been included to insure that organo-mercury compounds, if present, will be oxidized to the mercuric ion before measurement. A heat step is required for methyl mercuric chloride when present in or spiked to a natural system. For distilled water the heat step is not necessary.
   1.3 The range of the method may be varied through instrument and/or recorder expansion. Using a 100 ml sample, a detection limit of 0.2 ug Hg/1 can be achieved; concentrations below this level should be reported as < 0.2 (see Appendix 11.2).
2. Summary of Method
   2.1 The flameless AA procedure is a physical method based on the absorption of radiation at 253.7 nm by mercury vapor. The mercury is reduced to the elemental state and aerated from solution in a closed system. The mercury vapor passes through a cell positioned in the light path of an atomic absorption spectrophotometer. Absorbance (peak height) is measured as a function of mercury concentration and recorded in the usual manner.
3. Sample Handling and Preservation
   3.1 Until more conclusive data are obtained, samples should be preserved by acidification with nitric acid to a pH of 2 or lower immediately at the time of collection. If only dissolved mercury is to be determined, the sample should be filtered through an all glass apparatus before the acid is added. For total mercury the filtration is omitted.
4. Interference
   4.1 Possible interference from sulfide is eliminated by the addition of potassium permanganate. Concentrations as high as 20 mg/1 of sulfide as sodium sulfide do not interfere with the recovery of added inorganic mercury from distilled water.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1974

4.2 Copper has also been reported to interfere; however, copper concentrations as high as 10 mg/l had no effect on recovery of mercury from spiked samples.

4.3 Sea waters, brines and industrial effluents high in chlorides require additional permanganate (as much as 25 ml). During the oxidation step, chlorides are converted to free chlorine which will also absorb radiation of 253 nm. Care must be taken to assure that free chlorine is absent before the mercury is reduced and swept into the cell. This may be accomplished by using an excess of hydroxylamine sulfate reagent (25 ml). In addition, the dead air space in the **BOD** bottle must be purged before the addition of stannous sulfate. Both inorganic and organic mercury spikes have been quantitatively recovered from sea water using this technique.

4.4 Interference from certain volatile organic materials which will absorb at this wavelength is also possible. A preliminary run without reagents should determine if this type of interference is present (see Appendix 11.1).

5. Apparatus

5.1 Atomic Absorption Spectrophotometer: (See Note 1) Any atomic absorption unit having an open sample presentation area in which to mount the absorption cell is suitable. Instrument settings recommended by the particular manufacturer should be followed.

Note 1: Instruments designed specifically for the measurement of mercury using the cold vapor technique are commercially available and may be substituted for the atomic absorption spectrophotometer.

5.2 Mercury Hollow Cathode Lamp: Westinghouse WL-22847, argon filled, or equivalent.

5.3 Recorder: Any multi-range variable speed recorder that is compatible with the UV detection system is suitable.

5.4 Absorption Cell: Standard spectrophotometer cells 10 cm long, having quartz end windows may be used. Suitable cells may be constructed from plexiglass tubing, 1" O.D. X 4-1/2". The ends are ground perpendicular to the longitudinal axis and quartz windows (1" diameter X 1/16" thickness) are cemented in place. The cell is strapped to a burner for support and aligned in the light beam by use of two 2" by 2" cards. One inch diameter holes are cut in the middle of each card; the cards are then placed over each end of the cell. The cell is then positioned and adjusted vertically and horizontally to give the maximum transmittance.

5.5 Air Pump: Any peristaltic pump capable of delivering 1 liter of air per minute may be used. A Masterflex pump with electronic speed control has been found to be satisfactory.

5.6 Flowmeter: Capable of measuring an air flow of 1 liter per minute.

5.7 Aeration Tubing: A straight glass frit having a coarse porosity. Tygon tubing is used for passage of the mercury vapor from the sample bottle to the absorption cell and return.

5.8 Drying Tube: 6" X 3/4" diameter tube containing 20 g of magnesium perchlorate (see Note 2). The apparatus is assembled as shown in Figure 1.

NOTE 2: In place of the magnesium perchlorate drying tube, a small reading lamp with 60W bulb may be used to prevent condensation of moisture inside the cell. The lamp is positioned to shine on the absorption cell maintaining the air temperature in the cell about 10°C above ambient.

6. Reagents

6.1 Sulfuric Acid, Conc.: Reagent grade.

6.1.1 Sulfuric acid, 0.5 N: Dilute 14.0 ml of conc. sulfuric acid to 1.0 liter.

6.2 Nitric Acid, Conc: Reagent grade of low mercury content (See Note 3).

NOTE 3: If a high reagent blank is obtained, it may be necessary to distill the nitric acid.

6.3 Stannous Sulfate: Add 25 g stannous sulfate to 250 ml of 0.5 N sulfuric acid. This mixture is a suspension and should be stirred continuously during use. (Stannous chloride may be used in place of stannous sulfate.)

6.4 Sodium Chloride-Hydroxylamine Sulfate Solution: Dissolve 12 g of sodium chloride and 12 g of hydroxylamine sulfate in distilled water and dilute to 100 ml. (Hydroxylamine hydrochloride may be used in place of hydroxylamine sulfate.)

6.5 Potassium Permanganate: 5% solution, w/v. Dissolve 5 g of potassium permanganate in 100 ml of distilled water.

6.6 Potassium Persulfate: 5% solution, w/v. Dissolve 5 g of potassium persulfate in 100 ml of distilled water.

6.7 Stock Mercury Solution: Dissolve 0.1354 g of mercuric chloride in 75 ml of distilled water. Add 10 ml of conc. nitric acid and adjust the volume to 100.0 ml. 1 ml = 1 mg Hg.

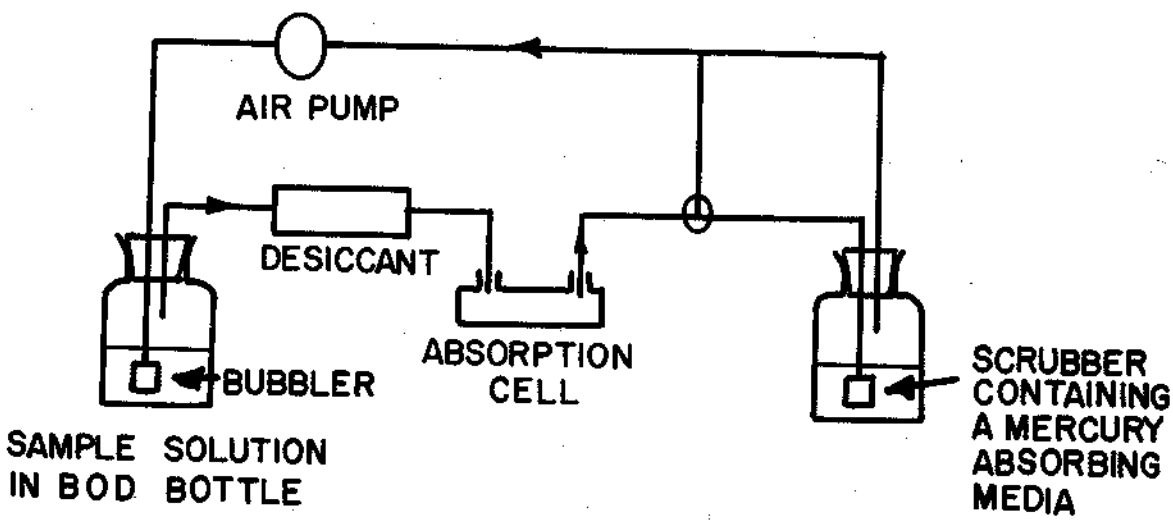


FIGURE 1. APPARATUS FOR FLAMELESS MERCURY DETERMINATION

6.8 Working Mercury Solution: Make successive dilutions of the stock mercury solution to obtain a working standard containing 0.1 ug per ml. This working standard and the dilutions of the stock mercury solution should be prepared fresh daily. Acidity of the working standard should be maintained at 0.15% nitric acid. This acid should be added to the flask as needed before the addition of the aliquot.

7. Calibration

7.1 Transfer 0, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 and 10.0 ml aliquots of the working mercury solution containing 0 to 1.0 ug of mercury to a series of 300 ml **BOD** bottles. Add enough distilled water to each bottle to make a total volume of 100 ml. Mix thoroughly and add 5 ml of conc. sulfuric acid (6.1) and 2.5 ml of conc. nitric acid (6.2) to each bottle. Add 15 ml of $KMnO_4$ (6.5) solution to each bottle and allow to stand at least 15 minutes. Add 8 ml of potassium persulfate (6.6) to each bottle and heat for 2 hours in a water bath maintined at 95°C. Cool and add 6 ml of sodium chloride-hydroxylamine sulfate solution (6.4) to reduce the excess permanganate. When the solution has been decolorized wait 30 seconds, add 5 ml of the stannous sulfate solution (6.3) and immediately attach the bottle to the aeration apparatus forming a closed system. At this point the sample is allowed to stand quietly without manual agitation. The circulating pump, which has previously been adjusted to a rate of 1 liter per minute, is allowed to run continuously (See Note 4). The absorbance will increase and reach maximum within 30 seconds. As soon as the recorder pen levels off, approximately 1 minute, open the bypass valve and continue the aeration until the absorbance returns to its minimum value (see Note 5). Close the bypass valve, remove the stopper and frit from the **BOD** bottle and continue the aeration. Proceed with the standards and construct a standard curve by plotting peak height versus micrograms of mercury.

NOTE 4: An open system where the mercury vapor is passed through the absorption cell only once may be used instead of the closed system.

NOTE 5: Because of the toxic nature of mercury vapor precaution must be taken to avoid its inhalation. Therefore, a bypass has been included in the system to either vent the mercury vapor into an exhaust hood or pass the vapor through some absorbing media, such as:

a) equal volumes of 0.1 M $KMnO_4$ and 10% H_2SO_4
b) 0.25% iodine in a 3% KI solution

A specially treated charcoal that will adsorb mercury vapor is also available from Barnebey and Cheney, E. 8th Ave. and N. Cassidy St., Columbus, Ohio 43219, Cat. #580–13 or #580–22.

8. Procedure

8.1 Transfer 100 ml, or an aliquot diluted to 100 ml, containing not more than 1.0 ug of mercury, to a 300 ml **BOD** bottle. Add 5 ml of sulfuric acid (6.1) and 2.5 ml of conc. nitric acid (6.2) mixing after each addition. Add 15 ml of potassium permanganate solution (6.5) to each sample bottle. For sewage samples additional permanganate may be required. Shake and add additional portions of potassium permanganate solution, if necessary, until the purple color persists for at least 15 minutes. Add 8 ml of potassium persulfate (6.6) to each bottle and heat for 2 hours in a water bath at 95°C. Cool and add 6

MERCURY

Method 245.2 (Automated Cold Vapor Technique)

STORET NO. Total 71900
Dissolved 71890
Suspended 71895

1. Scope and Application
   1.1 This method is applicable to surface waters. It may be applicable to saline waters, wastewaters, effluents, and domestic sewages providing potential interferences are not present (See Interference 4).
   1.2 The working range is 0.2 to 20.0 *ug* Hg/1.
2. Summary of Method
   2.1 The flameless AA procedure is a physical method based on the absorption of radiation at 253.7 nm by mercury vapor. The mercury is reduced to the elemental state and aerated from solution. The mercury vapor passes through a cell positioned in the light path of an atomic absorption spectrophotometer. Absorbance (peak height) is measured as a function of mercury concentration and recorded in the usual manner.
   2.2 In addition to inorganic forms of mercury, organic mercurials may also be present. These organo-mercury compounds will not respond to the flameless atomic absorption technique unless they are first broken down and converted to mercuric ions. Potassium permanganate oxidizes many of these compounds but recent studies have shown that a number of organic mercurials, including phenyl mercuric acetate and methyl mercuric chloride, are only partially oxidized by this reagent. Potassium persulfate has been found to give approximately 100% recovery when used as the oxidant with these compounds. Therefore, an automated persulfate oxidation step following the automated addition of the permanganate has been included to insure that organo-mercury compounds, if present, will be oxidized to the mercuric ion before measurement.
3. Sample Handling and Preservation
   3.1 Until more conclusive data are obtained, samples should be preserved by acidification with nitric acid to a pH of 2 or lower immediately at the time of collection.[1] If only dissolved mercury is to be determined, the sample should be filtered before the acid is added. For total mercury the filtration is omitted.
4. Interference (See **NOTE 1**)
   4.1 Some sea waters and waste-waters high in chlorides have shown a positive interference, probably due to the formation of free chlorine.
   4.2 Interference from certain volatile organic materials which will absorb at this wavelength is also possible. A preliminary run under oxidizing conditions, without stannous sulfate, would determine if this type of interference is present.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1974

4.3 Formation of a heavy precipitate, in some wastewaters and effluents, has been reported upon addition of concentrated sulfuric acid. If this is encountered, the problem sample cannot be analyzed by this method.

4.4 Samples containing solids must be blended and then mixed while being sampled if total mercury vlaues are to be reported.

NOTE 1: All the above interferences can be overcome by use of the Manual Mercury method in this manual.

5. Apparatus

5.1 Technicon Auto Analyzer consisting of:

5.1.1 Sampler II with provision for sample mixing.

5.1.2 Manifold.

5.1.3 Proportioning Pump II or III.

5.1.4 High temperature heating bath with two distillation coils (Technicon Part #116–0163) in series.

5.2 Vapor-liquid separator (Figure 1).

5.3 Absorption cell, 100 mm long, 10 mm diameter with quartz windows.

5.4 Atomic Absorption Spectrophotometer (See Note 2): Any atomic absorption unit having an open sample presentation area in which to mount the absorption cell is suitable. Instrument settings recommended by the particular manufacturer should be followed.

NOTE 2: Instruments designed specifically for the measurement of mercury using the cold vapor technique are commercially available and may be substituted for the atomic absorption spectrophotometer.

5.5 Mercury Hollow Cathode Lamp: Westinghouse WL-22847, argon filled, or equivalent.

5.6 Recorder: Any multi-range variable speed recorder that is compatible with the UV detection system is suitable.

5.7 Source of cooling water for jacketed mixing coil and connector A-7.

5.8 Heat lamp: A small reading lamp with 60W bulb may be used to prevent condensation of moisture inside the cell. The lamp is positioned to shine on the absorption cell maintaining the air temperature in the cell about 10°C above ambient.

6. Reagents

6.1 Sulfuric Acid, Conc: Reagent grade

6.1.1 Sulfuric acid, 2 N: Dilute 56 ml of conc. sulfuric acid to 1 liter with distilled water.

6.1.2 Sulfuric acid, 10%: Dilute 100 ml conc. sulfuric acid to 1 liter with distilled water.

6.2 Nitric acid, Conc: Reagent grade of low mercury content.

6.2.1 Nitric Acid, 0.5% Wash Solution: Dilute 5 ml of conc. nitric acid to 1 liter with distilled water.

6.3 Stannous Sulfate: Add 50 g stannous sulfate to 500 ml of 2 N sulfuric acid (6.1.1). This mixture is a suspension and should be stirred continuously during use.

NOTE 3: Stannous chloride may be used in place of stannous sulfate.

6.4 Sodium Chloride-Hydroxylamine Sulfate Solution: Dissolve 30 g of sodium chloride and 30 g of hydroxylamine sulfate in distilled water to 1 liter.

ml of sodium chloride-hydroxylamine sulfate (6.4) to reduce the excess permanganate. After a delay of at least 30 seconds add 5 ml of stannous sulfate (6.3) and immediately attach the bottle to the aeration apparatus. Continue as described under Calibration.

9. Calculation

9.1 Determine the peak height of the unknown from the chart and read the mercury value from the standard curve.

9.2 Calculate the mercury concentration in the sample by the formula:

$$ug\ Hg/l = \left(\begin{matrix}ug\ Hg\ in \\ aliquot\end{matrix}\right)\left(\frac{1{,}000}{\text{volume of aliquot in ml}}\right)$$

9.3 Report mercury concentrations as follows: Below 0.2 *ug*/1, <0.2; between 1 and 10 *ug*/1, one decimal; above 10 *ug*/1, whole numbers.

10. Precision and Accuracy

10.1 In a single laboratory (EMSL), using an Ohio River composite sample with a background mercury concentration of 0.35 *ug*/1, spiked with concentrations of 1.0, 3.0 and 4.0 *ug*/1, the standard deviations were ±0.14, ±0.10 and ±0.08, respectively. Standard deviation at the 0.35 level was ±0.16. Percent recoveries at the three levels were 89, 87, and 87%, respectively.

10.2 In a joint **EPA/ASTM** interlaboratory study of the cold vapor technique for total mercury in water, increments of organic and inorganic mercury were added to natural waters. Recoveries were determined by difference. A statistical summary of this study follows:

Number of Labs	True Values *ug*/liter	Mean Value *ug*/liter	Standard Deviation *ug*/liter	Accuracy as % Bias
76	0.21	0.349	0.276	66
80	0.27	0.414	0.279	53
82	0.51	0.674	0.541	32
77	0.60	0.709	0.390	18
82	3.4	3.41	1.49	0.34
79	4.1	3.81	1.12	–7.1
79	8.8	8.77	3.69	–0.4
78	9.6	9.10	3.57	–5.2

11. Appendix

11.1 While the possibility of absorption from certain organic substances actually being present in the sample does exist, EMSL has not encountered such samples. This is mentioned only to caution the analyst of the possibility. A simple correction that may be used is as follows: If an interference has been found to be present (4.4), the sample should be analyzed both by using the regular procedure and again under oxidizing conditions only,

that is without the reducing reagents. The true mercury value can then be obtained by subtracting the two values.

11.2 If additional sensitivity is required, a 200 ml sample with recorder expansion may be used provided the instrument does not produce undue noise. Using a Coleman MAS-50 with a drying tube of magnesium perchlorate and a variable recorder, 2 mv was set to read full scale. With these conditions, and distilled water solutions of mercuric chloride at concentrations of 0.15, 0.10, 0.05 and 0.025 *u*g/1 the standard deviations were ±0.027, ±0.006, ±0.01 and ±0.004. Percent recoveries at these levels were 107, 83, 84 and 96%, respectively.

11.3 Directions for the disposal of mercury-containing wastes are given in ASTM Standards, Part 31, "Water", p 349, Method D3223 (1976).

Bibliography

1. Kopp, J. F., Longbottom, M. C. and Lobring, L. B., "Cold Vapor Method for Determining Mercury", AWWA, vol 64, p. 20, Jan., 1972.
2. Annual Book of ASTM Standards, Part 31, "Water", Standard D3223–73, p 343 (1976).
3. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, p 156 (1975).

NOTE 4: Hydroxylamine hydrochloride may be used in place of hydroxylamine sulfate.

6.5 Potassium Permanganate: 0.5% solution, w/v. Dissolve 5 g of potassium permanganate in 1 liter of distilled water.

6.6 Potassium Permanganate, 0.1 N: Dissolve 3.16 g of potassium permanganate in distilled water and dilute to 1 liter.

6.7 Potassium Persulfate: 0.5% solution, w/v. Dissolve 5 g potassium persulfate in 1 liter of distilled water.

6.8 Stock Mercury Solution: Dissolve 0.1354 g of mercuric chloride in 75 ml of distilled water. Add 10 ml of conc. nitric acid and adjust the volume to 100.0 ml. 1.0 ml = 1.0 mg Hg.

6.9 Working Mercury Solution: Make successive dilutions of the stock mercury solution (6.8) to obtain a working standard containing 0.1 *ug* per ml. This working standard and the dilutions of the stock mercury solution should be prepared fresh daily. Acidity of the working standard should be maintained at 0.15% nitric acid. This acid should be added to the flask as needed before the addition of the aliquot. From this solution prepare standards containing 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0, 15.0 and 20.0 *ug* Hg/1.

6.10 Air Scrubber Solution: Mix equal volumes of 0.1 N potassium permanganate (6.6) and 10% sulfuric acid (6.1.2).

7. Procedure

7.1 Set up manifold as shown in Figure 2.

7.2 Feeding all the reagents through the system with acid wash solution (6.2.1) through the sample line, adjust heating bath to 105°C.

7.3 Turn on atomic absorption spectrophotometer, adjust instrument settings as recommended by the manufacturer, align absorption cell in light path for maximum transmittance and place heat lamp directly over absorption cell.

7.4 Arrange working mercury standards from 0.2 to 20.0 *ug* Hg/1 in sampler and start sampling. Complete loading of sample tray with unknown samples.

7.5 Prepare standard curve by plotting peak height of processed standards against concentration values. Determine concentration of samples by comparing sample peak height with standard curve.

NOTE 5: Because of the toxic nature of mercury vapor, precaution must be taken to avoid its inhalation. Venting the mercury vapor into an exhaust hood or passing the vapor through some absorbing media such as:

a) equal volumes of 0.1 N $KMnO_4$ (6.6) and 10% H_2SO_4 (6.1.2).

b) 0.25% iodine in a 3% KI solution, is recommended.

A specially treated charcoal that will adsorb mercury vapor is also available from Barnebey and Cheney, E. 8th Ave. and North Cassidy St., Columbus, Ohio 43219, Cat. #580–13 or #580–22.

7.6 After the analysis is complete put all lines except the H_2SO_4 line in distilled water to wash out system. After flushing, wash out the H_2SO_4 line. Also flush the coils in the high temperature heating bath by pumping stannous sulfate (6.3) through the sample lines followed by distilled water. This will prevent build-up of oxides of manganese.

8. Precision and Accuracy

8.1 In a single laboratory (SEWL), using distilled water standards at concentrations of 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 and 20.0 *ug* Hg/1, the standard deviations were ±0.04, ±0.07, ±0.09, ±0.20, ±0.40 and ±0.84 *ug*/1, respectively.

8.2 In a single laboratory (SEWL), using surface water samples spiked with ten organic mercurials at the 10 *ug*/1 level, recoveries ranged from 87 to 117%. Recoveries of the same ten organic mercurials in distilled water at the 10 *ug*/1 level, ranged from 92% to 125%.

Bibliography

1. Wallace, R. A., Fulkerson, W., Shults, W. D., and Lyon, W. S., "Mercury in the Environment-The Human Element", Oak Ridge National Laboratory, ORNL-NSF-EP-1, p 31, (January, 1971).
2. Hatch, W. R. and Ott, W. L., "Determination of Sub-Microgram Quantities of Mercury by Atomic Absorption Spectrophotometry", Anal. Chem. 40, 2085 (1968).
3. Brandenberger, H. and Bader, H., "The Determination of Nanogram Levels of Mercury in Solution by a Flameless Atomic Absorption Technique", Atomic Absorption Newsletter 6, 101 (1967).
4. Brandenberger, H. and Bader, H., "The Determination of Mercury by Flameless Atomic Absorption II, A Static Vapor Method", Atomic Absorption Newsletter 7, 53 (1968).
5. Goulden, P. D. and Afghan, B. K., "An Automated Method for Determining Mercury in Water", Technicon, Adv. in Auto. Anal. 2, p 317 (1970).

MERCURY IN SEDIMENT

Method 245.5 (Manual Cold Vapor Technique)

1. Scope and Application
   1.1 This procedure[1] measures total mercury (organic † inorganic) in soils, sediments, bottom deposits and sludge type materials.
   1.2 The range of the method is 0.2 to 5 *ug/g*. The range may be extended above or below the normal range by increasing or decreasing sample size or through instrument and recorder control.
2. Summary of Method
   2.1 A weighed portion of the sample is digested in aqua regia for 2 minutes at 95°C, followed by oxidation with potassium permanganate. Mercury in the digested sample is then measured by the conventional cold vapor technique.
   2.2 An alternate digestion[2] involving the use of an autoclave is described in (8.2).
3. Sample Handling and Preservation
   3.1 Because of the extreme sensitivity of the analytical procedure and the omnipresence of mercury, care must be taken to avoid extraneous contamination. Sampling devices and sample containers should be ascertained to be free of mercury; the sample should not be exposed to any condition in the laboratory that may result in contact or air-borne mercury contamination.
   3.2 While the sample may be analyzed without drying, it has been found to be more convenient to analyze a dry sample. Moisture may be driven off in a drying oven at a temperature of 60°C. No mercury losses have been observed by using this drying step. The dry sample should be pulverized and thoroughly mixed before the aliquot is weighed.
4. Interferences
   4.1 The same types of interferences that may occur in water samples are also possible with sediments, i.e., sulfides, high copper, high chlorides, etc.
   4.2 Volatile materials which absorb at 253.7 nm will cause a positive interference. In order to remove any interfering volatile materials, the dead air space in the **BOD** bottle should be purged before the addition of stannous sulfate.
5. Apparatus
   5.1 Atomic Absorption Spectrophotometer (See Note 1): Any atomic absorption unit having an open sample presentation area in which to mount the absorption cell is suitable. Instrument settings recommended by the particular manufacturer should be followed.

   NOTE 1: Instruments designed specifically for the measurement of mercury using the cold vapor technique are commercially available and may be substituted for the atomic absorption spectrophotometer.

Issued 1974

5.2 Mercury Hollow Cathode Lamp: Westinghouse WL-22847, argon filled, or equivalent.

5.3 Recorder: Any multi-range variable speed recorder that is compatible with the UV detection system is suitable.

5.4 Absorption Cell: Standard spectrophotometer cells 10 cm long, having quartz end windows may be used. Suitable cells may be constructed from plexiglass tubing, 1" O.D. X 4-1/2". The ends are ground perpendicular to the longitudinal axis and quartz windows (1" diameter X 1/16" thickness) are cemented in place. Gas inlet and outlet ports (also of plexiglass but 1/4" O.D.) are attached approximately 1/2" from each end. The cell is strapped to a burner for support and aligned in the light beam to give the maximum transmittance.

NOTE 2: Two 2" X 2" cards with one inch diameter holes may be placed over each end of the cell to assist in positioning the cell for maximum transmittance.

5.5 Air Pump: Any peristaltic pump capable of delivering 1 liter of air per minute may be used. A Masterflex pump with electronic speed control has been found to be satisfactory. (Regulated compressed air can be used in an open one-pass system.)

5.6 Flowmeter: Capable of measuring an air flow of 1 liter per minute.

5.7 Aeration Tubing: Tygon tubing is used for passage of the mercury vapor from the sample bottle to the absorption cell and return. Straight glass tubing terminating in a coarse porous frit is used for sparging air into the sample.

5.8 Drying Tube: 6" X 3/4" diameter tube containing 20 g of magnesium perchlorate (See Note 3). The apparatus is assembled as shown in the accompanying diagram.

NOTE 3: In place of the magnesium perchlorate drying tube, a small reading lamp with 60W bulb may be used to prevent condensation of moisture inside the cell. The lamp is positioned to shine on the absorption cell maintaining the air temperature in the cell about 10°C above ambient.

6. Reagents

6.1 Aqua Regia: Prepare immediately before use by carefully adding three volumes of conc. HCl to one volume of conc. HNO_3.

6.2 Sulfuric Acid, 0.5 N: Dilute 14.0 ml of conc. sulfuric acid to 1 liter.

6.3 Stannous Sulfate: Add 25 g stannous sulfate to 250 ml of 0.5 N sulfuric acid (6.2). This mixture is a suspension and should be stirred continuously during use.

6.4 Sodium Chloride-Hydroxylamine Sulfate Solution: Dissolve 12 g of sodium chloride and 12 g of hydroxylamine sulfate in distilled water and dilute to 100 ml.

NOTE 4: A 10% solution of stannous chloride may be substituted for (6.3) and hydroxylamine hydrochloride may be used in place of hydroxylamine sulfate in (6.4).

6.5 Potassium Permanganate: 5% solution, w/v. Dissolve 5 g of potassium permanganate in 100 ml of distilled water.

6.6 Stock Mercury Solution: Dissolve 0.1354 g of mercuric chloride in 75 ml of distilled water. Add 10 ml of conc. nitric acid and adjust the volume to 100.0 ml. 1.0 ml = 1.0 mg Hg.

6.7 Working Mercury Solution: Make successive dilutions of the stock mercury solution (6.6) to obtain a working standard containing 0.1 ug/ml. This working standard and the dilution of the stock mercury solutions should be prepared fresh daily. Acidity of the

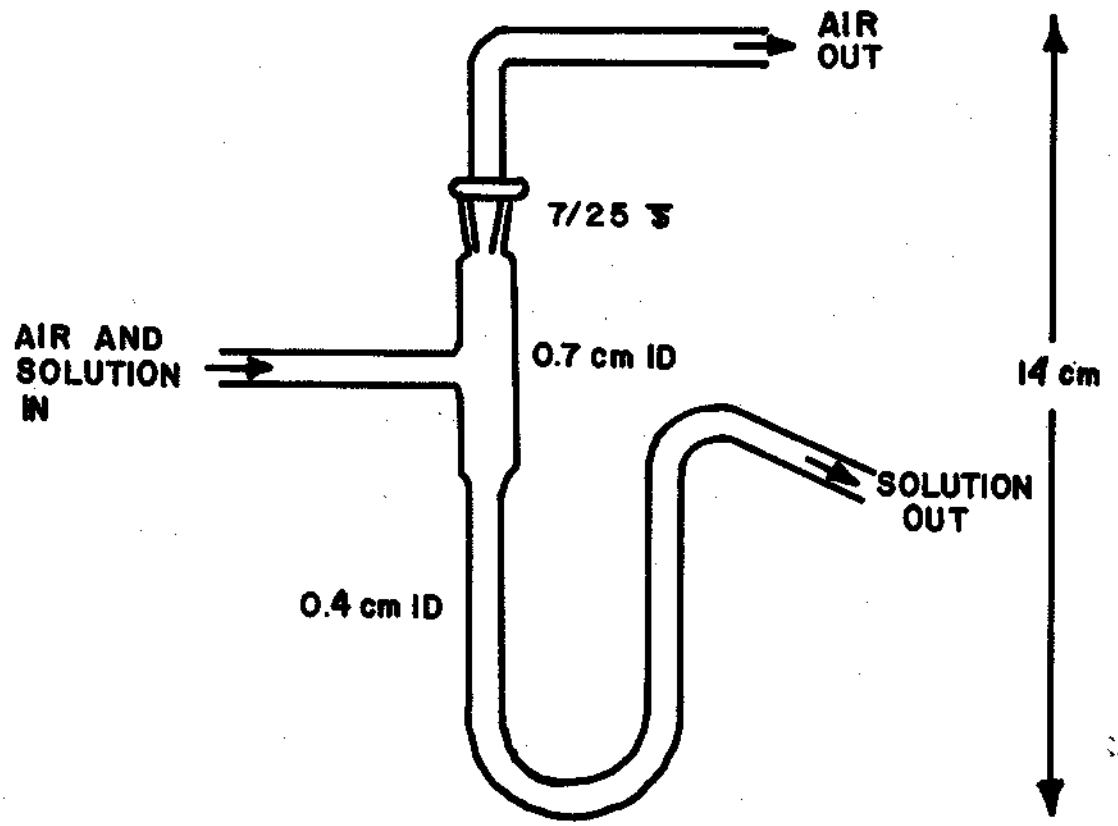


FIGURE 1. VAPOR LIQUID SEPARATOR

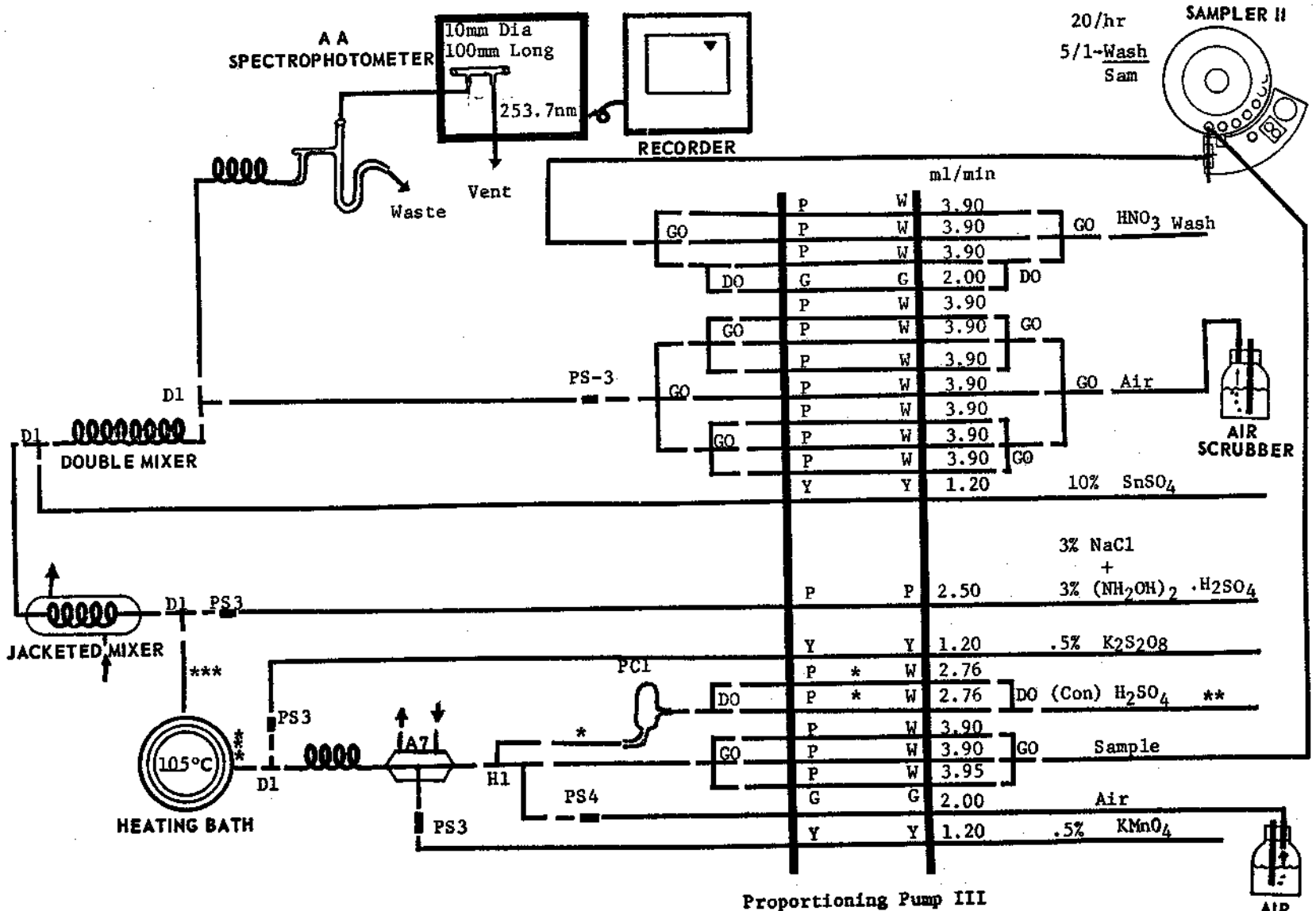


FIGURE 2 MERCURY MANIFOLD AA-I

working standard should be maintained at 0.15% nitric acid. This acid should be added to the flask as needed before the addition of the aliquot.

7. Calibration

7.1 Transfer 0, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 and 10 ml aliquots of the working mercury solution (6.7) containing 0 to 1.0 ug of mercury to a series of 300 ml **BOD** bottles. Add enough distilled water to each bottle to make a total volume of 10 ml. Add 5 ml of aqua regia (6.1) and heat 2 minutes in a water bath at 95°C. Allow the sample to cool and add 50 ml distilled water and 15 ml of $KMnO_4$ solution (6.5) to each bottle and return to the water bath for 30 minutes. Cool and add 6 ml of sodium chloride-hydroxylamine sulfate solution (6.4) to reduce the excess permanganate. Add 50 ml of distilled water. Treating each bottle individually, add 5 ml of stannous sulfate solution (6.3) and immediately attach the bottle to the aeration apparatus. At this point, the sample is allowed to stand quietly without manual agitation. The circulating pump, which has previously been adjusted to rate of 1 liter per minute, is allowed to run continuously. The absorbance, as exhibited either on the spectrophotometer or the recorder, will increase and reach maximum within 30 seconds. As soon as the recorder pen levels off, approximately 1 minute, open the bypass value and continue the aeration until the absorbance returns to its minimum value (See Note 5). Close the bypass value, remove the fritted tubing from the **BOD** bottle and continue the aeration. Proceed with the standards and construct a standard curve by plotting peak height versus micrograms of mercury.

NOTE 5: Because of the toxic nature of mercury vapor precaution must be taken to avoid its inhalation. Therefore, a bypass has been included in the system to either vent the mercury vapor into an exhaust hood or pass the vapor through some absorbing media, such as:

a) equal volumes of 0.1 N $KMnO_4$ and 10% H_2SO_4

b) 0.25% iodine in a 3% KI solution.

A specially treated charcoal that will absorb mercury vapor is also available from Barnebey and Cheney, E. 8th Ave., and North Cassidy St., Columbus, Ohio 43219, Cat. #580–13 or #580–22.

8. Procedure

8.1 Weigh triplicate 0.2 g portions of dry sample and place in bottom of a **BOD** bottle. Add 5 ml of distilled water and 5 ml of aqua regia (6.1). Heat 2 minutes in a water bath at 95°C. Cool, add 50 ml distilled water and 15 ml potassium permanganate solution (6.5) to each sample bottle. Mix thoroughly and place in the water bath for 30 minutes at 95°C. Cool and add 6 ml of sodium chloride-hydroxylamine sulfate (6.4) to reduce the excess permanganate. Add 55 ml of distilled water. Treating each bottle individually, add 5 ml of stannous sulfate (6.3) and immediately attach the bottle to the aeration apparatus. Continue as described under (7.1).

8.2 An alternate digestion procedure employing an autoclave may also be used. In this method 5 ml of conc. H_2SO_4 and 2 ml of conc. HNO_3 are added to the 0.2 g of sample. 5 ml of saturated $KMnO_4$ solution is added and the bottle covered with a piece of aluminum foil. The samples are autoclaved at 121°C and 15 lbs. for 15 minutes. Cool, make up to a volume of 100 ml with distilled water and add 6 ml of sodium chloride-

hydroxylamine sulfate solution (6.4) to reduce the excess permanganate. Purge the dead air space and continue as described under (7.1).

9. Calculation
   9.1 Measure the peak height of the unknown from the chart and read the mercury value from the standard curve.
   9.2 Calculate the mercury concentration in the sample by the formula:

$$ug\,Hg/g = \frac{ug\,Hg \text{ in the aliquot}}{\text{wt of the aliquot in gms}}$$

   9.3 Report mercury concentrations as follows: Below 0.1 *ug*/gm, <0.1; between 0.1 and 1 *ug*/gm, to the nearest 0.01 *ug*; between 1 and 10 *ug*/gm, to nearest 0.1 *ug*; above 10 *ug*/gm, to nearest *ug*.

10. Precision and Accuracy
   10.1 The following standard deviations on replicate sediment samples were recorded at the indicated levels; 0.29 *ug*/g ±0.02 and 0.82 *ug*/g ±0.03. Recovery of mercury at these levels, added as methyl mercuric chloride, was 97% and 94%, respectively.

Bibliography

1. Bishop, J. N., "Mercury in Sediments", Ontario Water Resources Comm., Toronto, Ontario, Canada, 1971.
2. Salma, M., private communication, EPA Cal/Nev Basin Office, Almeda, California.

NICKEL
Method 249.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01067
Dissolved 01065
Suspended 01066

Optimum Concentration Range: 0.3–5 mg/1 using a wavelength of 232.0 nm
Sensitivity: 0.15 mg/1
Detection Limit: 0.04 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Dissolve 4.953 g of nickel nitrate, $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (analytical reagent grade) in deionized distilled water. Add 10 ml of conc. nitric acid and dilute to 1 liter with deionized distilled water. 1 ml = 1 mg Ni (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock nickel solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using the same type of acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 thru 4.1.4 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory.

Instrumental Parameters (General)

1. Nickel hollow cathode lamp
2. Wavelength: 232.0 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Air
5. Type of Flame: Oxidizing

Analysis Procedure

1. For analysis procedure and calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES
Issued 1974
Editorial revision 1978

Interferences

1. The 352.4 nm wavelength is less susceptible to spectral interference and may be used. The calibration curve is more linear at this wavelength; however, there is some loss of sensitivity.

Notes

1. For levels of nickel below 100 *ug*/1, either the Special Extraction Procedure, given in part 9.2 of the Atomic Absorption Methods section or the furnace technique, Method 249.2, is recommended.
2. Data to be entered into **STORET** must be reported as *ug*/1.
3. The heptoxime method may also be used (Standard Methods, 14th Edition, p 232).

Precision and Accuracy

1. In a single laboratory (EMSL), using a mixed industrial-domestic waste effluent at concentrations of 0.20, 1.0 and 5.0 mg Ni/1, the standard deviations were ±0.011, ±0.02 and ±0.04, respectively. Recoveries at these levels were 100%, 97% and 93%, respectively.

NICKEL

Method 249.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. Total 01067
Dissolved 01065
Suspended 01066

Optimum Concentration Range: 5–100 *ug*/1
Detection Limit: 1 *ug*/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. These solutions are also to used for "standard additions".
3. The calibration standard should be diluted to contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–900°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2700°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 232.0 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 *ul* injection, continuous flow purge gas and pyrolytic

Approved for NPDES
Issued 1978

graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.

2. The use of background correction is recommended.
3. Nitrogen may also be used as the purge gas.
4. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
5. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. Data to be entered into STORET must be reported as ug/1.

Precision and Accuracy

1. Precision and accuracy data are not available at this time.

SELENIUM

Method 270.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. Total 01147
Dissolved 01145
Suspended 01146

Optimum Concentration Range: 5–100 *ug/1*
Detection Limit: 2 *ug/1*

Preparation of Standard Solution

1. Stock Selenium Solution: Dissolve 0.3453 g of selenous acid (actual assay 94.6% H_2SeO_3) in deionized distilled water and make up to 200 ml. 1 ml = 1 mg Se (1000 mg/1).
2. Nickel Nitrate Solution, 5%: Dissolve 24.780 g of ACS reagent grade $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ in deionized distilled water and make up to 100 ml.
3. Nickel Nitrate Solution, 1%: Dilute 20 ml of the 5% nickel nitrate to 100 ml with deionized distilled water.
4. Working Selenium Solution: Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. Withdraw appropriate aliquots of the stock solution, add 1 ml of conc. HNO_3, 2 ml of 30% H_2O_2 and 2 ml of the 5% nickel nitrate solution. Dilute to 100 ml with deionized distilled water.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Transfer 100 ml of well-mixed sample to a 250 ml Griffin beaker, add 2 ml of 30% H_2O_2 and sufficient conc. HNO_3 to result in an acid concentration of 1%(v/v). Heat for 1 hour at 95°C or until the volume is slightly less than 50 ml.
2. Cool and bring back to 50 ml with deionized distilled water.
3. Pipet 5 ml of this digested solution into a 10-ml volumetric flask, add 1 ml of the 1% nickel nitrate solution and dilute to 10 ml with deionized distilled water. The sample is now ready for injection into the furnace. NOTE: If solubilization or digestion is not required adjust the HNO_3 concentration of the sample to 1% (v/v) and add 2 ml of 30% H_2O_2 and 2 ml of 5% nickel nitrate to each 100 ml of sample. The volume of the calibration standard should be adjusted with deionized distilled water to match the volume change of the sample.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

Instrument Parameters

1. Drying time and temperature: 30 sec @ 125°C
2. Charring time and temperature: 30 sec @ 1200°C
3. Atomizing time and temperature: 10 sec @ 2700°C
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 196.0 nm.
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.
2. The use of background correction is recommended.
3. Selenium analysis suffers interference from chlorides (>800 mg/1) and sulfate (>200 mg/1). For the analysis of industrial effluents and samples with concentrations of sulfate from 200 to 2000 mg/1, both samples and standards should be prepared to contain 1% nickel.
4. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
5. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
6. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
7. Data to entered into STORET must be reported as *ug*/1.

Precision and Accuracy

1. Using a sewage treatment plant effluent containing <2 *ug*/1 and spiked with a concentration of 20 *ug*/1, a recovery of 99% was obtained.
2. Using a series of industrial waste effluents spiked at a 50 *ug*/1 level, recoveries ranged from 94 to 112%.
3. Using a 0.1% nickel nitrate solution as a synthetic matrix with selenium concentrations of 5, 10, 20, 40, 50, and 100 *ug*/1, relative standard deviations of 14.2, 11.6, 9.3, 7.2, 6.4 and 4.1%, respectively, were obtained at the 95% confidence level.

4. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 5, 10, and 20 *u*g Se/1, the standard deviations were ±0.6, ±0.4, and ±0.5, respectively. Recoveries at these levels were 92%, 98%, and 100%, respectively.

Reference:

"Determining Selenium in Water, Wastewater, Sediment and Sludge By Flameless Atomic Absorption Spectroscopy", Martin, T. D., Kopp, J. F. and Ediger, R. D. Atomic Absorption Newsletter 14, 109 (1975).

SELENIUM

Method 270.3 (Atomic Absorption, gaseous hydride)

STORET NO. Total 01147
Dissolved 01145
Suspended 01146

1. Scope and Application
   1.1 The gaseous hydride method determines inorganic selenium when present in concentrations at or above 2 *ug*/1. The method is applicable to drinking water and most fresh and saline waters, in the absence of high concentrations of chromium, cobalt, copper, mercury, molybdenum, nickel and silver.
2. Summary of Method
   2.1 Selenium in the sample is reduced from the +6 oxidation state to the +4 oxidation state by the addition of $SnCl_2$. Zinc is added to the acidified sample, producing hydrogen and converting the selenium to the hydride, SeH_2. The gaseous selenium hydride is swept into an argon-hydrogen flame of an atomic absorption spectrophotometer. The working range of the method is 2–20 *ug*/1 using the 196.0 nm wavelength.
3. Comments
   3.1 In analyzing drinking water and most surface and ground waters, interferences are rarely encountered. Industrial waste samples should be spiked with a known amount of selenium to establish adequate recovery.
   3.2 Organic forms of selenium must be converted to an inorganic form and organic matter must be oxidized before beginning the analysis. The oxidation procedure given in method 206.5 (Standard Methods, 14*th* Ed. 404B, p 285, Procedure 4.1) should be used.
   3.3 For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
   3.4 For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
   3.5 Data to be entered into STORET must be reported as *ug*/1.
4. Precision and Accuracy
   4.1 Ten replicate solutions of selenium oxide at the 5, 10 and 15 *ug*/1 level were analyzed by a single laboratory. Standard deviations at these levels were ±0.6, ±1.1 and ±2.9 with recoveries of 100, 100 and 101%. (Caldwell, J. S., Lishka, R. J., and McFarren, E. F., "Evaluation of a Low-Cost Arsenic and Selenium Determination at Microgram per Liter Levels", JAWWA, vol 65, p. 731, Nov. 1973.)

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1974

5. References

5.1 Except for the perchloric acid step, the procedure to be used for this determination is found in:

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, p 159, Method 301A(VII), (1975)

SILVER

Method 272.2 (Atomic Absorption, furnace technique)

STORET NO. Total 01077
Dissolved 01075
Suspended 01076

Optimum Concentration Range: 1–25 ug/1
Detection Limit: 0.2 ug/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Prepare as described under "direct aspiration method".
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. These solutions are also to be used for "standard additions".
3. The calibration standard should be diluted to contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. Prepare as described under "direct aspiration method". Sample solutions for analysis should contain 0.5% (v/v) HNO_3.

Instrument Parameters (General)

1. Drying Time and Temp: 30 sec–125°C.
2. Ashing Time and Temp: 30 sec–400°C.
3. Atomizing Time and Temp: 10 sec–2700°C.
4. Purge Gas Atmosphere: Argon
5. Wavelength: 328.1 nm
6. Other operating parameters should be set as specified by the particular instrument manufacturer.

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Furnace Procedure" part 9.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1978

Notes

1. The above concentration values and instrument conditions are for a Perkin-Elmer HGA-2100, based on the use of a 20 ul injection, continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite. Smaller size furnace devices or those employing faster rates of atomization can be operated using lower atomization temperatures for shorter time periods than the above recommended settings.
2. Background correction may be required if the sample contains high dissolved solids.
3. The use of halide acids should be avoided.
4. If adsorption to container walls or formation of AgCl is suspected, see NOTE 3 under the Direct Aspiration Method 272.1.
5. For every sample matrix analyzed, verification is necessary to determine that method of standard addition is not required (see part 5.2.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual).
6. For quality control requirements and optional recommendations for use in drinking water analyses, see part 10 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
7. If method of standard addition is required, follow the procedure given earlier in part 8.5 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.
8. Data to be entered into STORET must be reported as ug/1.

Precision and Accuracy:

1. In a single laboratory (EMSL), using Cincinnati, Ohio tap water spiked at concentrations of 25, 50, and 75 *u*g Ag/1, the standard deviations were ±0.4, ±0.7, and ±0.9, respectively. Recoveries at these levels were 94%, 100% and 104%, respectively.

SILVER

Method 272.1 (Atomic Absorption, direct aspiration)

STORET NO. Total 01077
Dissolved 01075
Suspended 01076

Optimum Concentration Range: 0.1–4 mg/1 using a wavelength of 328.1 nm
Sensitivity: 0.06 mg/1
Detection Limit: 0.01 mg/1

Preparation of Standard Solution

1. Stock Solution: Dissolve 1.575 g of $AgNO_3$ (analytical reagent grade) in deionized distilled water, add 10 ml conc. HNO_3 and make up to 1 liter. 1 ml = 1 mg Ag (1000 mg/1).
2. Prepare dilutions of the stock solution to be used as calibration standards at the time of analysis. The calibration standards should be prepared using nitric acid and at the same concentration as will result in the sample to be analyzed either directly or after processing.
3. Iodine Solution, 1 N: Dissolve 20 grams of potassium iodide, KI (analytical reagent grade) in 50 ml of deionized distilled water, add 12.7 grams of iodine, I_2 (analytical reagent grade) and dilute to 100 ml. Store in a brown bottle.
4. Cyanogen Iodide (CNI) Solution: To 50 ml of deionized distilled water add 4.0 ml conc. NH_4OH, 6.5 grams KCN, and 5.0 ml of 1.0 N I_2 solution. Mix and dilute to 100 ml with deionized distilled water. Fresh solution should be prepared every two weeks.[1]

Sample Preservation

1. For sample handling and preservation, see part 4.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Sample Preparation

1. The procedures for preparation of the sample as given in parts 4.1.1 thru 4.1.3 of the Atomic Absorption Methods section of this manual have been found to be satisfactory; however, the residue must be taken up in dilute nitric acid rather than hydrochloric to prevent precipitation of AgCl.

Approved for NPDES and SDWA
Issued 1971
Editorial revision 1974
Technical revision 1978

Instrumental Parameters (General)

1. Silver hollow cathode lamp
2. Wavelength: 328.1 nm
3. Fuel: Acetylene
4. Oxidant: Air
5. Type of flame: Oxidizing

Analysis Procedure

1. For the analysis procedure and the calculation, see "Direct Aspiration", part 9.1 of the Atomic Absorption Methods section of this manual.

Notes

1. For levels of silver below 30 *ug*/1, either the Special Extraction Procedure, given in part 9.2 of the Atomic Absorption Methods section or the furnace procedure, Method 272.2, is recommended.
2. Silver nitrate standards are light sensitive. Dilutions of the stock should be discarded after use as concentrations below 10 mg/1 are not stable over long periods of time.
3. If absorption to container walls or the formation of AgCl is suspected, make the sample basic using conc. NH_4OH and add 1 ml of (CNI) solution per 100 ml of sample. Mix the sample and allow to stand for 1 hour before proceeding with the analysis.[1]
4. The 338.2 nm wavelength may also be used. This has a relative sensitivity of 2.
5. Data to be entered into STORET must be reported as *ug*/1.

Precision and Accuracy

1. In a round-robin study reported by Standard Methods, a synthetic sample containing 50 *ug* Ag/1 was analyzed by 50 laboratories with a reported standard deviation of ±8.8 and a relative error 10.6%.

References

1. "The Use of Cyanogen Iodide (CNI) as a Stabilizing Agent for Silver in Photographic Processing Effluent Sample", Owerbach, Daniel, Photographic Technology Division, Eastman Kodak Company, Rochester, N.Y. 14650.
2. Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 14th Edition, p. 148, Method 301A.

APPENDIX III

METHODS FOR BENZIDINE, CHLORINATED ORGANIC COMPOUNDS, PENTACHLOROPHENOL AND PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATER

METHODS FOR BENZIDINE, CHLORINATED ORGANIC COMPOUNDS, PENTACHLOROPHENOL AND PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATER

INTERIM
Pending Issuance of
Methods for Organic Analysis
of Water and Wastes

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY
ENVIRONMENTAL MONITORING AND SUPPORT LABORATORY
CINCINNATI, OHIO 42568

September 1978

FOREWORD

This collection of methods for the determination of benzidine, chlorinated organic compounds, pentachlorophenol and pesticides has been assembled by the staff of the Environmental Monitoring and Support Laboratory - Cincinnati (EMSL-Cinti.) for use by the NPDES Permits Program.

These methods are as referenced in the Federal Register of December 1, 1976 and are being provided only for the interim period until the manual "Methods for Organic Analysis of Water and Wastes" becomes available.

Dwight G. Ballinger, Director
Environmental Monitoring and Support Laboratory - Cincinnati

DISCLAIMER

The mention of trade names or commercial products in this manual is for illustration purposes, and does not constitute endorsement or recommendation by the U. S. Environmental Protection Agency.

TABLE OF CONTENTS

	Page
Method for Benzidine and Its Salts in Water and Wastewater	1
Method for Chlorinated Hydrocarbons in Water and Wastewater	7
Method for Organophosphorus Pesticides in Water and Wastewater	25
Method for Polychlorinated Biphenyls (PCBs) in Water and Wastewater	43
Method for Triazine Pesticides in Water and Wastewater	83
Method for O-aryl Carbamate Pesticides in Water and Wastewater	94
Method for N-aryl Carbamate and Urea Pesticides in Water and Wastewater	104
Method for Chlorophenoxy Acid Pesticides in Water and Wastewater	115
Method for Volatile Chlorinated Organic Compounds in Water and Wastewater	130
Method for Pentachlorphenol in Water and Wastewater	140
Appendix I	141
Appendix II	146
Appendix III	149
Appendix IV	151
Bibliography	154

PAGE REFERENCES

F.R.#	Parameter	EPA This Manual	14th ed. Std. Methods	ASTM (1975)	USGS*	STORET NUMBER
9	Benzidine	1	--	--	--	39120
14	Chlorinated organic compounds:					
	Benzylchloride	130	--	--	--	--
	Carbon tetrachloride	130	--	--	--	32102
	Chlorobenzene	130	--	--	--	34301
	Chloroform	130	--	--	--	32160
	Epichlorohydrin	130	--	--	--	--
	Heptachloro epoxide	--	555	529	30	39420
	Methylene chloride	130	--	--	--	34423
	PCB-1016	43	--	--	--	34671
	PCB-1221	43	--	--	--	39488
	PCB-1232	43	--	--	--	39492
	PCB-1242	43	--	--	--	39496
	PCB-1248	43	--	--	--	39500
	PCB-1254	43	--	--	--	39504
	PCB-1260	43	--	--	--	39508
	1,1,2,2-Tetrachloroethane	130	--	--	--	--
	Tetrachloroethylene	130	--	--	--	34475
	1,2,4-Trichlorobenzene	130	--	--	--	--
	1,1,2-Trichloroethane	130	--	--	--	--
94	Pentachlorophenol	140	--	--	--	39032
95	Pesticides					
	Aldrin	7	555	529	30	39330
	Ametryn	83	--	--	--	--
	Aminocarb	94	--	--	--	--
	Atraton	83	--	--	--	--
	Atrazine	83	--	--	--	39033
	Azinphos methyl	25	--	--	--	--
	Barban	104	--	--	--	--
	BHC	7	555	529	--	--
	Captan	7	555	--	--	39640
	Carbaryl	94	--	--	--	39750
	Carbophenothion	--	--	--	30	--
	Chlordane	7	555	529	--	39350
	Chlorpropham	104	--	--	--	--
	2,4-D	115	--	--	35	--

F.R.#	Parameter	EPA This Manual	14th ed. Std. Methods	ASTM (1975)	USGS*	STORET NUMBER
	DDD	7	555	529	30	39360
	DDE	7	555	529	30	39365
	DDT	7	555	529	30	39370
	Demeton-O	25	--	--	--	39560
	Diazinon	25	--	--	30	39570
	Dicamba	115	--	--	--	
	Dichlorofenthion	--	--	--	30	--
	Dichloran	7	555	--	-	--
	Dicofol	--	--	529	-	39780
	Dieldrin	7	--	--	30	--
	Dioxathion	--	--	--	30	--
	Disulfoton	25	--	--	-	39010
	Diuron	104	--	--	--	39650
	Endosulfan	7	555	529	--	39388
	Edrin	7	555	529	30	39390
	Ethion	--	--	--	30	39398
	Fenuron	104	--	--	--	--
	Fenuron - TCA	104	--	--	--	--
	Heptachlor	7	555	529	30	39410
	Isodrin	--	--	--	30	39430
	Lindane	7	555	529	30	39782
	Linuron	104	--	--	--	--
	Malathion	25	555	--	30	39530
	Methiocarb	94	--	--	--	--
	Methoxychlor	7	555	529	30	39489
	Mexacarbate	94	--	--	--	--
	Mirex	7	555	--	--	39755
	Monuron	104	--	--	--	--
	Monuron-TCA	104	--	--	--	--
	Neburon	104	--	--	--	--
	Parathion methyl	25	555	--	30	39600
	Parathion ethyl	25	555	--	--	39540
	PCNB	7	555	--	--	39029
	Perthane	--	--	529	--	39034
	Prometon	83	--	--	--	39056
	Prometryn	83	--	--	--	39057
	Propazine	83	--	--	--	39024
	Propham	104	--	--	--	39052
	Proporur	94	--	--	--	--
	Secbumeton	83	--	--	--	--
	Siduron	104	--	--	--	--
	Silvex	115	--	--	35	39760
	Simazine	83	--	--	--	39055
	Strobane	7	555	529	--	--
	Swep	104	--	--	--	--
	2,4,5-T	115	--	--	35	--
	Terbuthylazine	83	--	--	--	--

F.R.#	Parameter	EPA This Manual	14th ed. Std. Methods	ASTM (1975)	USGS*	STORET NUMBER
	Toxaphene	7	555	529	30	39400
	Trifluraline	7	--	--	--	39030

*Goerlitz, D. & Brown, E. "Methods for Analysis of Organic Substances in Water," U.S. Geological Survey Techniques of Water-Resources Inv. Book 5, Ch. A3 (1972).

METHOD FOR BENZIDINE AND ITS SALTS IN WASTEWATERS

1. Scope and Application

   1.1 This method covers the determination for benzidine and its salts in water and wastewaters. The method can be modified to apply also to the determination of closely related materials as described under Interferences (4.2).

   1.2 The salts of benzidine, such as benzidine sulfate, are measured and reported as benzidine, STORET NO. 39120.

   1.3 The method detection limit is 0.2 µg/l when analyzing 1 liter of sample.

2. Summary

   2.1 The water sample is made basic and the benzidine is extracted with ethyl acetate. Cleanup is accomplished by extracting the benzidine from the ethyl acetate with hydrochloric acid. Chloramine-T is added to the acid solution to oxidize the benzidine. The yellow oxidation product is extracted with ethyl acetate and measured with a scanning spectrophotometer. The spectrum from 510 nm to 370 nm is used for qualitative identification.

3. Hazards

   3.1 Benzidine is a known carcinogen. All manipulations of this method should be carried out in a hood with protection

provided for the hands and arms of the analyst. Consult OSHA regulations (1) before working with benzidine.

4. Interferences

4.1 The multiple extractions effectively limit the interferences to organic bases. The oxidation with Chloramine-T to form a yellow product is very selective and has been described in detail (2,3). The use of the absorption spectrum for the identification of benzidine results in a highly specific procedure.

4.2 Some compounds having a structure very similar to benzidine will interfere with the quantification, if present. Examples of these interferring compounds are dichlorobenzidine, o-tolidine, and dianisidine.

4.3 A general yellow background color in the extract will limit the cell pathlength that can be employed and thus limit the sensitivity of the method.

5. Apparatus and Materials

5.1 Spectrophotometer-visible, scanning (510-370 nm).

5.2 Separatory Funnels - 125 ml, 250 ml, 2000 ml.

5.3 Cells - 1 to 5 cm pathlength, 20 ml volume maximum.

6. Reagents, Solvents and Standards

6.1 Ethyl acetate

6.2 Hydrochloric acid (1 N) - Add 83 ml conc. hydrochloric acid to water and dilute to one liter.

6.3 Chloramine-T - 10% solution. Prepare fresh daily by dissolving 1.0g Chloramine-T in 10 ml distilled water.

6.4 Stock standard (0.2 μg/μl) - Dissolve 100.0 mg purified benzidine in about 30 ml 1 N HCl. Dilute to 500 ml with water.

7. Preparation of Calibration Curve

7.1 To a series of 125-ml separatory funnels, add 45 ml of hydrochloric acid and 10 ml of ethyl acetate. Shake for one minute to saturate the acid layers. Discard the solvent layers. Dose the series with volumes from 1.0 to 20.0 μl of stock standard, using syringes.

7.2 Treat standards according to the Procedure beginning with 8.5.

8. Quality Control

8.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

8.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

9. Procedure

9.1 Adjust the sample pH to 8.5 to 9.0 with dilute NaOH or HCl.

9.2 Transfer 1 liter of sample to a 2000-ml separatory funnel. Add 150 ml ethyl acetate and shake for two minutes. Allow the layers to separate, then drain the water layer into a

second 2-liter separatory funnel. Drain the solvent layer into a 250-ml separatory funnel.

9.3 Repeat the extraction of the water layer twice more with 50-ml portions of ethyl acetate. Combine all solvent layers, then discard the water layer.

9.4 Extract the solvent layer three times with 15-ml portions of hydrochloric acid by shaking 2 minutes and allowing the phases to separate. Combine the acid layers in a glass stoppered container for cold storage until time is available for analysis, or transfer the layers directly into a 125-ml separatory funnel.

9.5 Prepare the spectrophotometer so it is warmed and ready to use. The remaining steps of the procedure must be performed rapidly on one sample at a time.

9.6 To the hydrochloric acid solution in a 125 ml separatory funnel, add 1.0 ml chloramine-T solution and mix. Add 25.0-ml ethyl acetate with a pipet and shake for two minutes. Allow the layers to separate, then discard the aqueous phase.

9.7 Filter the solvent layer through coarse filter paper and fill a 5-cm cell with the filtrate.

9.8 Scan the solvent from 510 nm to 370 nm. Ethyl acetate is used for a blank with double beam instruments. Shorter pathlength cells should be used in cases where absorbance exceeds 0.8.

10. Calculation of Results

10.1 Benzidine is identified by its absorbance maximum at 436 nm. Dichlorobenzidine gives similar response but has its absorbance maximum at 445 nm.

10.2 Construct a baseline from the absorbance minimum at about 470 nm to the minimum at 390 nm (or 420 nm minimum for samples with a high background). Record the absorbance ofthe peak maximum and the absorbance of the constructed baseline at the 436 nm. Treat samples and standards in the same fashion.

10.3 Using the net absorbance values, prepare a calibration plot from the standards. Determine the total micrograms in each sample from this plot.

10.4 Divide the total micrograms by the sample volume, in liters, to determine µg/l. Correct results for cell pathlength if necessary.

11. Reporting Results

11.1 Report results in micrograms per liter as benzidine without correction for recovery data. When duplicate and spike samples are analyzed all data obtained should be reported.

12. Accuracy and Precision

12.1 When 1 liter samples of river water were dosed with 1.80 µg of benzidine, an average of 1.24 µg was recovered. The standard deviation was 0.092 µg/l (n=8).

REFERENCES:

1. Federal Register, Volume 39, Page 3779, Paragraph 1910.93; (January 29, 1974).

2. Glassman, J. M., and Meigs, J. W., "Benzidine (4,4'-Diaminobiphenyl) and Substituted Benzidines", Arch. Industr. Hyg., 4, 519, (1951).

3. Butt, L. T. and Strafford, N., "Papilloma of the Bladder in the Chemical Industry. Anlaytical Methods for the Determination of Benzidine and B-Naphtylamine, Recommended by A.B.C.M. Sub-Committee", J. Appl. Chem., 6, 525 (1956).

METHOD FOR CHLORINATED HYDROCARBONS IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various organochlorine pesticides and heptachlor epoxide in water and wastewater.

1.2 The following pesticides may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
Aldrin	39330
BHC	----
Captan	39640
Chlordane	39350
DDD	39360
DDE	39365
DDT	39370
Dichloran	----
Dieldrin	39380
Endosulfan	39388
Endrin	39390
Heptachlor	39410
Lindane	39782
Methoxychlor	39480
Mirex	39755
PCNB	39029
Strobane	----
Toxaphene	39400
Trifluralin	39030

1.3 The following chlorinated organic compound may be determined individually by this method:

Compound	Storet No.
Heptachlor epoxide	----

2. Summary

2.1 The method offers several analytical alternatives, dependent on the analyst's assessment of the nature and extent of interferences and/or the complexity of the pesticide mixtures found. Specifically, the procedure describes the use of an effective co-solvent for efficient sample extraction; provides, through use of column chromatography and liquid-liquid partition, methods for elimination of non-pesticide interferences and the pre-separation of pesticide mixtures. Identification is made by selective gas chromatographic separations and may be corroborated through the use of two or more unlike columns. Detection and measurement is accomplished by electron capture, microcoulometric or electrolytic conductivity gas chromatography. Results are reported in micrograms per liter.

2.2 Confirmation of the identity of the compounds should be made by GC-MS when a new or undefined sample type is being analyzed and the concentration is adequate for such determination.

2.3 This method is recommended for use only by experienced pesticide analysts or under the close supervision of such qualified persons.

3. Interferences

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines, causing misinterpretation of gas chromatograms.

All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required. Refer to Appendix I.

3.2 The interferences in industrial effluents are high and varied and often pose great difficulty in obtaining accurate and precise measurement of organochlorine pesticides. Sample clean-up procedures are generally required and may result in the loss of certain organochlorine pesticides. Therefore, great care should be exercised in the selection and use of methods for eliminating or minimizing interferences. It is not possible to describe procedures for overcoming all of the interferences that may be encountered in industrial effluents.

3.3 Polychlorinated Biphenyls (PCBs) - Special attention is called to industrial plasticizers and hydraulic fluids such as the PCBs, which are a potential source of interference in pesticide analysis. The presence of PCBs is indicated by a large number of partially resolved or unresolved peaks which may occur throughout the entire chromatogram. Particularly severe PCB interference will require special separation procedures (1, 2).

3.4 Phthalate Esters - These compounds, widely used as plasticizers, respond to the electron capture detector and are a source of interference in the determination of organochlorine pesticides using this detector. Water leaches these materials from plastics, such as polyethylene bottles and tygon tubing.

The presence of phthalate esters is implicated in samples that respond to electron capture but not to the microcoulometric or electrolytic conductivity halogen detectors or to the flame photometric detector.

3.5 Organophosphorus Pesticides - A number of organophosphorus pesticides, such as those containing a nitro group, e.g., parathion, also respond to the electron capture detector and may interfere with the determination of the organochlorine pesticides. Such compounds can be identified by their response to the flame photometric detector (3).

4. Apparatus and Materials

4.1 Gas Chromatograph - Equipped with glass lined injection port.

4.2 Detector Options:

4.2.1 Electron Capture - Radioactive (tritium or nickel-63)

4.2.2 Microcoulometric Titration

4.2.3 Electrolytic Conductivity

4.3 Recorder - Potentiometric strip chart (10 in.) compatible with the detector.

4.4 Gas Chromatographic Column Materials:

4.4.1 Tubing - Pyrex (180 cm long X 4 mm ID)

4.4.2 Glass Wool - Silanized

4.4.3 Solid Support - Gas-Chrom-Q (100-120 mesh)

4.4.4 Liquid Phases - Expressed as weight percent coated on solid support.

4.4.4.1 OV-1, 3%

4.4.4.2 OV-210, 5%

4.4.4.3 OV-17, 1.5% plus QF-1 or OV-210, 1.95%

4.4.4.4 QF-1, 6% plus SE-30, 4%

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware

4.5.1 Snyder Column - three-ball (macro) and two-ball (micro)

4.5.2 Evaporative Flasks - 500 ml

4.5.3 Receiver Ampuls - 10 ml, graduated

4.5.4 Ampul Stoppers

4.6 Chromatographic Column - Chromaflex (400 mm long x 19 mm ID) with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock; 250-ml reservoir bulb at top of column with flared out funnel shape at top of bulb - a special order (Kontes K-420540- 9011).

4.7 Chromatographic Column - pyrex (approximately 400 mm long x 20 mm ID) with coarse fritted plate on bottom.

4.8 Micro Syringes - 10, 25, 50 and 100 μl.

4.9 Separatory funnels - 125 ml, 1000 ml and 2000 ml with Teflon stopcock.

4.10 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.11 Graduated cylinders - 100 and 250 ml.

4.12 Florisil - PR Grade (60-100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each batch overnight at 130°C in foil-covered glass container. Determine lauric-acid value (See Appendix II).

5. Reagents, Solvents, and Standards

5.1 Sodium Chloride - (ACS) Saturated solution in distilled water

(pre-rinse NaCl with hexane).

5.2 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.3 Sodium Sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (conditioned at 400 C for 4 hrs.).

5.4 Sulfuric Acid - (ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.5 Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.5.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.5.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.6 Acetonitrile, Hexane, Methanol, Methylene Chloride, Petroleum Ether (boiling range 30-60°C) - nanograde, redistill in glass if necessary.

5.7 Pesticide Standards - Reference grade.

6. Calibration

6.1 Gas chromatographic operating conditions are considered acceptable if the response to dicapthon is at least 50% of full scale when $\leq$ 0.06 ng is injected for electron capture detection and $\geq$ 100 ng is injected for microcoulometric or electrolytic conductivity detection. For all quantitative measurements, the detector must be operated within its linear response range and the detector noise level should be less than 2% of full scale.

6.2 Standards are injected frequently as a check on the stability of operating conditions. Gas chromatograms of several standard

pesticides are shown in Figures 1, 2, 3 and 4 and provide reference operating conditions for the four recommended columns.

6.3 The elution order and retention ratios of various organochlorine pesticides are provided in Table 1, as a guide.

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts (4) should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 The sample size taken for analysis is dependent on the type of sample and the sensitivity required for the purpose at hand. Background information on the pesticide levels previously detected at a given sampling site will assist in determining the sample size required, as well as the final volume to which the extract needs to be concentrated. A 1-liter sample is usually taken for drinking water and ambient water analysis to provide a detection limit of 0.050to 0.100 µg/l. One-hundred milliliters is usually adequate to provide a detection limit of 1 µg/l for industrial effluents.

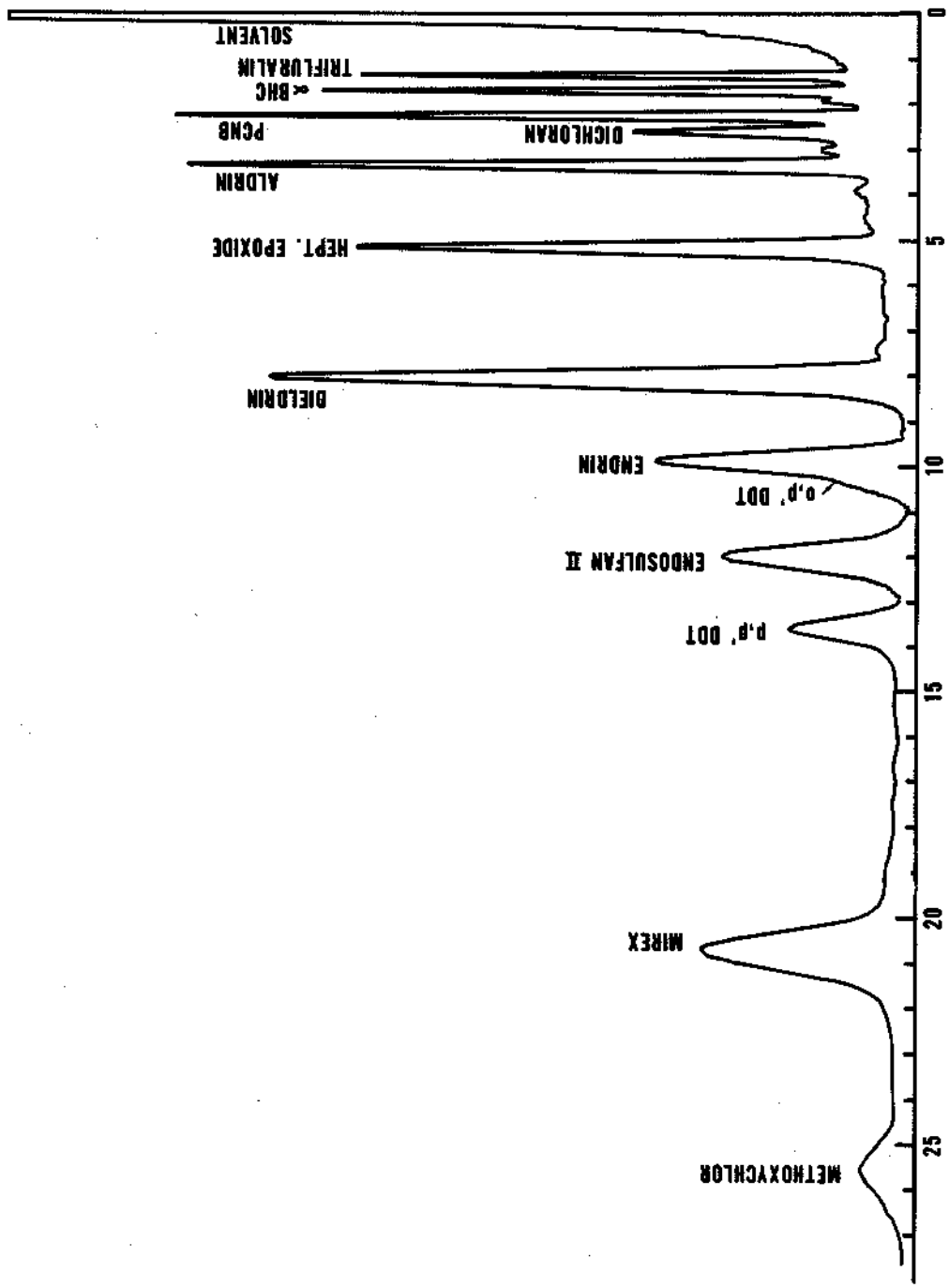


Figure 1. Column Packing: 1.5% OV-17 + 1.95% QF-1, Carrier Gas: Argon/Methane at 60 ml/min, Column Temperature: 200 C, Detector: Electron Capture.

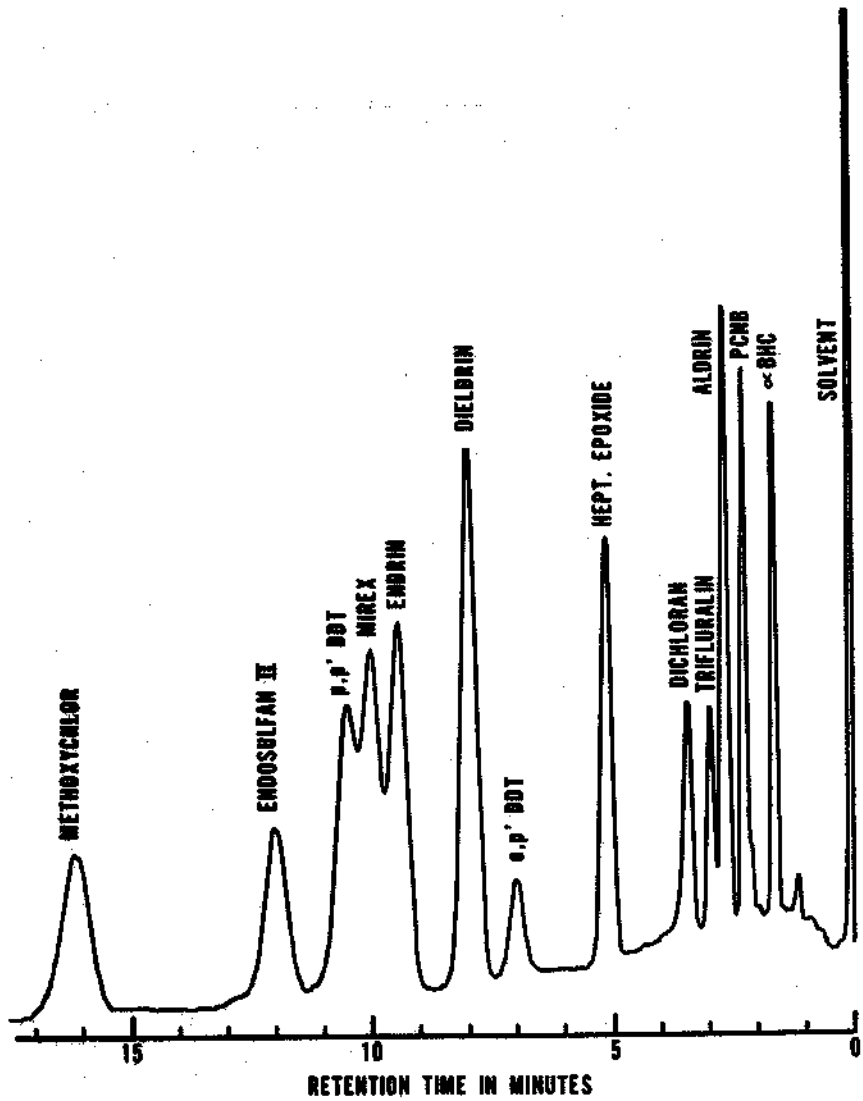


Figure 2. Column Packing: 5% OV-210, Carrier Gas: Argon/Methane at 70 ml/min, Column Temperature: 180 C, Detector: Electron Capture.

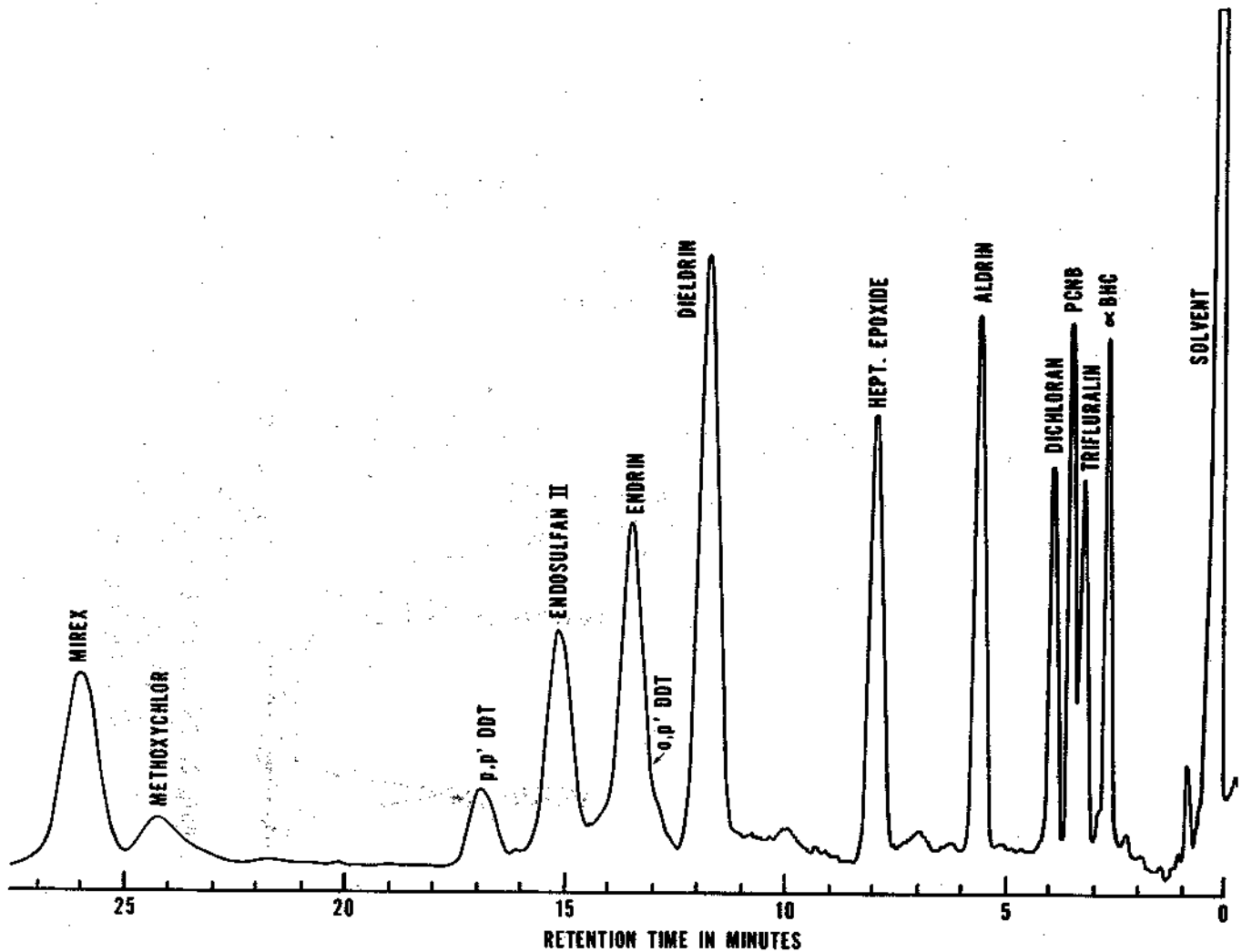


Figure 3. Column Packing: 6% QF-1 + 4% SE-30, Carrier Gas: Argon/Methane at 60 ml/min, Column Temperature: 200 C, Detector: Electron Capture.

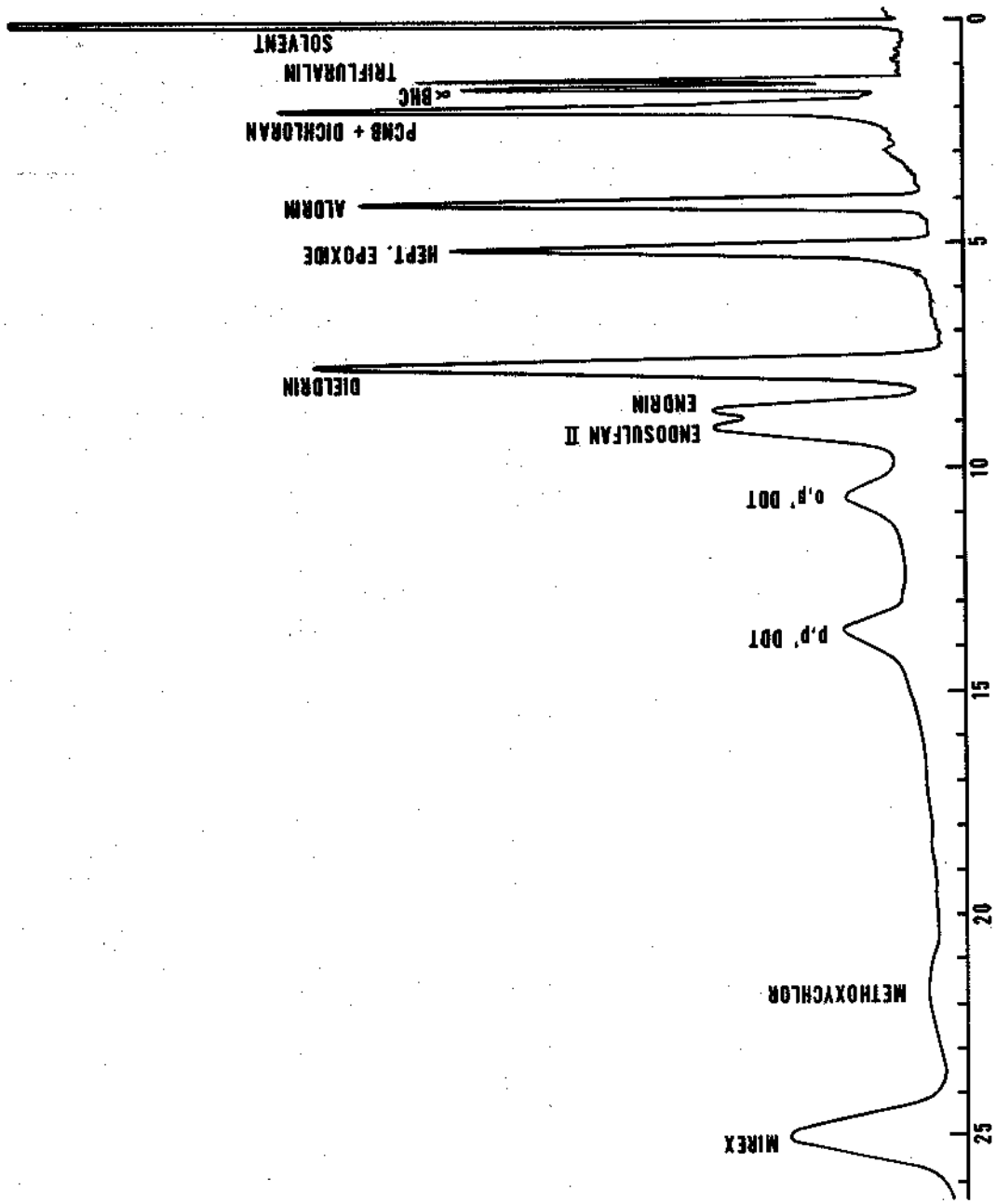


Figure 4. Column Packing: 3% OV-1, Carrier Gas: Argon/Methane at 70 ml/min, Column Temperature: 180 C, Detector: Electron Capture.

Table 1
RETENTION RATIOS OF VARIOUS ORGANOCHLORINE PESTICIDES RELATIVE TO ALDRIN

Liquid Phase[1]	1.5% OV-17 + 1.95% QF-1[2]	5% OV-210	3% OV-1	6% QF-1 + 4% SE-30
Column Temp.	200 C	180 C	180 C	200 C
Argon/Methane Carrier Flow	60 ml/min	70 ml/min	70 ml/min	60 ml/min
Pesticide	RR	RR	RR	RR
Trifluralin	0.39	1.11	0.33	0.57
α-BHC	0.54	0.64	0.35	0.49
PCNB	0.68	0.85	0.49	0.63
Lindane	0.69	0.81	0.44	0.60
Dichloran	0.77	1.29	0.49	0.70
Heptachlor	0.82	0.87	0.78	0.83
Aldrin	1.00	1.00	1.00	1.00
Heptachlor Epoxide	1.54	1.93	1.28	1.43
Endosulfan I	1.95	2.48	1.62	1.79
p,p'-DDE	2.23	2.10	2.00	1.82
Dieldrin	2.40	3.00	1.93	2.12
Captan	2.59	4.09	1.22	1.94
Endrin	2.93	3.56	2.18	2.42
o,p'-DDT	3.16	2.70	2.69	2.39
p,p'-DDD	3.48	3.75	2.61	2.55
Endosulfan II	3.59	4.59	2.25	2.72
p,p'-DDT	4.18	4.07	3.50	3.12
Mirex	6.1	3.78	6.6	4.79
Methoxychlor	7.6	6.5	5.7	4.60
Aldrin (Min. absolute)	3.5	2.6	4.0	5.6

[1]All columns glass, 180 cm x 4 mm ID, solid support Gas-Chrom Q (100/120 mesh)
[2]OV-210 also may be used

8.2 Quantitatively transfer the proper aliquot of sample from the sample container into a two-liter separatory funnel. If less than 800 ml is analyzed, dilute to one liter with interference free distilled water.

9. Extraction

9.1 Add 60 ml of 15% methylene chloride in hexane (v:v) to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for two minutes.

9.2 Allow the mixed solvent to separate from the sample, then draw the water into a one-liter Erlenmeyer flask. Pour the organic layer into a 100 ml beaker and then pass it through a column containing 3-4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500 ml K-D flask equipped with a 10 ml ampul. Return the water phase to the separatory funnel. Rinse the Erlenmeyer flask with a second 60-ml volume of solvent; add the solvent to the separatory funnel and complete the extraction procedure a second time. Perform a third extraction in the same manner.

9.3 Concentrate the extract in the K-D evaporator on a hot water bath.

9.4 Analyze by gas chromatography unless a need for cleanup is indicated (See Section 10).

10. Clean-up and Separation Procedures

10.1 Interferences in the form of distinct peaks and/or high background in the initial gas chromatographic analysis, as well as the physical characteristics of the extract (color, cloudiness, viscosity) and background knowledge of the sample will indicate

whether clean-up is required. When these interfere with measurement of the pesticides, or affect column life or detector sensitivity, proceed as directed below.

10.2 Acetonitrile Partition - This procedure is used to isolate fats and oils from the sample extracts. It should be noted that not all pesticides are quantitatively recovered by this procedure. The analyst must be aware of this and demonstrate the efficiency of the partitioning for specific pesticides. All of the pesticides listed in Scope (1.2) with the exception of mirex are efficiently recovered.

10.2.1 Quantitatively transfer the previously concentrated extract to a 125-ml separatory funnel with enough hexane to bring the final volume to 15 ml. Extract the sample four times by shaking vigorously for one minute with 30-ml portions of hexane-saturated acetonitrile.

10.2.2 Combine and transfer the acetonitrile phases to a one-liter separatory funnel and add 650 ml of distilled water and 40 ml of saturated sodium chloride solution. Mix thoroughly for 30-45 seconds. Extract with two 100-ml portions of hexane by vigorously shaking about 15 seconds.

10.2.3 Combine the hexane extracts in a one-liter separatory funnel and wash with two 100-ml portions of distilled water. Discard the water layer and pour the hexane layer through a 3-4 inch anhydrous sodium sulfate column into a 500-ml K-D flask equipped with a 10-ml

ampul. Rinse the separatory funnel and column with three 10-ml portions of hexane.

10.2.4 Concentrate the extracts to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath.

10.2.5 Analyze by gas chromatography unless a need for further cleanup is indicated.

10.3 Florisil Column Adsorption Chromatography

10.3.1 Adjust the sample extract volume to 10 ml.

10.3.2 Place a charge of activated Florisil (weight determined by lauric-acid value, see Appendix II) in a Chromaflex column. After settling the Florisil by tapping the column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.3.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50-60 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether wash- ings. Adjust the elution rate to about 5 ml per minute and, separately, collect up to three eluates in 500-ml K-D flasks equipped with 10-ml ampuls (see Eluate Composition 10.4.). Perform the first elution with 200 ml of 6% ethyl ether in petroleum ether, and the second elution with 200 ml of 15% ethyl ether in

petroleum ether. Perform the third elution with 200 ml of 50% ethyl ether - petroleum ether and the fourth elution with 200 ml of 100% ethyl ether.

10.3.4 Concentrate the eluates to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath.

10.3.5 Analyze by gas chromatography.

10.4 Eluate Composition - By using an equivalent quantity of any batch of Florisil, as determined by its lauric acid value, the pesticides will be separated into the eluates indicated below:

6% Eluate		
Aldrin	DDT	Mirex
BHC	Heptachlor	PCNB
Chlordane	Heptachlor Epoxide	Strobane
DDD	Lindane	Toxaphene
DDE	Methoxychlor	Trifluralin

15% Eluate	50% Eluate
Endosulfan I	Endosulfan II
Endrin	Captan
Dieldrin	
Dichloran	

Certain thiophosphate pesticides will occur in each of the above fractions as well as the 100% fraction. For additional information regarding eluate composition, refer to the FDA Pesticide Analytical Manual (5).

11. Calculation of Results

11.1 Determine the pesticide concentration by using the absolute calibration procedure described below or the relative calibration procedure described in Appendix III.

(1) Micrograms/liter = $\frac{(A)\ (B)\ (V_t)}{(V_i)\ (V_s)}$

A = $\frac{\text{ng standard}}{\text{Standard area}}$

B = Sample aliquot area
V_i = Volume of extract injected (µl)
V_t = Volume of total extract (µl)
V_s = Volume of water extracted (ml)

12. Reporting Results

12.1 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

REFERENCES:

1. Monsanto Methodology for Aroclors - Analysis of Environmental Materials for Biphenyls, Analytical Chemistry Method 71-35, Monsanto Company, St. Louis, Missouri, 63166, 1970.

2. "Method for Polychlorinated Biphenyls in Water and Wastewater", this manual, p. 43.

3. "Method for Organophosphorus Pesticides in Water and Wastewater", this manual, p. 25.

4. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories", Chapter 6, Section 6.4, U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268, 1973.

5. "Pesticide Analytical Manual", U. S. Dept. of Health, Education and Welfare, Food and Drug Administration, Washington, D. C.

METHOD FOR ORGANOPHOSPHORUS PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various organophosphorus pesticides in water and wastewater.

1.2 The following pesticides may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
Azinphos methyl	---
Demeton-O	39560
Demeton-S	---
Diazinon	39570
Disulfoton	39010
Malathion	39530
Parathion methyl	39600
Parathion ethyl	39540

2. Summary

2.1 The method offers several analytical alternatives, dependent on the analyst's assessment of the nature and extent of interferences and the complexity of the pesticide mixtures found. Specifically, the procedure describes the use of an effective co-solvent for efficient sample extraction; provides, through use of the column chromatography and liquid-liquid partition, methods for the elimination of non-pesticide interferences and the preseparation of pesticide mixtures. Identification is made by selective gas chromatographic separation and may be corroborated through the use of two or more unlike columns. Detection and measurement are best accomplished by flame photometric gas chromatography using a

phosphorus specific filter. The electron capture detector, though non-specific, may also be used for those compounds to which it responds. Results are reported in micrograms per liter.

2.2 Confirmation of the identity of the compounds should be made by GC-MS when a new or undefined sample type is being analyzed and the concentration is adequate for such determination.

2.3 This method is recommended for use only by experienced pesticide analysts or under the close supervision of such qualified persons.

3. Interferences

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines, causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required. Refer to Appendix I.

3.2 The interferences in industrial effluents are high and varied and often pose great difficulty in obtaining accurate and precise measurement of organophosphorus pesticides. Sample clean-up procedures are generally required and may result in the loss of certain organophosphorus pesticides. Therefore, great care should be exercised in the selection and use of methods for eliminating or minimizing interferences. It is not possible to describe procedures for overcoming all of the interferences that may be encountered in industrial effluents.

3.3 Compounds such as organochlorine pesticides, polychlorinated biphenyls and phthalate esters interfere with the analysis of organophosphorus pesticides by electron capture gas chromatography. When encountered, these interferences are overcome by the use of the phosphorus specific flame photometric detector. If such a detector is not available, these interferences may be removed from the sample by using the clean-up procedures described in the EPA methods for those compounds (1, 2).

3.4 Elemental sulfur will interfere with the determination of organophosphorus pesticides by flame photometric and electron capture gas chromatography. The elimination of elemental sulfur as an interference is described in Section 10.5, Clean-up and Separation Procedures.

4. Apparatus and Materials

4.1 Gas Crhomatograph - Equipped with glass lined injection port.

4.2 Detector options:

4.2.1 Flame Photometric - 526 mu phosphorus filter.

4.2.2 Electron Capture - Radioactive (tritium or nickel-63).

4.3 Recorder - Potentiometric strip chart (10 in.) compatible with the detector.

4.4 Gas Chromatographic Column Materials:

4.4.1 Tubing - Pyrex (180 cm long x 4 mm ID)

4.4.2 Glass Wool - Silanized

4.4.3 Solid Support - Gas Chrom Q (100-120 mesh)

4.4.4 Liquid Phases - Expressed as weight percent coated on solid support.

4.4.4.1 OV-1, 3%

4.4.4.2 OV-210, 5%

4.4.4.3 OV-17, 1.5% plus QF-1 or OV-210, 1.95%

4.4.4.4 QF-1 or OV-210, 6% plus SE-30, 4%

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware

4.5.1 Snyder Column - three ball (macro) and two ball (micro)

4.5.2 Evaporative Flasks - 500 ml

4.5.3 Receiver Ampuls - 10 ml, graduated

4.5.4 Ampul Stoppers

4.6 Chromatographic Column - Chromaflex (400 mm x 19 mm ID) with coarse fritted plate and Teflon stopcock on bottom; 250 ml reservoir bulb at top of column with flared out funnel shape at top of bulb - a special order (Kontes K-420540-9011).

4.7 Chromatographic Column - pyrex (approximately 400 mm long x 20 mm ID) with coarse fritted plate on bottom.

4.8 Micro Syringes - 10, 25, 50 and 100 μl.

4.9 Separatory funnels - 125 ml, 1000 ml and 2000 ml with Teflon stopcock.

4.10 Micro-pipets - disposable (140 mm long x 5 mm ID).

4.11 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.12 Graduated cylinders - 100 and 250 ml.

4.13 Florisil - PR Grade (60-100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each batch overnight at 130°C in foil-covered glass container. Determine lauric-acid value (See Appendix II).

4.14 Alumina - Woelm, neutral; deactivate by pipeting 1 ml of distilled water into 125 ml ground glass-stoppered Erlenmeyer flask. Rotate flask to distribute water over surface of glass. Immediately add 19.0 g fresh alumina through small powder funnel. Shake flask containing mixture for two hours on a mechanical shaker (3).

5. Reagents, Solvents, and Standards

5.1 Sodium Chloride - (ACS) Saturated solution in distilled water (pre-rinse NaCl with hexane).

5.2 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.3 Sodium Sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (conditioned at 400°C for 4 hrs.).

5.4 Sulfuric Acid - (ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.5 Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.5.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Emslford, N.Y. 10523.)

5.5.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.6 Acetonitrile, Hexane, Methanol, Methylene Chloride, Petroleum Ether (boiling range 30-60°C) - nanograde, redistill in glass if necessary.

5.7 Pesticide Standards - Reference grade.

6. Calibration

6.1 Gas chromatographic operating conditions are considered acceptable if the response to dicapthon is at least 50% of full scale when $\leq$1.5 ng is injected for flame photometric detection and $\leq$ 0.06 ng is injected for electron capture detection. For all quantitative measurements, the detector must be operated within its linear response range and the detector noise level should be less than 2% of full scale.

6.2 Standards are injected frequently as a check on the stability of operating conditions. Gas chromatograms of several standard pesticides are shown in Figures 1, 2, 3 and 4 and provide reference operating conditions for the four recommended columns.

6.3 The elution order and retention ratios of various organophosphorus pesticides are provided in Table 1, as a guide.

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts (4) should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 The sample size taken for analysis is dependent on the type of sample and the sensitivity required for the purpose at hand.

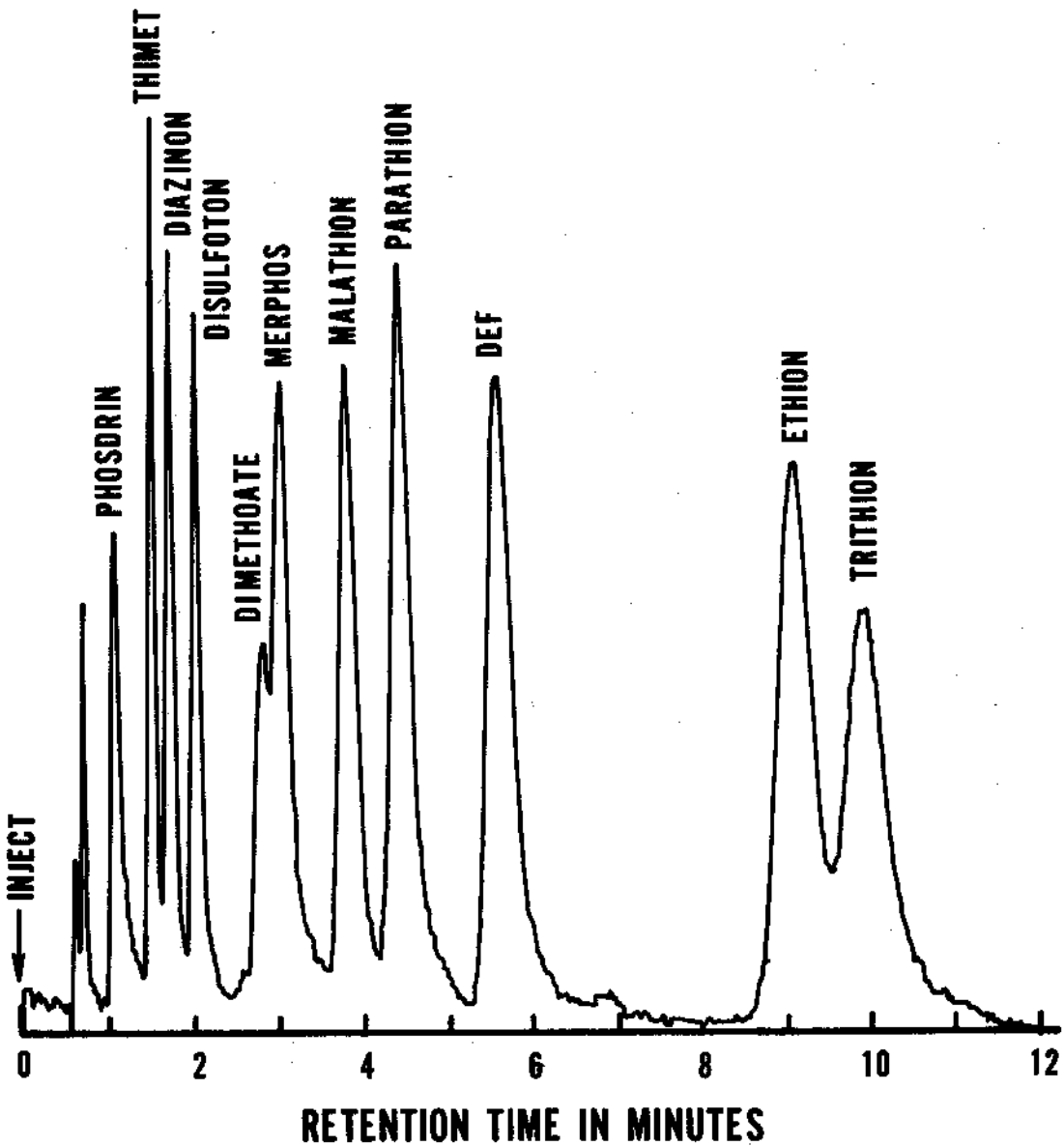


Figure 1. Column Packing: 1.5% OV-17 + 1.95 % QF-1, Carrier Gas: Nitrogen at 70 ml/min, Column Temperature: 215 C, Detector: Flame Photometric (Phosphorus).

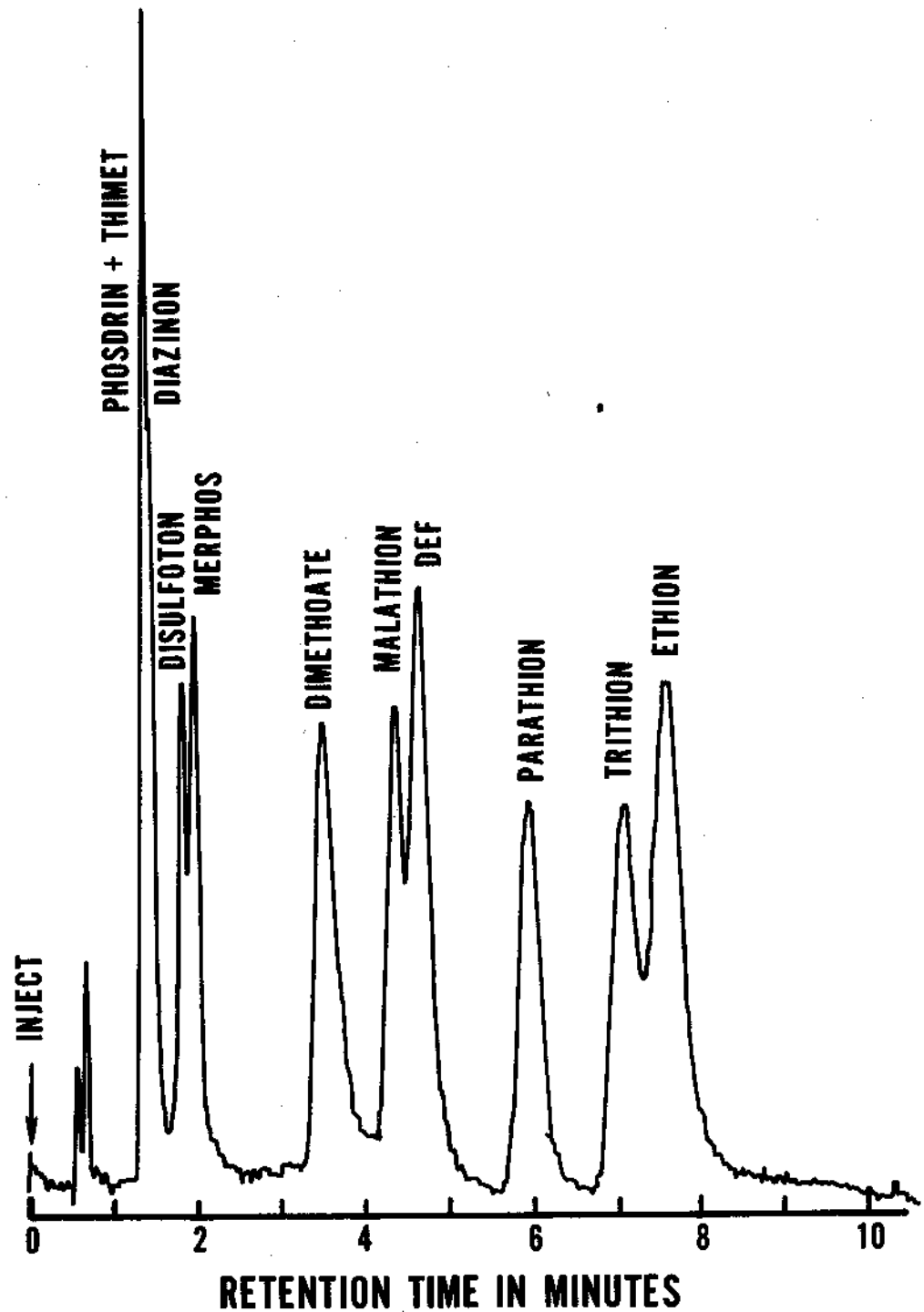


Figure 2. Column Packing: 5% OV-210, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 200 C, Detector: Flame Photometric (Phosphorus).

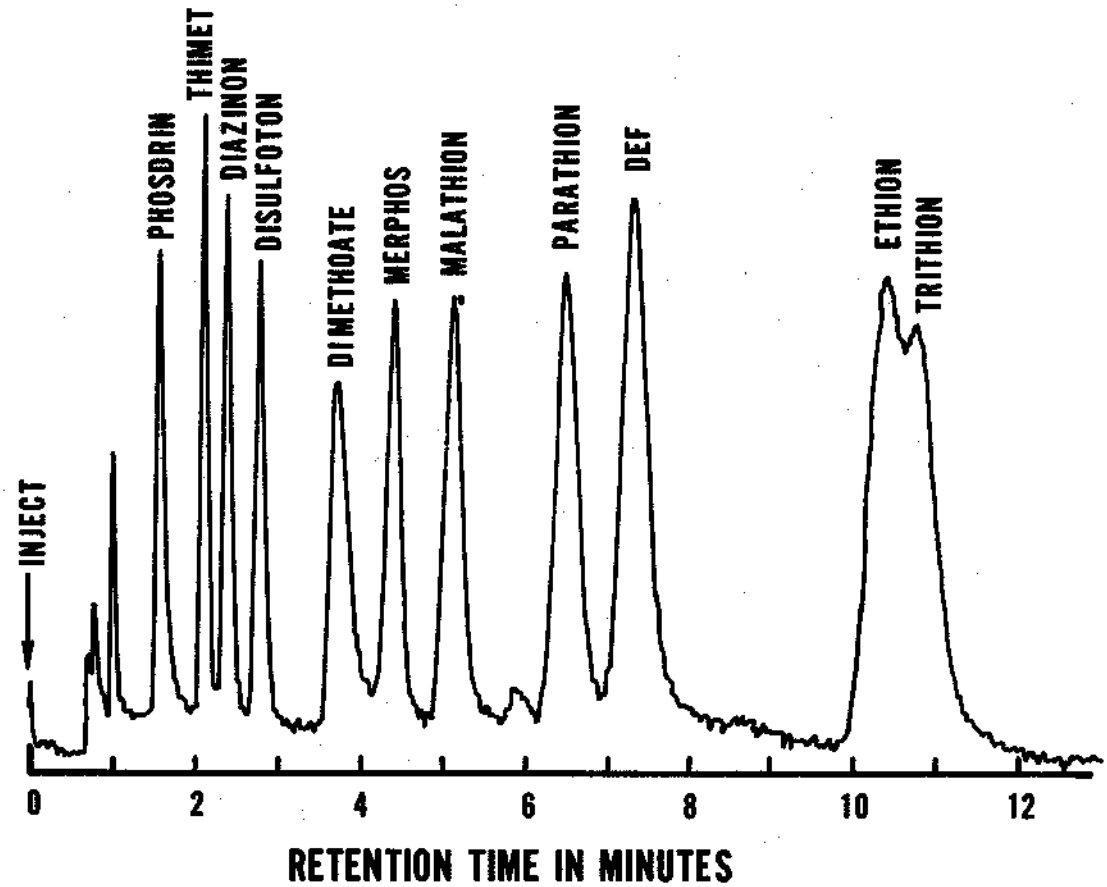


Figure 3. Column Packing: 6% QF-1 + 4% SE-30, Carrier Gas: Nitrogen at 70 ml/min, Column Temperature: 215 C, Detector: Flame Photometric (Phosphorus).

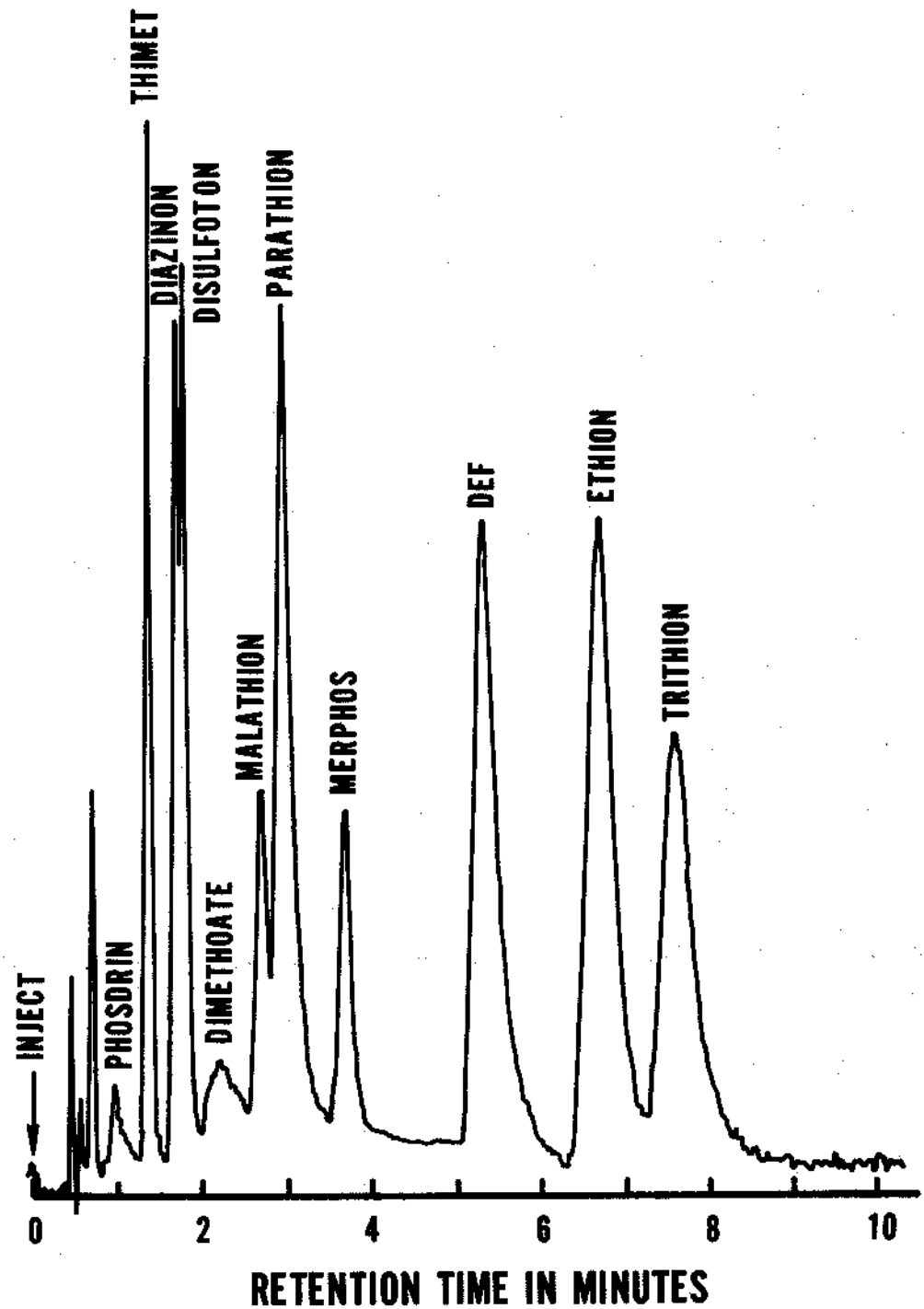


Figure 4. Column Packing: 3% OV-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 200 C, Detector: Flame Photometric (Phosphorus).

TABLE 1

RETENTION TIMES OF SOME ORGANOPHOSPHOROUS PESTICIDES
RELATIVE TO PARATHION

Liquid Phase[1]	1.5% OV-17 + 1.95% QF-1[2]	6% QF-1[2] + 4% SE-30	5% OV-210	7% OV-1
Column Temp.	215 C	215 C	200 C	200 C
Nitrogen Carrier Flow	70 ml/min	70 ml/min	60 ml/min	60 ml/min
Pesticide	RR	RR	RR	RR
Demeton[3]	0.46	0.26 0.43	0.20 0.38	0.74
Diazinon	0.40	0.38	0.25	0.59
Disulfoton	0.46	0.45	0.31	0.62
Malathion	0.86	0.78	0.73	0.92
Parathion methyl	0.82	0.80	0.81	0.79
Parathion ethyl	1.00	1.00	1.00	1.00
Azinphos methyl	6.65	4.15	4.44	4.68
Parathion (min absolute)	4.5	6.6	5.7	3.1

[1]All columns glass, 180 xm x 4 mm ID, solid support Gas-Chrom Q, 100/120 mesh.
[2]May substitute OV-210 for QF-1.
[3]Anomalous, multipeak response often encountered.

Background information on the pesticide levels previously detected at a given sampling site will assist in determining the sample size required, as well as the final volume to which the extract needs to be concen- trated. A 1-liter sample is usually taken for drinking water and ambient water analysis to provide a detection limit of 0.050 to 0.100 µg/l. One-hundred milliliters is usually adequate to provide a detection limit of 1 µg/l for industrial effluents.

8.2 Quantitatively transfer the proper aliquot of sample from the sample container into a two-liter separatory funnel. If less than a 800 ml is analyzed, dilute to one liter with interference free distilled water.

9. Extraction

9.1 Add 60 ml of 15% methylene chloride in hexane (v:v) to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for two minutes.

9.2 Allow the mixed solvent to separate from the sample, then draw the water into a one-liter Erlenmeyer flask. Pour the organic layer into a 100 ml beaker and then pass it through a column containing 3-4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500 ml K-D flask equipped with a 10 ml ampul. Return the water phase to the separatory funnel. Rinse the Erlenmeyer flask with a second 60 ml volume of solvent; add the solvent to the separatory funnel and complete the extraction procedure a second time. Perform a third extraction in the same manner.

9.3 Concentrate the extract in the K-D evaporator on a hot water bath.

9.4 Analyze by gas chromatography unless a need for cleanup is indicated. (See Section 10).

10. Clean-up and Separation Procedures

10.1 Interferences in the form of distinct peaks and/or high background in the initial gas chromatographic analysis, as well as the physical characteristics of the extract (color, cloudiness, viscosity) and background knowledge of the sample source will indicate whether clean-up is required. When these interfere with measurement of the pesticides, or affect column life or detector sensitivity, proceed as directed below. The use of these procedures is not required for samples free of interferences. They are provided as options to the analyst to be used when needed.

10.2 Acetonitrile Partition - This procedure is used to separate fats and oils from the sample extracts. It should be noted that not all pesticides are quantitatively recovered by this procedure. The analyst must be aware of this and demonstrate the efficiency of the partitioning for specific pesticides.

10.2.1 Quantitatively transfer the previously concentrated extract to a 125-ml separatory funnel with enough hexane to bring the final volume to 15 ml. Extract the sample four times by shaking vigorously for one minute with 30 ml portions of hexane-saturated acetonitrile.

10.2.2 Combine and transfer the acetonitrile phases to a one-liter separatory funnel and add 650 ml of distilled water and 40 ml of saturated sodium chloride solution. Mix thoroughly for 30-45 seconds. Extract with two

100 ml portions of hexane by vigorously shaking about 15 seconds.

10.2.3 Combine the hexane extracts in a one-liter separatory funnel and wash with two 100 ml portions of distilled water. Discard the water layer and pour the hexane layer through a 3-4 inch anhydrous sodium sulfate column into a 500-ml K-D flask equipped with a 10-ml ampul. Rinse the separatory funnel and column with three 10 ml portions of hexane.

10.2.4 Concentrate the extracts to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath.

10.2.5 Analyze by gas chromatography unless a need for further clean-up is indicated.

10.3 Florisil Column Adsorption Chromatography

10.3.1 Adjust the sample extract volume to 10 ml.

10.3.2 Place a charge of activated Florisil (weight determined by lauric-acid value, see Appendix II) in a Chromaflex column. After settling the Florisil by tapping the column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.3.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50-60 ml of petro leum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petro- leum ether washings. Adjust the elution rate to about 5 ml per minute and,

separately, collect up to four eluates in 500-ml K-D flasks equipped with 10-ml ampuls. (See Eluate Composition, 10.4.) Perform the first elution with 200 ml of 6% ethyl ether in petroleum ether, and the second elution with 200 ml of 15% ethyl ether in petroleum ether. Perform the third elution with 200 ml of 50% ethyl ether - petroleum ether and the fourth elution with 200 ml of 100% ethyl ether.

10.3.4 Concentrate the eluates to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath.

10.3.5 Analyze by gas chromatography.

10.4 Eluate Composition - By using an equivalent quantity of any batch of Florisil as determined by its lauric-acid value, the pesticides will be separated into the eluates indicated below:

6% Eluate	15% Eluate
Demeton	Diazinon
Disulfoton	Malathion (trace)
	Parathion Methyl
50% Eluate	**100% Eluate**
Malathion	Azinphos methyl (80%)
Azinphos methyl (20%)	

For additional information regarding eluate composition, refer to the FDA Pesticide Analytical Manual (5).

10.5 Removal of Sulfur - If elemental sulfur interferes with the gas chromatographic analysis, it can be removed by the use of an alumina microcolumn.

10.5.1 Adjust the sample extract volume to 0.5 ml in a K-D

apparatus, using a two-ball Snyder microcolumn.

10.5.2 Plug a disposable pipet with a small quantity of glass wool. Add enough alumina to produce a 3-cm column after settling. Top the alumina with a 0.5-cm layer of anhydrous sodium sulfate.

10.5.3 Quantitatively transfer the concentrated extract to the alumina microcolumn using a 100 µl syringe. Rinse the ampul with 200 µl of hexane and add to the microcolumn.

10.5.4 Elute the microcolumn with 3 ml of hexane and discard the first eluate which contains the elemental sulfur.

10.5.5 Next elute the column with 5 ml of 10% hexane in methylene chloride. Collect the eluate in a 10 ml graduated ampul.

10.5.6 Analyze by gas chromatography.

NOTE: If the electron capture detector is to be used methylene chloride must be removed. To do this, attach the ampul to a K-D apparatus (500-ml flask and 3-ball Snyder column) and concentrate to about 0.5 ml. Adjust volume as required prior to analysis.

11. Calculation of Results

11.1 Determine the pesticide concentration by using the absolute calibration procedure described below or the relative calibration procedure described in Appendix III.

(1) Micrograms/liter = $\frac{(A)\ (B)\ (V_t)}{(V_i)\ (V_s)}$

A = $\frac{\text{ng standard}}{\text{Standard area}}$

B = Sample aliquot area

V_i = Volume of extract injected (μl)

V_t = Volume of total extract (μl)

V_s = Volume of water extracted (ml)

12. Reporting Results

12.1 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed all data obtained should be reported.

REFERENCES:

1. "Method for Chlorinated Hydrocarbons in Water and Wastewater", this manual, p. 7.

2. "Method for Polychlorinated Biphenyls (PCBs) in Water and Wastewater", this manual, p. 43.

3. Law, L. M. and Georlitz, D. F., "Microcolumn Chromatographic Clean-up for the Analysis of Pesticides in Water", Journal of the Association for Analytical Chemists, 53, 1276 (1970).

4. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories", Chapter 6, Section 6.4, U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268, 1973.

5. "Pesticide Analytical Manual", U. S. Dept. of Health, Education and Welfare, Food and Drug Administration, Washington, D. C.

METHOD FOR POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBs) IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various polychlorinated biphenyl (PCB) mixtures in water and wastewater.

1.2 The following mixtures of chlorinated biphenyls (Aroclors) may be determined by this method:

Parameter	Storet No.
PCB-1016	34671
PCB-1221	39488
PCB-1232	39492
PCB-1242	39496
PCB-1248	39500
PCB-1254	39504
PCB-1260	39508

1.3 The method is an extension of the Method for Chlorinated Hydrocarbons in Water and Wastewater (1). It is designed so that determination of both the PCBs and the organochlorine pesticides may be made on the same sample.

2. Summary

2.1 The PCBs and the organochlorine pesticides are co-extracted by liquid-liquid extraction and, insofar as possible, the two classes of compounds separated from one another prior to gas chromatographic determination. A combination of the standard Florisil column cleanup procedure and a silica gel microcolumn separation procedure (2)(3) are employed. Identification is

made from gas chromatographic patterns obtained through the use of two or more unlike columns. Detection and measurement is accomplished using an electron capture, microcoulometric, or electrolytic conductivity detector. Techniques for confirming qualitative identification are suggested.

3. Interferences

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis. Specific selection of reagents and the purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required. Refer to Appendix I.

3.2 The interferences in industrial effluents are high and varied and pose great difficulty in obtaining accurate and precise measurement of PCBs and organochlorine pesticides. Separation and clean-up procedures are generally required and may result in the loss of certain organochlorine compounds. Therefore, great care should be exercised in the selection and use of methods for eliminating or minimizing interferences. It is not possible to describe procedures for overcoming all of the interferences that may be encountered in industrial effluents.

3.3 Phthalate esters, certain organophosphorus pesticides, and elemental sulfur will interfere when using electron capture for detection. These materials do not interfere when the

microcoulometric or electrolytic conductivity detectors are used in the halogen mode.

3.4 Organochlorine pesticides and other halogenated compounds constitute interferences in the determination of PCBs. Most of these are separated by the method described below. However, certain compounds, if present in the sample, will occur with the PCBs. Included are: Sulfur, Heptachlor, aldrin, DDE, technical chlordane, mirex, and to some extent, o,p'-DDT and p,p'-DDT.

4. Apparatus and Materials

4.1 Gas Chromatograph - Equipped with glass lined injection port.

4.2 Detector Options:

4.2.1 Electron Capture - Radioactive (tritium or nickel-63)

4.2.2 Microcoulometric Titration

4.2.3 Electrolytic Conductivity

4.3 Recorder - Potentiometric strip chart (10 in.) compatible with the detector.

4.4 Gas Chromatographic Column Materials:

4.4.1 Tubing - Pyrex (180 cm long X 4 mm ID)

4.4.2 Glass Wool - Silanized

4.4.3 Solid Support - Gas-Chrom Q (100-120 mesh)

4.4.4 Liquid Phases - Expressed as weight percent coated on solid support.

4.4.4.1 SE-30 or OV-1, 3%

4.4.4.2 OV-17, 1.5% + QF-1 or OV-210, 1.95%

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware

4.5.1 Snyder Column - three-ball (macro) and two-ball (micro)

4.5.2 Evaporative Flasks - 500 ml

4.5.3 Receiver Ampuls - 10 ml, graduated

4.5.4 Ampul Stoppers

4.6 Chromatographic Column - Chromaflex (400 mm long x 19 mm ID) with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock; 250-ml reservoir bulb at top of column with flared out funnel shape at top of bulb - a special order (Kontes K-420540-9011).

4.7 Chromatographic Column - pyrex (approximately 400 mm long x 20 mm ID) with coarse fritted plate on bottom.

4.8 Micro Column Pyrex - constructed according to Figure 1.

4.9 Capillary pipets disposable (5-3/4 in.) with rubber bulb (Scientific Products P5205-1).

4.10 Low pressure regulator - 0 to 5 PSIG - with low-flow needle valve (see Figure 1, Matheson Model 70).

4.11 Beaker - 100 ml

4.12 Micro Syringes - 10, 25, 50 and 100 ul.

4.13 Separatory funnels - 125 ml, 1000 ml and 2000 ml with Teflon stopcock.

4.14 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.15 Graduated cylinders - 100 and 250 ml.

4.16 Florisil - PR Grade (60-100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each

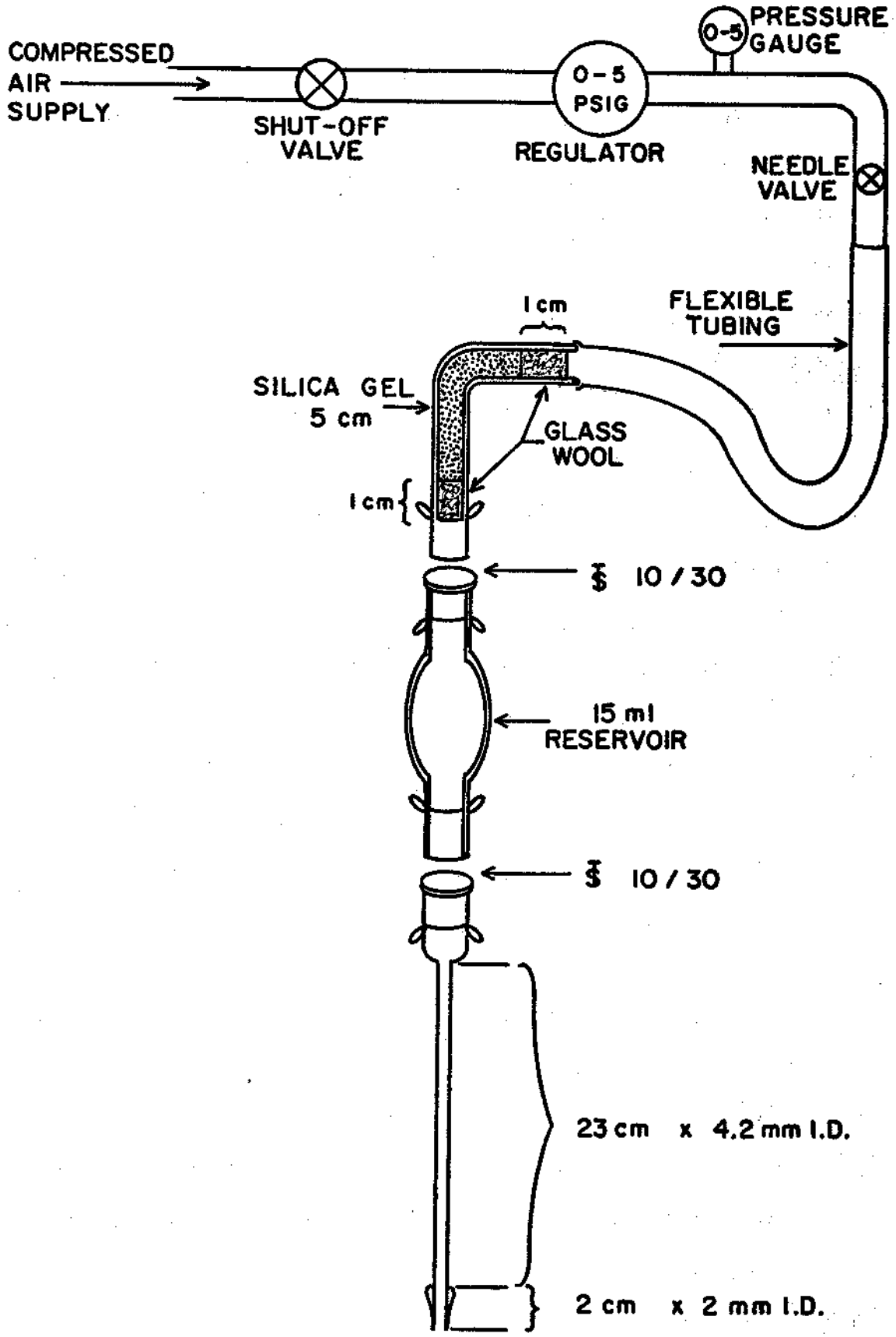


FIGURE 1. MICROCOLUMN SYSTEM

batch overnight at 130°C in foil-covered glass container. Determine lauric-acid value (See Appendix II).

4.17 Silica gel - Davison code 950-08008-226 (60/200 mesh).

4.18 Glass Wool - Hexane extracted.

4.19 Centrifuge Tubes - Pyrex calibrated (15 ml).

5. Reagents, Solvents, and Standards

5.1 Sodium Chloride - (ACS) Saturated solution in distilled water (pre-rinse NaCl with hexane).

5.2 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.3 Sodium Sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (conditioned at 400° C for 4 hrs.).

5.4 Sulfuric Acid - (ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.5 Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.5.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523).

5.5.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.6 n-Hexane - Pesticide quality (NOT MIXED HEXANES).

5.7 Acetonitrile, Hexane, Methanol, Methylene Chloride, Petroleum Ether (boiling range 30-60°C) - pesticide quality, redistill in glass if necessary.

5.8 Standards - Aroclors 1221, 1232, 1242, 1248, 1254, 1260, and 1016.

5.9 Anti-static Solution - STATNUL, Daystrom, Inc., Weston Instrument Division, Newark, N.J., 95212.

6. Calibration

6.1 Gas chromatographic operating conditions are considered acceptable if the response to dicapthon is at least 50% of full scale when ≥ 0.06 ng is injected for electron capture detection and ≥ 100 ng is injected for microcoulometric or electrolytic conductivity detection. For all quantitative measurements, the detector must be operated within its linear response range and the detector noise level should be less than 2% of full scale.

6.2 Standards are injected frequently as a check on the stability of operating conditions, detector and column. Example chromatograms are shown in Figures 3 through 8 and provide reference operating conditions.

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts (4) should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 Blend the sample if suspended matter is present and adjust pH

to near neutral (pH 6.5-7.5) with 50% sulfuric acid or 10 N sodium hydroxide.

8.2 For sensitivity requirement of 1 µg/l, when using microcoulometric or electrolytic conductivity methods for detection take 1000 ml of sample for analysis. If interferences pose no problem, the sensitivity of the electron capture detector should permit as little as 100 ml of sample to be used. Background information on the extent and nature of interferences will assist the analyst in choosing the required sample size and preferred detector.

8.3 Quantitatively transfer the proper aliquot into a two-liter separatory funnel and dilute to one liter.

9. Extraction

9.1 Add 60 ml of 15% methylene chloride in hexane (v:v) to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for two minutes.

9.2 Allow the mixed solvent to separate from the sample, then draw the water into a one-liter Erlenmeyer flask. Pour the organic layer into a 100-ml beaker and then pass it through a column containing 3-4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml K-D flask equipped with a 10 ml-ampul. Return the water phase to the separatory funnel. Rinse the Erlenmeyer flask with a second 60-ml volume of solvent; add the solvent to the separatory funnel and complete the extraction procedure a second time. Perform a third extraction in the same manner.

9.3 Concentrate the extract in the K-D evaporator on a hot water bath.

9.4 Qualitatively analyze the sample by gas chromatography with an electron capture detector. From the response obtained decide:

a. If there are any organochlorine pesticides present.

b. If there are any PCBs present.

c. If there is a combination of a and b.

d. If elemental sulfur is present.

e. If the response is too complex to determine a, b or c.

f. If no response, concentrate to 1.0 ml or less, as required, and repeat the analysis looking for a, b, c, d, and e. Samples containing Aroclors with a low percentage of chlorine, e.g., 1221 and 1232, may require this concentration in order to achieve the detection limit of 1 µg/l. Trace quantities of PCBs are often masked by background which usually occur in samples.

9.5 If condition a exists, quantitatively determine the organochlorine pesticides according to (1).

9.6 If condition b exists, PCBs only are present; no further separation or cleanup is necessary. Quantitatively determine the PCBs according to step 11.

9.7 If condition c exists, compare peaks obtained from the sample to those of standard Aroclors and make a judgment as to which Aroclors may be present. To separate the PCBs from the organochlorine pesticides, continue as outlined in 10.4.

9.8 If condition d exists, separate the sulfur from the sample using the method outlined in 10.3 followed by the method in 10.5.

9.9 If condition e exists, the following macro cleanup and separation procedures (10.2 and 10.3) should be employed and, if necessary, followed by the micro separation procedures (10.4 and 10.5).

10. Cleanup and Separation Procedures

10.1 Interferences in the form of distinct peaks and/or high background in the initial gas chromatographic analysis, as well as the physical characteristics of the extract (color, cloudiness, viscosity) and background knowledge of the sample will indicate whether clean-up is required. When these interfere with measurement of the PCBs, or affect column life or detector sensitivity, proceed as directed below.

10.2 Acetonitrile Partition - This procedure is used to remove fats and oils from the sample extracts. It should be noted that not all pesticides are quantitatively recovered by this procedure. The analyst must be aware of this and demonstrate the efficiency of the partitioning for the compounds of interest.

10.2.1 Quantitatively transfer the previously concentrated extract to a 125-ml separatory funnel with enough hexane to bring the final volume to 15 ml. Extract the sample four times by shaking vigorously for one minute with 30-ml portions of hexane-saturated acetonitrile.

10.2.2 Combine and transfer the acetonitrile phases to a one-liter separatory funnel and add 650 ml of distilled water and 40 ml of saturated sodium chloride solution. Mix thoroughly for 30-45 seconds. Extract with two 100-ml portions of hexane by vigorously shaking about 15 seconds.

10.2.3 Combine the hexane extracts in a one-liter separatory funnel and wash with two 100-ml portions of distilled water. Discard the water layer and pour the hexane layer through a 3-4 inch anhydrous sodium sulfate column into a 500-ml K-D flask equipped with a 10-ml ampul. Rinse the separatory funnel and column with three 10-ml portions of hexane.

10.2.4 Concentrate the extracts to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath.

10.2.5 Analyze by gas chromatography unless a need for further cleanup is indicated.

10.3 Florisil Column Adsorption Chromatography

10.3.1 Adjust the sample extract volume to 10 ml.

10.3.2 Place a charge of activated Florisil (weight determined by lauric-acid value, see Appendix II) in a Chromaflex column. After settling the Florisil by tapping the column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.3.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50-60 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Adjust the elution rate to about 5 ml per minute and, separately, collect up to three eluates in 500-ml K-D flasks equipped with 10-ml ampuls (see Eluate Composition 10.4.). Perform the first elution with 200 ml of 6% ethyl ether in petroleum ether, and the second elution with 200 ml of 15% ethyl ether in petroleum ether. Perform the third elution with 200 ml of 50% ethyl ether - petroleum ether and the fourth elution with 200 ml of 100% ethyl ether.

10.3.3.1 Eluate Composition - By using an equivalent quantity of any batch of Florisil as determined by its lauric acid value, the pesticides will be separated into the eluates indicated as follows.

6% Eluate

Aldrin	DDT	Pentachloro-nitrobenzene
BHC	Heptachlor	
Chlordane	Heptachlor Epoxide	Strobane
DDD	Lindane	Toxaphene
DDE	Methoxychlor	Trifluralin
	Mirex	PCBs

15% Eluate

Endosulfan I
Endrin
Dieldrin
Dichloran
Phthalate esters

50% Eluate

Endosulfan II
Captan

Certain thiophosphate pesticides will occur in each of the above fractions as well as the 100% fraction. For additional information regarding eluate composition, refer to the FDA Pesticide Analytical Manual (5).

10.3.4 Concentrate the eluates to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath.

10.3.5 Analyze by gas chromatography.

10.4 Silica Gel Micro-Column Separation Procedure (6)

10.4.1 Activation for Silica Gel

10.4.1.1 Place about 20 gm of silica gel in a 100-ml beaker. Activate at 180°C for approximately 16 hours. Transfer the silica gel to a 100-ml glass-stoppered bottle. When cool, cover with about 35 ml of 0.50% diethyl ether in benzene (volume:volume). Keep bottle well sealed. If silica gel collects on the ground glass surfaces, wash off with the above solvent before resealing. Always maintain an excess of the mixed solvent in bottle (aproximately 1/2 in. above silica gel). Silica gel can be effectively stored in this manner for several days.

10.4.2 Preparation of the Chromatographic Column

10.4.2.1 Pack the lower 2 mm ID section of the micro-column with glass wool. Permanently mark

the column 120 mm above the glass wool. Using a clean rubber bulb from a disposable pipet seal the lower end of the microcolumn. Fill the microcolumn with 0.50% ether in benzene (v:v) to the bottom of the 10/30 joint (Figure 1). Using a disposable capillary pipet, transfer several aliquots of the silica gel slurry into the microcolumn. After approximately 1 cm of silica gel collects in the bottom of the microcolumn, remove the rubber bulb seal, tap the column to insure that the silica gel reaches the 120 ± 2 mm mark. Be sure that there are no air bubbles in the column. Add about 10 mm of sodium sulfate to the top of the silica gel. Under low humidity conditions, the silica gel may coat the sides of the column and not settle properly. This can be minimized by wiping the outside of the column with an anti-static solution.

10.4.2.2 Deactivation of the Silica Gel

a. Fill the microcolumn to the base of the 10/30 joint with the 0.50% ether-benzene mixture, assemble reservoir (using spring clamps) and fill with approximately 15 ml of the 0.50% ether-benzene mixture. Attach the air pressure device (using spring

clamps) and adjust the elution rate to approximately 1 ml/min. with the air pressure control. Release the air pressure and detach reservoir just as the last of the solvent enters the sodium sulfate. Fill the column with n-hexane (not mixed hexanes) to the base of the 10/30 fitting. Evaporate all residual benzene from the reservoir, assemble the reservoir section and fill with 5 ml of n-hexane. Apply air pressure and remove the reservoir just as the n-hexane enters the sodium sulfate. The column is now ready for use.

b. Pipet a 1.0 ml aliquot of the concentrated sample extract (previously reduced to a total volume of 2.0 ml) on to the column. As the last of the sample passes into the sodium sulfate layer, rinse down the internal wall of the column twice with 0.25 ml of n-hexane. Then assemble the upper section of the column. As the last of the n-hexane rinse reaches the surface of the sodium sulfate, add enough n-hexane (volume predetermined, see 10.4.3) to just elute all of the PCBs present in the sample. Apply air pressure and adjust until the

flow is 1 ml/min. Collect the desired volume of eluate (predetermined, see 10.4.3) in an accurately calibrated ampul. As the last of the n-hexane reaches the surface of the sodium sulfate, release the air pressure and change the collection ampul.

c. Fill the column with 0.50% diethyl ether in benzene, again apply air pressure and adjust flow to 1 ml/min. Collect the eluate until all of the organochlorine pesticides of interest have been eluted (volume predetermined, see 10.4.3).

d. Analyze the eluates by gas chromatography.

10.4.3 Determination of Elution Volumes

10.4.3.1 The elution volumes for the PCBs and the pesticides depend upon a number of factors which are difficult to control. These include variation in:

a. Mesh size of the silica gel

b. Adsorption properties of the silica gel

c. Polar contaminants present in the eluting solvent

d. Polar materials present in the sample and sample solvent

e. The dimensions of the microcolumns

Therefore, the optimum elution volume must be experimentally determined each time a factor is changed. To determine the elution volumes, add standard mixtures of Aroclors and pesticides to the column and serially collect 1-ml elution volumes. Analyze the individual eluates by gas chromatography and determine the cut-off volume for n-hexane and for ether-benzene. Figure 2 shows the retention order of the various PCB components and of the pesticides. Using this information, prepare the mixtures required for calibraton of the microcolumn.

10.4.3.2 In determining the volume of hexane required to elute the PCBs the sample volume (1 ml) and the volume of n-hexane used to rinse the column wall must be considered. Thus, if it is determined that a 10.0-ml elution volume is required to elute the PCBs, the volume of hexane to be added in addition to the sample volume but including the rinse volume should be 9.5 ml.

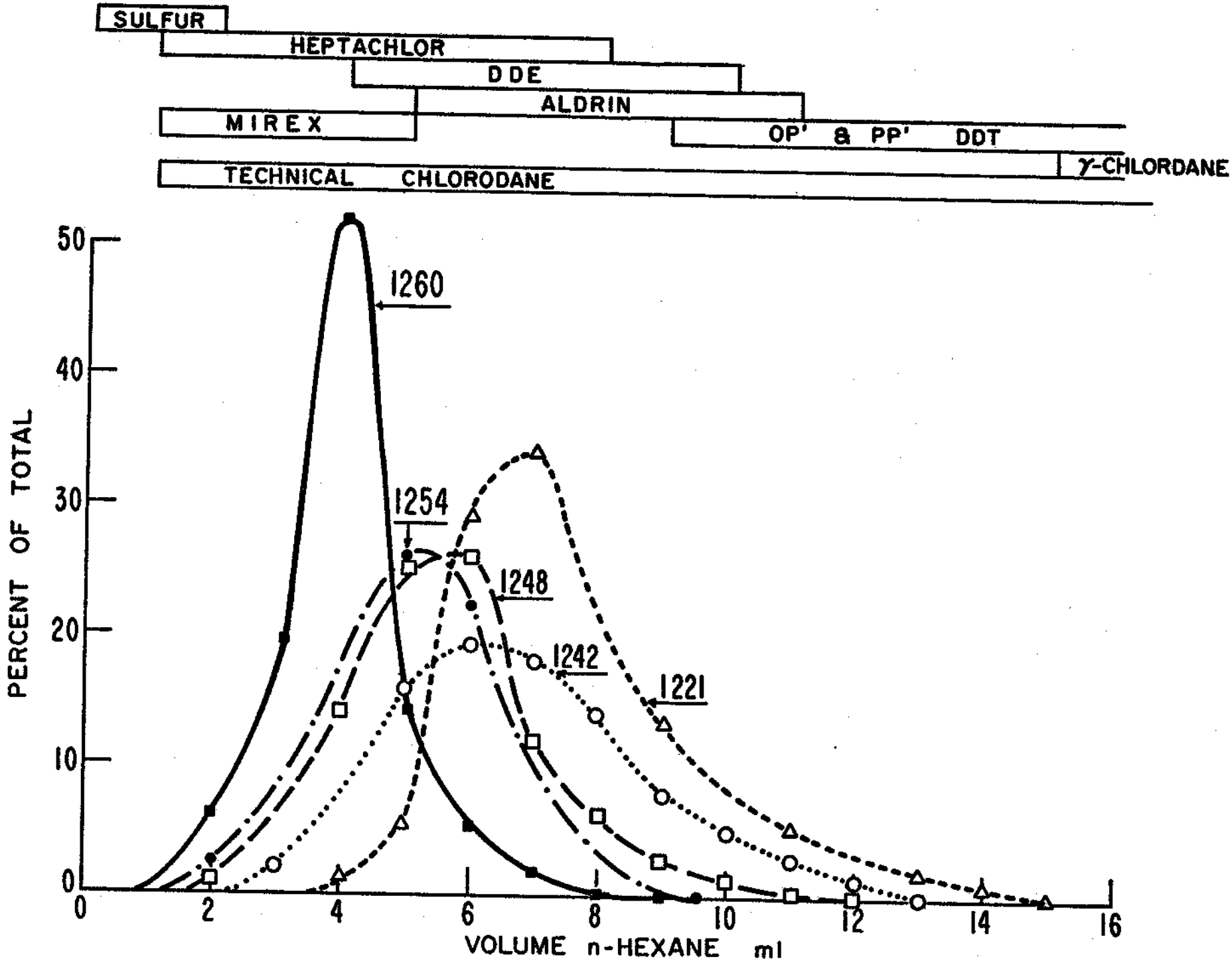


Figure 2. Aroclor Elution Patterns

10.4.3.3 Figure 2 shows that as the average chlorine content of a PCB mixture decreases the solvent volume for complete elution increases. Qualitative determination (9.4) indicates which Aroclors are present and provides the basis for selection of the ideal elution volume. This helps to minimize the quantity of organochlorine pesticides which will elute along with the low percent chlorine PCBs and insures the most efficient separations possible for accurate analysis.

10.4.3.4 For critical analysis where the PCBs and pesticides are not separated completely, the column should be accurately calibrated according to (10.4.3.1) to determine the percent of material of interest that elutes in each fraction. Then flush the column with an additional 15 ml of 0.50% ether in benzene followed by 5 ml of n-hexane and use this reconditioned column for the sample separation. Using this technique one can accurately predict the amount (%) of materials in each micro column fraction.

10.5 Micro Column Separation of Sulfur, PCBs, and Pesticides

10.5.1 See procedure for preparation and packing micro column in PCB analysis section (10.4.1 and 10.4.2).

10.5.2 Microcolumn Calibration

10.5.2.1 Calibrate the microcolumn for sulfur and PCB separation by collecting 1.0-ml fractions and analyzing them by gas chromatography to determine the following:

1) The fraction with the first eluting PCBs (those present in 1260),
2) The fraction with the last eluting PCBs (those present in 1221),
3) The elution volume for sulfur,
4) The elution volume for the pesticides of interest in the 0.50% ether-benzene fraction.

From these data determine the following:

1) The eluting volume containing only sulfur (Fraction I),
2) The eluting volume containing the last of the sulfur and the early eluting PCBs (Fraction II),
3) The eluting volume containing the remaining PCBs (Fraction III),
4) The ether-benzene eluting volume containing the pesticides of interest (Fraction IV).

10.5.3 Separation Procedure

10.5.3.1 Carefully concentrate the 6% eluate from the

florisil column to 2.0 ml in the graduated ampul on a warm water bath.

10.5.3.2 Place 1.0 ml (50%) of the concentrate into the microcolumn with a 1-ml pipet. Be careful not to get any sulfur crystals into the pipet.

10.5.3.3 Collect Fractions I and II in calibrated centrifuge tubes. Collect Fractions III and IV in calibrated ground glass stoppered ampuls.

10.5.3.4 Sulfur Removal (7) - Add 1 to 2 drops of mercury to Fraction II stopper and place on a wrist-action shaker. A black precipitate indicates the presence of sulfur. After approximately 20 minutes the mercury may become entirely reacted or deactivated by the precipitate. The sample should be quantitatively transferred to a clean centrifuge tube and additional mercury added. When crystals are present in the sample, three treatments may be necessary to remove all the sulfur. After all the sulfur has been removedfrom Fraction II (check using gas chromatography) combine Fractions II and III. Adjust the volume to 10 ml and analyze by gas chromatography. Be sure no mercury is transferred to the combined Fractions II and III, since it can react with certain pesticides.

By combining Fractions II and III, if PCBs are present, it is possible to identify the Aroclor(s) present and a quantitative analysis can be performed accordingly. Fraction I can be discarded since it only contains the bulk of the sulfur. Analyze Fractions III and IV for the PCBs and pesticides. If DDT and its homologs, aldrin, heptachlor, or technical chlordane are present along with the PCBs, an additional microcolumn separation can be performed which may help to further separate the PCBs from the pesticides (See 10.4).

11. Quantitative Determination

11.1 Measure the volume of n-hexane eluate containing the PCBs and inject 1 to 5 μl into the gas chromatograph. If necessary, adjust the volume of the eluate to give linear response to the electron capture detector. The microcoulometric or the electrolytic detector may be employed to improve specificity for samples having higher concentrations of PCBs.

11.2 Calculations

11.2.1 When a single Aroclor is present, compare quantitative Aroclor reference standards (e.g., 1242, 1260) to the unknown. Measure and sum the areas of the unknown and the reference Aroclor and calculate the result as follows:

$$\text{Microgram/liter} = \frac{[A]\,[B]\,[V_t]}{[(V_i)\ \ (Vs)]} \times [N]$$

$$A = \frac{\text{ng of Standard Injected}}{} = \frac{ng_2}{mm}$$

B = of Sample Peak Areas - (mm^2)

V_i = Volume of sample injected (µl)

V_t = Volume of Extract (µl) from which sample is injected into gas chromatograph

V_s = Volume of water sample extracted (ml)

N = 2 when micro column used
1 when micro column not used

Peak Area = Peak height (mm x Peak Width at 1/2 height

11.2.2 For complex situatons, use the calibration method described below (8). Small variations in components between different Aroclor batches make it necessary to obtain samples of several specific Aroclors. These reference Aroclors can be obtained from the Southeast Environmental Research Laboratory, EPA, Athens, Georgia, 30601. The procedure is as follows:

11.2.2.1 Using the OV-1 column, chromatograph a known quantity of each Aroclor reference standard. Also chromatograph a sample of p,p'-DDE. Suggested concentration of each standard is 0.1 ng/µl for the Aroclors and 0.02 ng/µl for the p,p'-DDE.

11.2.2.2 Determine the relative retention time (RRT) of each PCB peak in the resulting chromatograms using p,p'-DDE as 100.

$$RRT = \frac{RT \times 100}{RT_{DDE}}$$

RRT = Relative Retention Time

RT = Retention time of peak of interest

RT_{DDE} = Retention time of p,p'-DDE

Retention time is measured as that distance in mm between the first appearance of the solvent peak and the maximum for the compound.

11.2.2.3 To calibrate the instrument for each PCB measure the area of each peak.

Area = Peak height (mm) x Peak width at 1/2 height. Using Tables 1 through 6 obtain the proper mean weight factor, then determine the response factor ng/mm^2.

$$ng/mm^2 = \frac{(ng_i) \quad \frac{(\text{mean weight percent})}{100}}{(\text{Area})}$$

ng_i = ng of Aroclor Standard Injected

Mean weight percent - obtained from Tables 1 through 6.

11.2.2.4 Calculate the RRT value and the area for each PCB peak in the sample chromatogram. Compare the sample chromatogram to those obtained for each reference Aroclor standard. If it is

Table 1

Composition of Aroclor 1221 (8)

RRT[a]	Mean Weight Percent	Relative Std. Dev.[b]	Number of Chlorines[c]	
11	31.8	15.8	1	
14	19.3	9.1	1	
16	10.1	9.7	2	
19	2.8	9.7	2	
21	20.8	9.3	2	
28	5.4	13.9	2	85%
			3	15%
32	1.4	30.1	2	10%
			3	90%
37	1.7	48.8	3	
40				

[a]Retention time relative to p,p'-DDE=100. Measured from first appearance of solvent. Overlapping peaks that are quantitated as one peak are bracketed.

[b]Standard deviation of seventeen results as a percentage of the mean of the results.

[c]From GC-MS data. Peaks containing mixtures of isomers of different chlorine numbers are bracketed.

Table 2

Composition of Aroclor 1232 (8)

RRT[a]	Mean Weight Percent	Relative Std. Dev.[b]	Number of Chlorines[c]	
11	16.2	3.4	1	
14	9.9	2.5	1	
16	7.1	6.8	2	
20	17.8	2.4	2	
21				
28	9.6	3.4	2	40%
			3	60%
32	3.9	4.7	3	
37	6.8	2.5	3	
40	6.4	2.7	3	
47	4.2	4.1	4	
54	3.4	3.4	3	33%
			4	67%
58	2.6	3.7	4	
70	4.6	3.1	4	90%
			5	10%
78	1.7	7.5	4	
Total	94.2			

[a]Retention time relative to p,p'-DDE=100. Measured from first appearance of solvent. Overlapping peaks that are quantitated as one peak are bracketed.

[b]Standard deviation of four results as a mean of the results.

[c]From GC-MS data. Peaks containing mixtures of isomers of different chlorine numbers are bracketed.

Table 3

Composition of Aroclor 1242 (8)

RRT[a]	Mean Weight Percent	Relative Std. Dev.[b]	Number of Chlorines[c]	
11	1.1	35.7	1	
16	2.9	4.2	2	
21	11.3	3.0	2	
28	11.0	5.0	2	25%
			3	75%
32	6.1	4.7	3	
37	11.5	5.7	3	
40	11.1	6.2	3	
47	8.8	4.3	4	
54	6.8	2.9	3	33%
			4	67%
58	5.6	3.3	4	
70	10.3	2.8	4	90%
			5	10%
78	3.6	4.2	4	
84	2.7	9.7	5	
98	1.5	9.4	5	
104	2.3	16.4	5	
125	1.6	20.4	5	85%
			6	15%
146	1.0	19.9	5	75%
			6	25%

[a]Retention time relative to p,p'-DDE=100. Measured from first appearance of solvent.

[b]Standard deviation of six results as a percentage of the mean of the results.

[c]From GC-MS data. Peaks containing mixtures of isomers of different chlorine numbers are bracketed.

Table 4

Composition of Aroclor 1248 (8)

RRT[a]	Mean Weight Percent	Relative Std. Dev.[b]	Number of Chlorines[c]	
21	1.2	23.9	2	
28	5.2	3.3	3	
32	3.2	3.8	3	
47	8.3	3.6	3	
40	8.3	3.9	3	85%
			4	15%
47	15.6	1.1	4	
54	9.7	6.0	3	10%
			4	90%
58	9.3	5.8	4	
70	19.0	1.4	4	80%
			5	20%
78	6.6	2.7	4	
84	4.9	2.6	5	
98	3.2	3.2	5	
104	3.3	3.6	4	10%
			5	90%
112	1.2	6.6	5	
125	2.6	5.9	5	90%
			6	10%
146	1.5	10.0	5	85%
			6	15%
Total	103.1			

[a]Retention time relative to p,p'-DDE=100. Measured from first appearance of solvent.

[b]Standard deviation of six results as a percentage of the mean of the results.

[c]From GC-MS data. Peaks containing mixtures of isomers of different chlorine numbers are bracketed.

Table 5

Composition of Aroclor 1254 (8)

RRT[a]	Mean Weight Percent	Relative Std. Dev.[b]	Number of Chlorines[c]	
47	6.2	3.7	4	
54	2.9	2.6	4	
58	1.4	2.8	4	
70	13.2	2.7	4	25%
			5	75%
84	17.3	1.9	5	
98	7.5	5.3	5	
104	13.6	3.8	5	
125	15.0	2.4	5	70%
			6	80%
146	10.4	2.7	5	30%
			6	70%
160	1.3	8.4	6	
174	8.4	5.5	6	
203	1.8	18.6	6	
232	1.0	26.1	7	
Total	100.0			

[a]Retention time relative to p,p'-DDE=100. Measured from first appearance of solvent.

[b]Standard deviation of six results as a percentage of the mean of the results.

[c]From GC-MS data. Peaks containing mixtures of isomers are bracketed.

Table 6

Composition of Aroclor 1260 (8)

RRT[a]	Mean Weight Percent	Relative Std. Dev.[b]	Number of Chlorines[c]
70	2.7	6.3	5
84	4.7	1.6	5
98	3.8	3.5	[d]
104			5 60%
			6 40%
117	3.3	6.7	6
125	12.3	3.3	5 15%
			6 85%
146	14.1	3.6	6
160	4.9	2.2	6 50%
			7 50%
174	12.4	2.7	6
203	9.3	4.0	6 10%
			7 90%
232			[e]
244	9.8	3.4	6 10%
			7 90%
280	11.0	2.4	7
332	4.2	5.0	7
372	4.0	8.6	8
448	.6	25.3	8
528	1.5	10.2	8
Total	98.6		

[a]Retention time relative to p,p'-DDE=100. Measured from first appearance of solvent. Overlapping peaks that are quantitated as one peak are bracketed.

[b]Standard deviation of six results as a mean of the results.

[c]From GC-MS data. Peaks containing mixtures of isomers of different chlorine numbers are bracketed.

[d]Composition determined at the center of peak 104.

[e]Composition determined at the center of peak 232.

apparent that the PCB peaks present are due to only one Aroclor, then calculate the concentration of each PCB using the following formula:

ng PCB = ng/mm^2 x Area

Where Area = Area (mm^2) of sample peak

ng/mm^2 = Response factor for that peak measured.

Then add the nanograms of PCBs present in the injection to get the total number of nanograms of PCBs present. Use the following formula to calculate the concentration of PCBs in the sample:

Micrograms/Liter =

V_s = volume of water extracted (ml)

V_t = volume of extract (µl)

V_i = volume of sample injected (µl)

ng = sum of all the PCBs in nanograms for that Aroclor identified

N = 2 when microcolumn used

N = 1 when microcolumn not used

The value can then be reported as micrograms/liter PCBs or as the Aroclor. For samples containing more than one Aroclor, use Figure 9 chromatogram divisional flow chart to assign a proper response factor to each peak and also identify the "most likely" Aroclors

present. Calculate the ng of each PCB isomer present and sum them according to the divisional flow chart. Using the formula above, calculate the concentration of the various Aroclors present in the sample.

12. Reporting Results

12.1 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

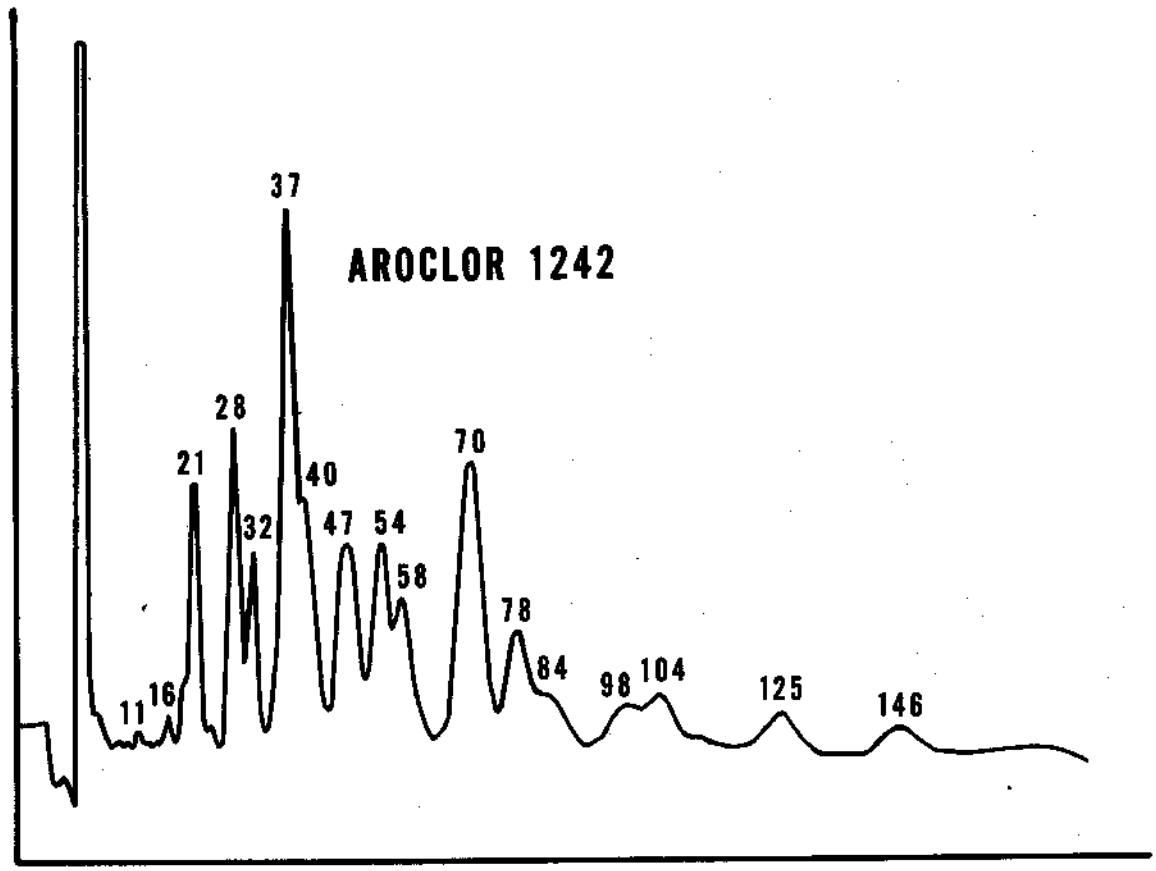


Figure 3. Column: 3% OV-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 170 C, Detector: Electron Capture

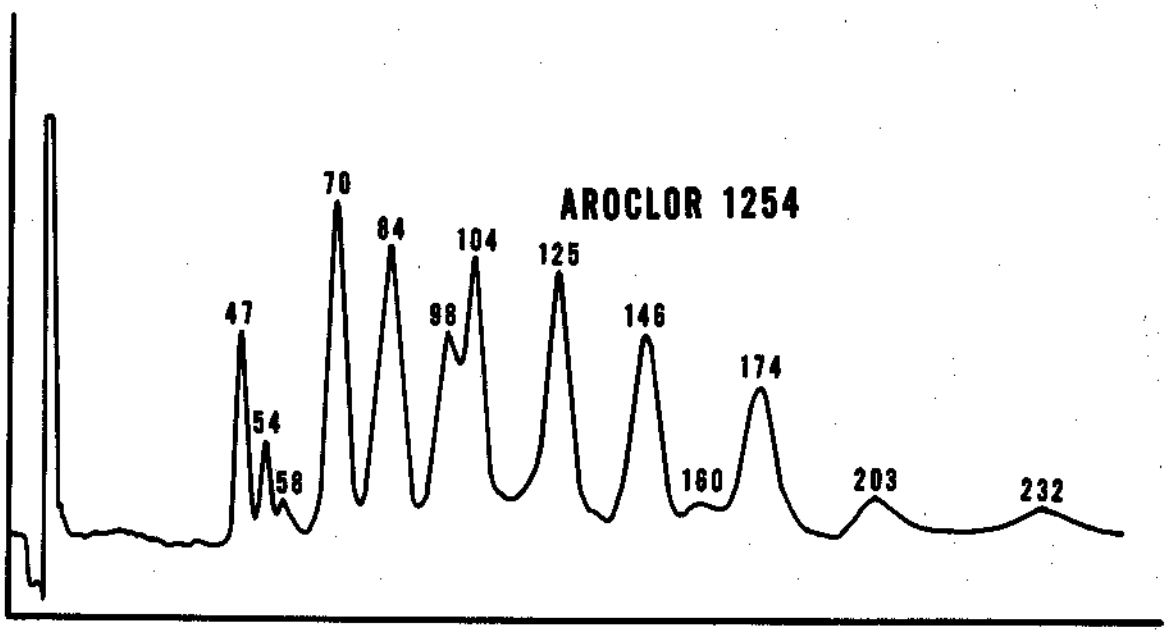


Figure 4. Column: 3% OV-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 170 C, Detector: Electron Capture.

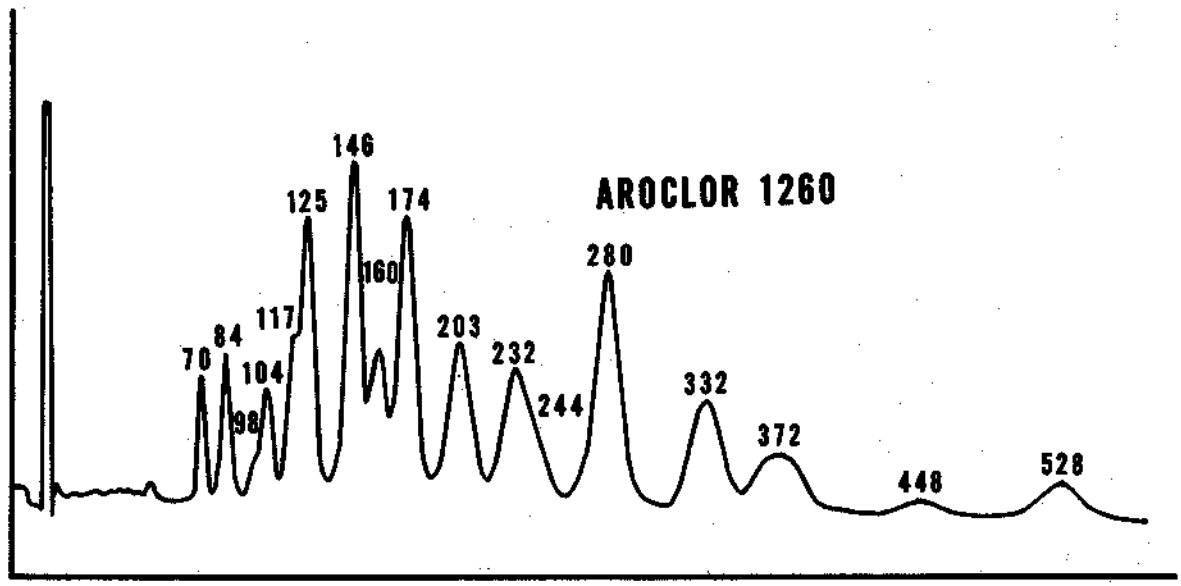


Figure 5. Column: 3% OV-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 170 C, Detector: Electron Capture.

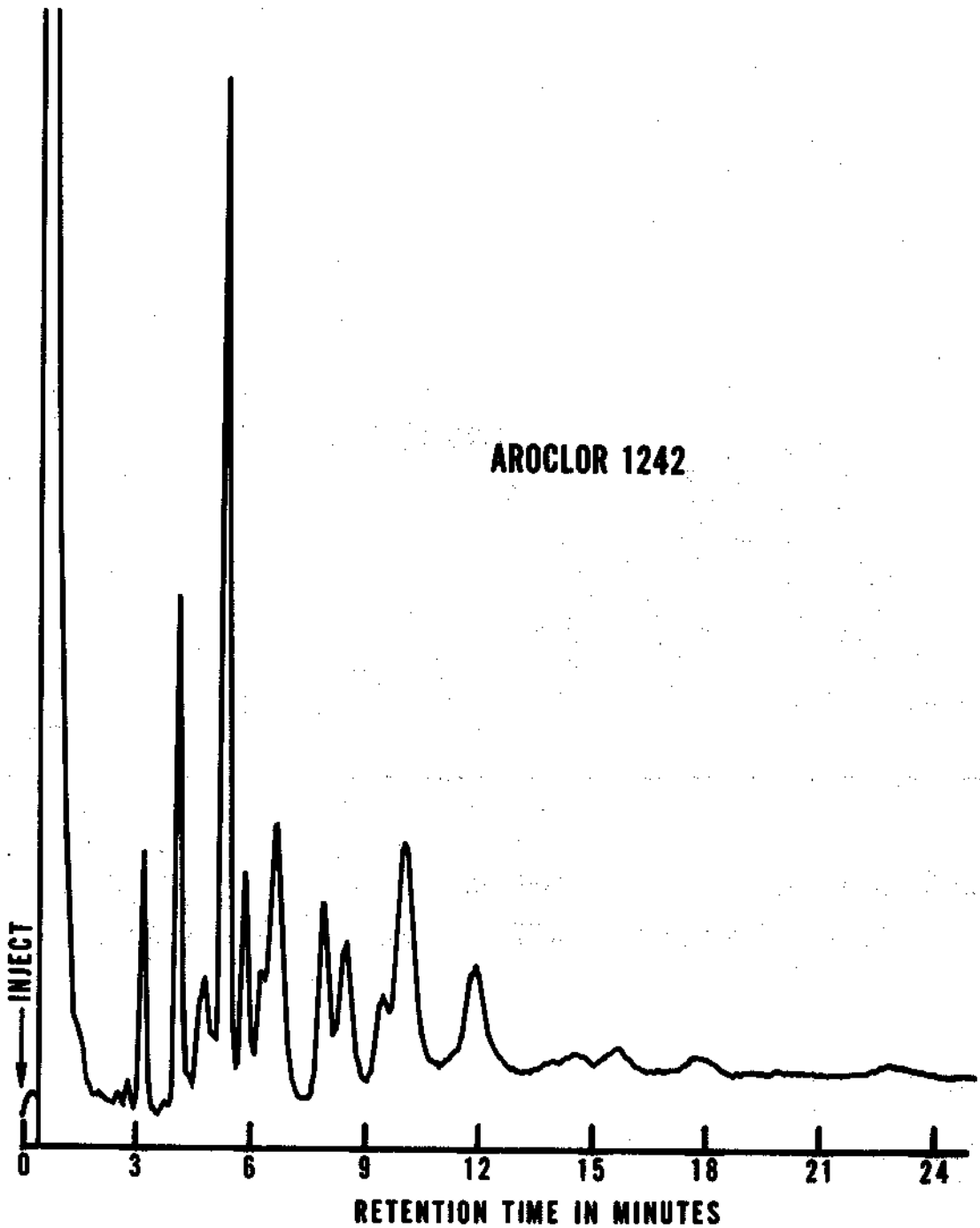


Figure 6. Column: 1.5% OV-17 + 1.95% QF-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 200 C, Detector: Electron Capture.

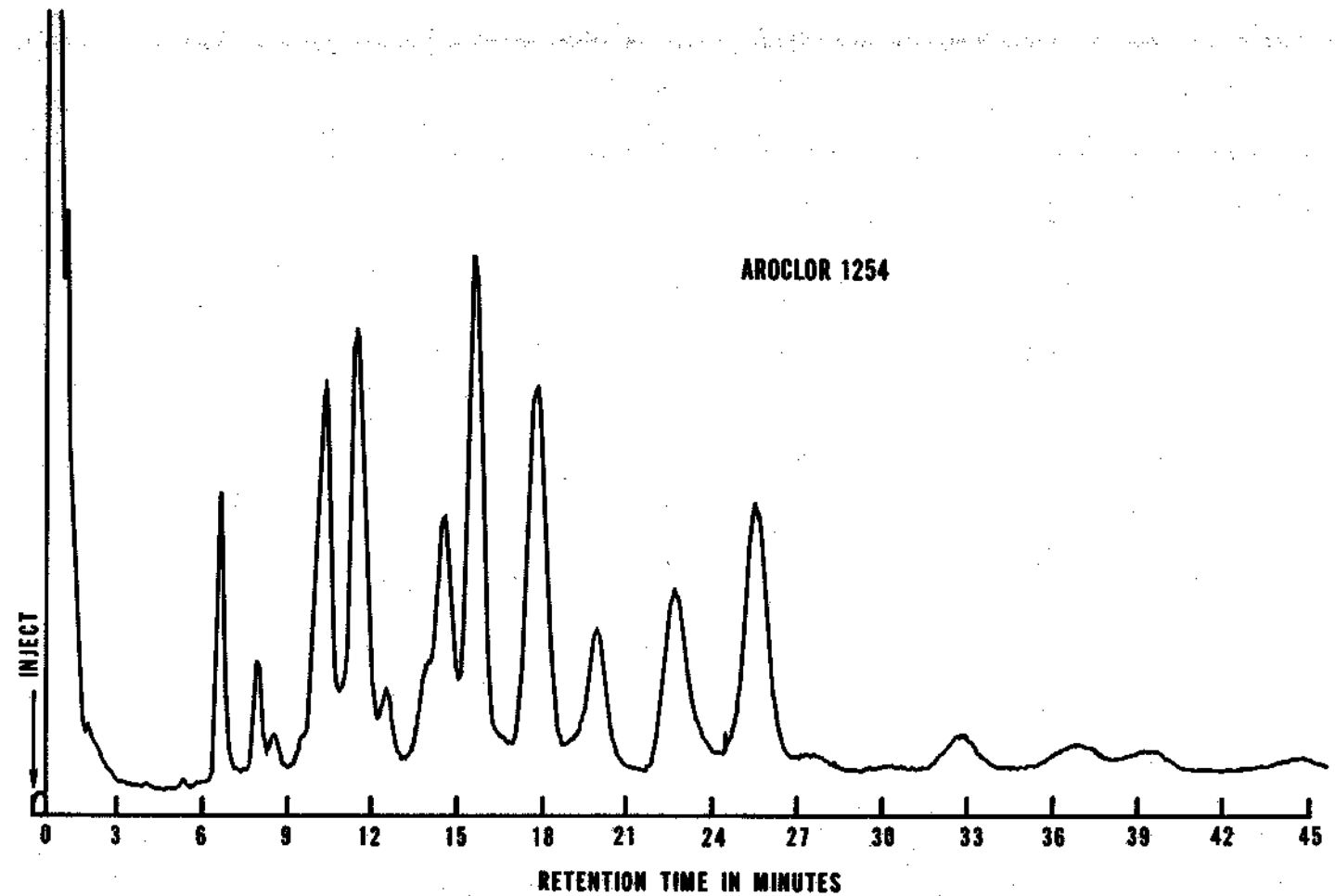


Figure 7. Column: 1.5% OV-17 + 1.95% QF-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 200 C, Detector: Electron Capture.

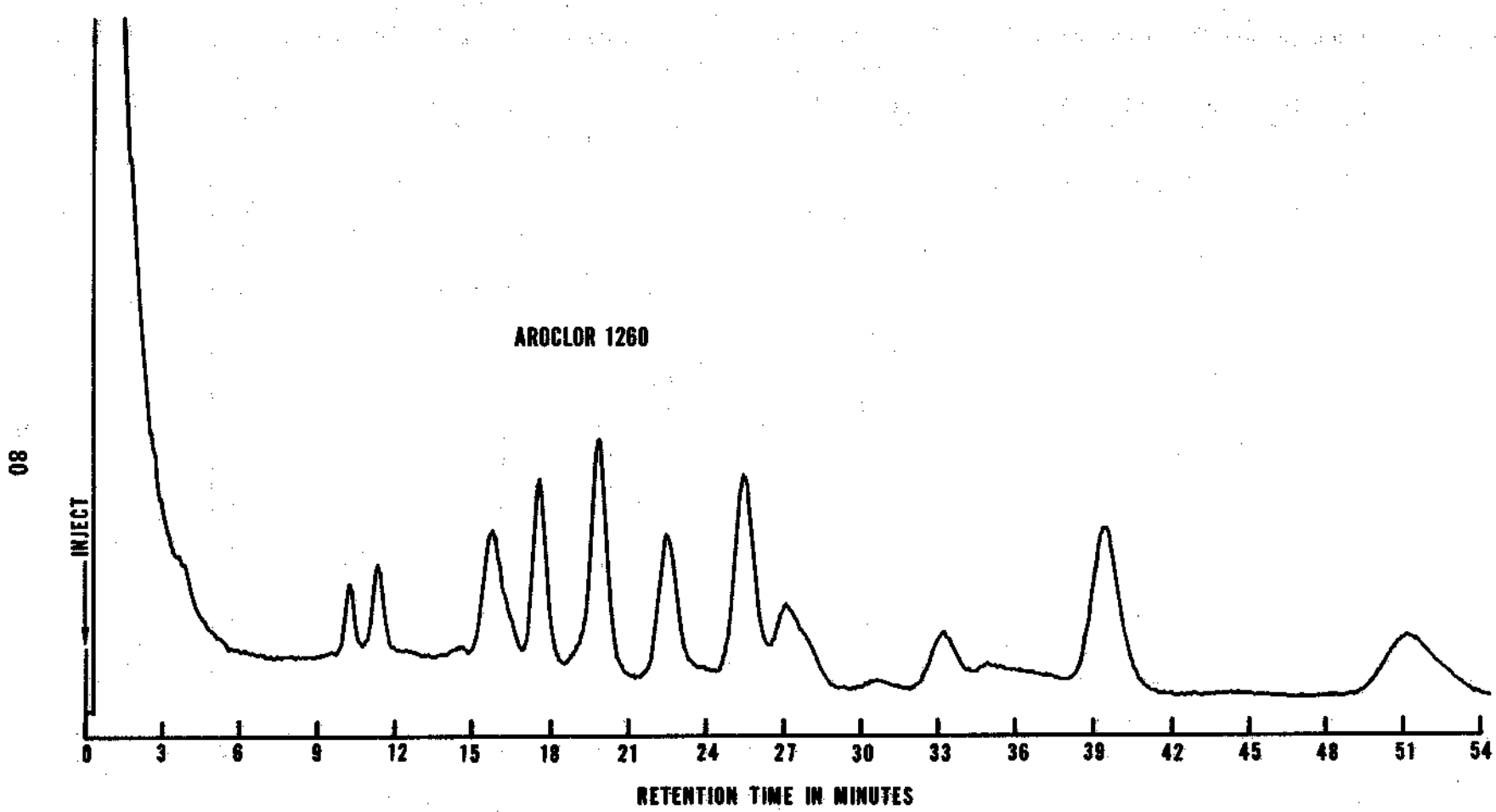


Figure 8. Column: 1.5% OV-17 + 1.95% QF-1, Carrier Gas: Nitrogen at 60 ml/min, Column Temperature: 200C, Detector: Electron Capture.

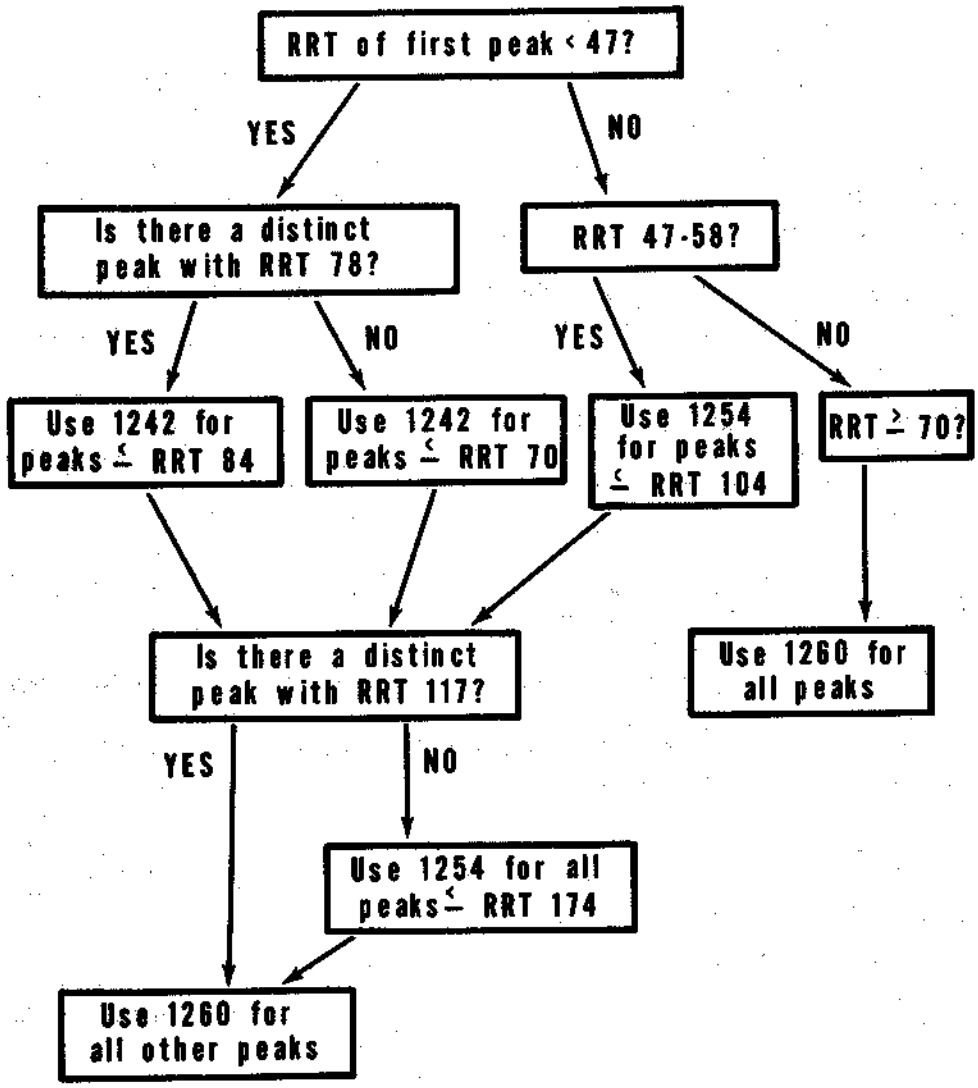


Figure 9. Chromatogram Division Flowchart (8).

REFERENCES:

1. "Method for Chlorinated Hydrocarbons in Water and Wastewater", this manual, p. 7.

2. Leoni, V., "The Separation of Fifty Pesticides and Related Compounds and Polychlorinated Biphenyls into Four Groups by Silica Gel Microcolumn Chromatography", Journal of Chromatography, 62, 63 (1971).

3. McClure, V. E., "Precisely Deactivated Adsorbents Applied to the Separation of Chlorinated Hydrocarbons", Journal of Chromatography, 70, 168 (1972).

4. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories", Chapter 6, Section 6.4, U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268, 1972.

5. "Pesticide Analytical Manual", U. S. Dept. of Health, Education and Welfare, Food and Drug Administration, Washington, D. C.

6. Bellar, T. A. and Lichtenberg, J. J., "Method for the Determination of Polychlorinated Biphenyls in Water and Sediment", U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268, 1973.

7. Goerlitz, D. F. and Law, L. M., "Note on Removal of Sulfur Interferences from Sediment Extracts for Pesticide Analysis", Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology, 6, 9 (1971).

8. Webb, R. G. and McCall, A. C., "Quantitative PCB Standards for Electron Capture Gas Chromatography", Journal of Chromatographic Science, 11, 366 (1973).

METHOD FOR TRIAZINE PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various symmetrical triazine pesticides in water and wastewaters.

1.2 The following pesticides may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
Ametryn	---
Altraton	---
Atrazine	39033
Prometon	39056
Prometryn	39057
Propazine	39024
Secbumeton	---
Simazine	39055
Terbuthylazine	---

2. Summary

2.1 The method describes an efficient sample extraction procedure and provides, through use of column chromatography, a method for the elimination of non-pesticide interferences and the pre-separation of pesticide mixtures. Identification is made by selective gas chromatographic separation, and measurement is accomplished by the use of an electroytic conductivity detector (CCD) in the nitrogen mode or a nitrogen specific thermionic detector. Results are reported in micrograms per liter.

2.2 This method is recommended for use only by experienced pesticide analysts or under the close supervision of such qualified persons.

3. Interferences

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required. Refer to Appendix I.

3.2 The interferences in industrial effluents are high and varied and often pose great difficulty in obtaining accurate and precise measurement of triazine pesticides. The use of a specific detector supported by an optional column cleanup procedure will eliminate many of these interferences.

3.3 Nitrogen containing compounds other than the triazines may interfere.

4. Apparatus and Materials

4.1 Gas Chromatograph - Equipped with glass lined injection port.

4.2 Detector Options

4.2.1 Electrolytic Conductivity.

4.2.2 Nitrogen specific thermionic

4.3 Recorder - Potentiometric strip chart (10 in.) compatible with the detector.

4.4 Gas Chromatographic Column Materials:

4.4.1 Tubing - Pyrex (180 cm long x 4 mm ID)

4.4.2 Glass Wool - Silanized

4.4.3 Solid Support - Gas Chrom Q (100-120 mesh)

4.4.4 Liquid Phases - Expressed as weight percent coated on solid support.

4.4.4.1 Carbowax 20M, 1%

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware

4.5.1 Snyder Column - three ball (macro) and two ball (micro)

4.5.2 Evaporative Flasks - 500 ml

4.5.3 Receiver Ampuls - 10 ml, graduated

4.5.4 Ampul Stoppers

4.6 Chromatographic Column - Chromaflex (400 mm x 19 mm ID) with coarse fritted plate and Teflon stopcock on bottom; 250 ml reservoir bulb at top of column with flared out funnel shape at top of bulb - a special order (Kontes K-420540-9011).

4.7 Chromatographic Column - Pyrex (approximately 400 mm long x 20 mm ID) with coarse fritted plate on bottom.

4.8 Micro Syringes - 10, 25, 50 and 100 µl.

4.9 Separatory funnels - 2000 ml with Teflon stopcock.

4.10 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.11 Graduated Cylinders - 1000 ml.

4.12 Florisil - PR Grade (60-100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each

batch overnight at 130°C in foil-covered glass container. Determine lauric acid value (See Appendix II).

5. Reagents, Solvents, and Standards

5.1 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.2 Sodium Sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (conditioned at 400 C for 4 hrs.).

5.3 Sulfuric Acid - (ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.4 Diethyl Ether - Pesticide Quality, redistilled in glass, if necessary

5.4.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant Test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.4.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.5 Hexane, Methanol, Methylene Chloride, Petroleum Ether (boiling range 30-60°C) - pesticide quality, redistill in glass if necessary.

5.6 Pesticide Standards - Reference grade.

6. Calibration

6.1 Gas chromatographic operating conditions are considered optimum when an injection of $\leq$ 20 ng of each triazine will yield a peak at least 50% of full scale deflection with the modified Coulson detector (1). For all quantitative

measurements, the detector must be operated within its linear response range and the detector noise level should be less than 2% of full scale.

6.2 Inject standards frequently as a check on the stability of operating conditions. A chromatogram of a mixture of several pesticides is shown in Figure 1 and provides reference operating conditions for the recommended column.

6.3 The elution order and retention ratios of various organophosphorus pesticides are provided in Table 1, as a guide.

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts (2) should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 Blend the sample if suspended matter is present and adjust pH to near neutral (pH 6.5-7.5) with 50% sulfuric acid or 10N sodium hydroxide.

8.2 Quantitatively transfer a 1000 ml aliquot into a two-liter separatory funnel.

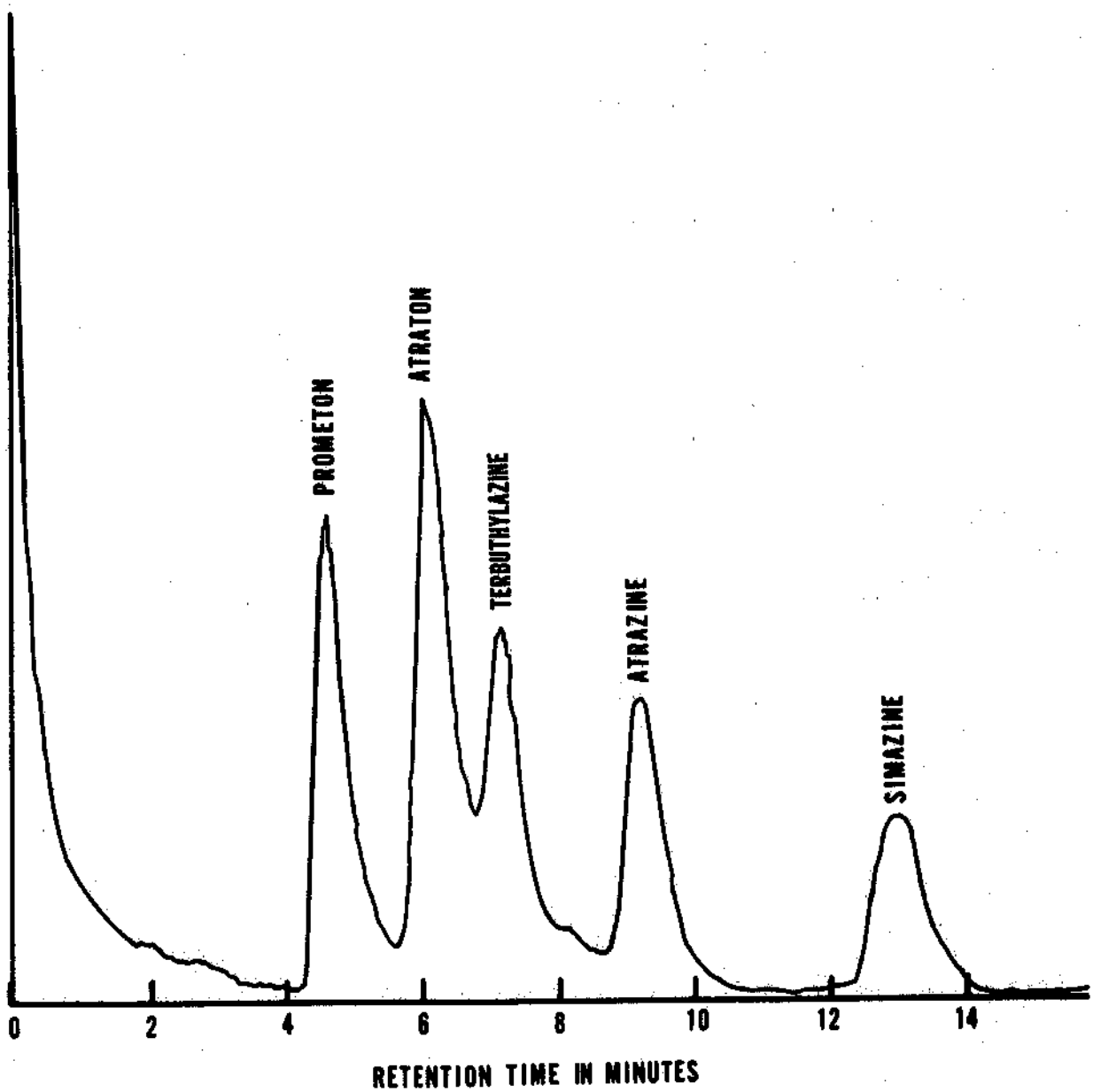


Figure 1. Column Packing: 1% Carbowax 20M on Gas-Chrom Q (100/120 mesh), Column Temperature : 155 C, Carrier Gas: Helium at 80 ml/min, Detector: Electrolytic Conductivity.

TABLE 1

RETENTION RATIOS OF VARIOUS TRIAZINE

PESTICIDES RELATIVE TO ATRAZINE

Pesticide	Retention Ratio
Prometon	0.52
Atraton	0.67
Propazine	0.71
Terbuthylazine	0.78
Secbumeton	0.88
Atrazine	1.00
Prometryne	1.10
Simazine	1.35
Ametryne	1.48

Absolute retention time of atrazine = 10.1 minutes

9. Extraction

9.1 Add 60 ml methylene chloride to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for two minutes.

9.2 Allow the solvent to separate from the sample, draw the organic layer into a 100-ml beaker, then pass the organic layer through a chromatographic column containing 3-4 inches anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml K-D flask equipped with a 10 ml ampul. Add a second 60-ml volume of solvent to the separatory funnel and complete the extraction procedure a second time. Perform a third extraction in the same manner.

9.3 Concentrate the extract to 10 ml in a K-D evaporator on a hot water bath. Disconnect the Snyder column just long enough to add 10 ml hexane to the K-D flask and then continue the concentration to about 5-6 ml. This operation is to displace methylene chloride and give a final hexane solution. If the need for cleanup is indicated, continue to Florisil Column Cleanup (10 below).

9.4 If further cleanup is not required, replace the Snyder column and flask with a micro-Snyder column and continue the concentration to 0.5-1.0 ml. Analyze this final concentrate by gas chromatography.

10. Florisil Column Adsorption Chromatography

10.1 Adjust the sample extract volume to 10 ml.

10.2 Place a charge of activated Florisil (weight determined by lauric acid value, see Appendix II) in a Chromaflex column. After settling the Florisil by tapping the column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50-60 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Adjust the elution rate to about 5 ml per minute and, separately, collect up to four eluates in 500-ml K-D flasks equipped with 10-ml ampuls. (See Eluate Composition, 10.4.) Perform the first elution with 200 ml of 6% ethyl ether in petroleum ether, and the second elution with 200 ml of 15% ethyl ether in petroleum ether. Perform the third elution with 200 ml of 50% ethyl ether - petroleum ether and the fourth elution with 200 ml of 100% ethyl ether.

10.4 Eluate Composition - By using an equivalent quantity of any batch of Florisil as determined by its lauric acid value, the pesticides will be separated into the eluates indicated as follows:

15% Eluate	50% Eluate	100% Eluate
Propazine (90%)	Propazine (10%)	Atraton
Terbuthylazine (30%)	Terbuthylazine(70%)	Secbumeton
Atrazine (20%)	Atrazine (80%)	Prometon
	Ametryne	
	Prometryne	
	Simazine	

10.5 Concentrate the eluates to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath. Change to the micro-Snyder column and continue concentration to 0.5-1.0 ml.

10.6 Analyze by gas chromatography.

11. Calculation of Results

11.1 Determine the pesticide concentration by using the absolute calibration procedure described below or the relative calibration procedure described in Appendix III.

(1) $$\text{Micrograms/liter} = \frac{(A)\ (B)\ (V_t)}{(V_i)\ (V_s)}$$

$A = \frac{\text{ng standard}}{\text{Standard area}}$

B = Sample aliquot area

V_i = Volume of extract injected (μl)

V_t = Volume of total extract (μl)

V_s = Volume of water extracted (ml)

12. Reporting Results

12.1 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed all data obtained should be reported.

REFERENCES:

1. Patchett, G. G., "Evaluation of the Electrolytic Conductivity Detector for Residue Analyses of Nitrogen-Containing Pesticides", Journal of Chromatographic Science, 8, 155 (1970).

2. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories", Chapter 6, Section 6.4, U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268, 1972. (Revised edition to be available soon.)

METHOD FOR O-ARYL CARBAMATE PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various O-aryl carbamate pesticides in water and wastewater.

1.2 The following pesticides may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
Aminocarb	---
Carbaryl	39750
Methiocarb	---
Mexacarbate	---
Propoxur	---

2. Summary

2.1 A measured volume of water is extracted with methylene chloride. The concentrated extract is cleaned up with a Florisil column. Appropriate fractions from the column are concentrated and portions are separated by thin-layer chromatography. The carbamates are hydrolyzed on the layer and the hydrolysis products are reacted with 2,6-dibromoquinone chlorimide to yield specific colored products. Quantitative measurement is achieved by visually comparing the responses of sample extracts to the responses of standards on the same thin-layer. Identifications are confirmed by changing the pH of the layer and observing color changes of the reaction products. Results are reported in micrograms per liter.

2.2 This method is recommended for use only by experienced pesticide analysts or under the close supervision of such qualified persons.

3. Interferences

3.1 Direct interferences may be encountered from phenols that may be present in the sample. These materials react with the chromogenic reagent and yield reaction products similar to those of the carbamates. In cases where phenols are suspected of interfering with a determination, a different solvent system should be used to attempt to isolate the carbamates.

3.2 Indirect interferences may be encountered from naturally colored materials whose presence masks the chromogenic reaction.

4. Apparatus and Materials

4.1 Thin-layer plates - Glass plates (200 x 200 mm) coated with 0.25 mm layer of Silica Gel G (gypsum binder).

4.2 Spotting Template

4.3 Developing Chamber

4.4 Sprayer - 20 ml capacity

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware (Kontes)

4.5.1 Snyder Column - three ball (K-503000)

4.5.2 Micro-Snyder Column - two ball (K-569001)

4.5.3 Evaporative Flasks - 500 ml (K-570001)

4.5.4 Receiver Ampuls - 10 ml graduated (K-570050)

4.5.5 Ampul Stoppers

4.6 Chromatographic Column - Chromaflex (400 mm long x 19 mm ID) with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock; 250 ml reservoir bulb at top of column with flared out funnel shape at top of bulb - a special order (Kontes K-420540-9011).

4.7 Chromatographic Column - Pyrex (approximately 400 mm long x 20 mm ID) with coarse fritted plate on bottom.

4.8 Micro Syringes - 10, 25, 50 and 100 μl.

4.9 Separatory Funnel - 2000 ml, with Teflon stopcock.

4.10 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.11 Florisil - PR Grade (60-80 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use activate each batch overnight at 130°C in foil-covered glass container. Determine lauric acid value (see Appendix II).

5. Reagents, Solvents, and Standards

5.1 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.2 Sodium Sulfate - (ACS) Granular, anhydrous.

5.3 Sulfuric Acid - (ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.4 Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.4.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.4.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.5 Hexane, Methanol, Methylene Chloride, Petroleum Ether - nanograde, redistill in glass if necessary.

5.6 Pesticide Standards - Reference grade.

5.8.1 TLC Standards - 0.100 µg/ul in chloroform.

5.7 Chromogenic agent - Dissolve 0.2 g 2,6-dibromoquinone chlorimide in 20 ml chloroform.

5.8 Buffer solution - 0.1 N sodium borate in water.

6. Calibration

6.1 To insure even solvent travel up the layer, the tank used for layer development must be thoroughly saturated with developing solvent before it is used. This may be achieved by lining the inner walls of the tank with chromatography paper and introducing the solvent 1-2 hours before use.

6.2 Samples and standards should be introduced to the layer using a syringe, micropipet or other suitable device that permits all the spots to be about the same size and as small as possible. An air stream directed on the layer during spotting will speed solvent evaporation and help to maintain small spots.

6.3 For qualitative and quantitative work, spot a series representing 0.1-1.0 µg of a pesticide. Tables 1 and 2 present color responses and R_f values for several solvent systems.

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control

Table 1

R_f Values of O-Aryl Carbamate Pesticides in Several Solvent Systems

	A	B	C	D	E	F
Carbaryl	0.26	0.22	0.48	0.41	0.58	0.24
Aminocarb	0.26	0.02	0.46	0.52	0.54	0.04
Mexacarbate	0.34	0.22	0.54	0.53	0.60	0.24
Methiocarb	0.31	0.31	0.55	0.55	0.59	0.28
Propoxur	0.27	0.10	0.53	0.59	0.60	0.13

Solvent Systems:

A. Hexane/acetone (3:1)
B. Methylene chloride
C. Benzene/acetone (4:1)
D. Benzene/cyclohexane/diethylamine (5:2:2)
E. Ethyl acetate
F. Chloroform

Table 2

Color Responses and Detection Limit for O-Aryl Carbamates

	Colors:		Detection Limit (ug)
	Before Buffer	After Buffer	
Carbaryl	Brown	Red-Purple	0.1
Aminocarb	Gray	Green	0.1
Mexacarbate	Gray	Green	0.1
Methiocarb	Brown	Tan	0.2
Propoxur	Blue	Blue	0.1

check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 Blend the sample if suspended matter is present and adjust pH to near neutral (pH 6.5-7.5) with 50% sulfuric acid or 10 N sodium hydroxide.

8.2 Quantitatively transfer a one-liter aliquot into a two-liter separatory funnel.

9. Extraction

9.1 Add 60 ml of methylene chloride to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for two minutes.

9.2 Allow the solvent to separate from the sample, draw the organic layer into a 100-ml beaker, then pass the organic layer through a chromatographic column containing 3-4 inches anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml K-D flask equipped with a 10-ml ampul. Add a second 60-ml volume of solvent to the separatory funnel and complete the extraction procedure a second time. Perform a third extraction in the same manner.

9.3 Concentrate the extract to 10 ml in a K-D evaporator on a hot water bath. Disconnect the Snyder column just long enough to add 10 ml of hexane to the K-D flask and then continue the concentration to about 5-6 ml. If the need for cleanup is indicated, continue to Florisil Column Cleanup (10 below).

9.4 If further cleanup is not required, replace the Snyder column and flask with a micro-Snyder column and continue the concentration to 0.5-1.0 ml. Analyze this final concentrate by thin-layer chromatography (Section 11).

10. Florisil Column Cleanup

10.1 Adjust the sample extract to 10 ml with hexane.

10.2 Place a charge of activated Florisil (weight determined by lauric-acid value, see Appendix II) in a Chromaflex column. After settling the Florisil by tapping the column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50-60 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Adjust the elution rate to about 5 ml per minute and, separately collect the four eluates in 500-ml K-D flasks equipped with 10-ml ampuls. Perform the first elution with 200 ml of 6% ethyl ether in petroleum ether, and the second elution with 200 ml of 15% ethyl ether in petroleum ether. Perform the third elution with 200 ml of 50% ethyl ether - petroleum ether and the fourth elution with 200 ml of 100% ethyl ether.

10.3.1 Eluate Composition - By using an equivalent quantity of any batch of Florisil as determined by its lauric acid value, the pesticides will be separated into the eluates indicated as follows:

50% Eluate	100% Eluate
Carbaryl (70%)	Carbaryl (30%)
Mexacarbate	Aminocarb
	Propoxur

10.4 Concentrate the eluates to 6 - 10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath. Change to the micro-Snyder column and continue concentration to 0.5-1.0 ml.

10.5 Analyze according to 11. below.

11. Separation and Detection

11.1 Carefully spot 10% of the extract on a thin layer. On the same plate spot several pesticides or mixtures for screening purposes, or a series of 1, 2, 4, 6, 8 and 10 µl of specific standards for quantitative analysis.

11.2 Develop the layers 10 cm in a tank saturated with solvent vapors. Remove the plate and allow it to dry.

11.3 Spray the layer rapidly and evenly with about 10-15 ml chromogenic reagent. Heat the layer in an oven at 110°C for 15 minutes. The pesticides will appear with colors as indicated in Table 2. Make quantitative estimates by visually comparing the intensity and size of the spots with those of the series of standards.

11.4 Spray the layer with sodium borate reagent and observe the color shift of the reaction products. The color shift must be the same for sample and standard for identification to be confirmed.

12. Calculation of Results

12.1 Determine the concentration of pesticide in a sample by comparing the response in a sample to that of a quantity of standard treated on the same layer. Divide the result, in micrograms, by the fraction of extract spotted to convert to micrograms per liter.

13. Reporting Results

13.1 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed all data obtained should be reported.

METHOD FOR N-ARYL CARBAMATE AND UREA PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various N-aryl carbamate and urea pesticides in water and wastewater.

1.2 The following pesticides may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
Barban	---
Chlorpropham	---
Diuron	39650
Fenuron	---
Fenuron-TCA	---
Linuron	---
Monuron	---
Monuron-TCA	---
Neburon	---
Propham	39052
Siduron	---
Swep	---

2. Summary

2.1 A measured volume of water is extracted with methylene chloride and the concentrated extract is cleaned up with a Florisil column. Appropriate fractions from the column are concentrated and portions are separated by thin-layer chromatography. The pesticides are hydrolyzed to primary amines, which in turn are chemically converted to diazonium salts. The layer is sprayed with 1-naphthol and the products appear as colored spots. Quantitative measurement is achieved by visually comparing the

responses of sample extracts to the responses of standards on the same thin layer. Results are reported in micrograms per liter.

2.2 This method is recommended for use only by experienced pesticide analysts or under the close supervision of such qualified persons.

3. Interferences

3.1 Direct interferences may be encountered from aromatic amines that may be present in the sample. These materials react with the chromogenic reagent and yield reaction products similar to those of the pesticides. In cases where amines are suspected of interfering with a determination, a different solvent system should be used to attempt to isolate the pesticides on the layer.

3.2 Indirect interferences may be encountered from naturally colored materials whose presence masks the chromogenic reaction.

4. Apparatus and Materials

4.1 Thin-layer plates - Glass plates (200 x 200 mm) coated with 0.25 mm layer of Silica Gel G (gypsum binder).

4.2 Spotting Template

4.3 Developing Chamber

4.4 Sprayer - 20 ml capacity

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware (Kontes)

4.5.1 Snyder Column - three ball (K-503000)

4.5.2 Micro-Snyder Column - two ball (K-569001)

4.5.3 Evaporative Flasks - 500 ml (K-570001)

4.5.4 Receiver Ampuls - 10 ml graduated (K-570050)

4.5.5 Ampul Stoppers

4.6 Chromatographic Column - Chromaflex (400 mm long x 19 mm ID) with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock; 250 ml reservoir bulb at top of column with flared out funnel shape at top of bulb - a special order (Kontes K-420540-9011).

4.7 Chromatographic Column - Pyrex (approximately 400 mm long x 20 mm ID) with coarse fritted plate on bottom.

4.8 Micro Syringes - 10, 25, 50 and 100 μl.

4.9 Separatory Funnel - 2000 ml, with Teflon stopcock.

4.10 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.11 Florisil - PR Grade (60-80 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use activate each batch overnight at 130°C in foil-covered glass container. Determine lauric acid value (see Appendix II).

5. Reagents, Solvents, and Standards

5.1 Sodium Chloride - (ACS) Saturated solution in distilled water (pre-rinse NaCl with hexane).

5.2 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.3 Sodium Sulfate - (ACS) Granular, anhydrous (conditioned at 400°C for 4 hrs.).

5.4 Sulfuric Acid - (ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.5 Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.5.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.5.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.6 Hexane, Methanol, Methylene Chloride, Petroleum Ether - nanograde, redistill in glass if necessary.

5.7 Pesticide Standards - Reference grade.

5.9.1 TLC Standards - 0.100 µg/µl in chloroform.

5.8 Nitrous acid - prepare just before use by mixing 1 g $NaNO_2$ with 20 ml 0.2 N HCl.

5.9 Chromogenic agent - dissolve 1.0 g 1-Naphthol in 20 ml ethanol. Prepare fresh daily.

6. Calibration

6.1 To insure even solvent travel up the layer, the tank used for layer development must be thoroughly saturated with developing solvent before it is used. This may be achieved by lining the inner walls of the tank with chromatography paper and introducing the solvent 1-2 hours before use.

6.2 Samples and standards should be introduced to the layer using a syringe, micropipet or other suitable device that permits all the spots to be about the same size and as small as possible. An air stream directed on the layer during spotting will speed solvent evaporation and help to maintain small spots.

6.3 For qualitative and quantitative work, spot a series representing 0.1-1.0 µg of a pesticide. Tables 1 and 2 present color responses and R_f values for several solvent systems.

TABLE 1

R_f VALUES OF N-ARYL CARBAMATE AND UREA PESTICIDES
IN SEVERAL SOLVENT SYSTEMS

Carbamates	A	B	C	D	E	F	G
Propham	0.49	0.54	0.73	0.48	0.36	0.68	0.69
Chloropropham	0.57	0.60	0.73	0.49	0.37	0.70	0.73
Barban	0.61	0.59	0.72	0.41	0.28	0.70	0.74
Swep	0.48	0.44	0.70	0.41	0.28	0.67	0.66
Urea							
Fenuron	0.03	0.04	0.38	0.22	0.10	0.41	0.30
Fenuron-TCA	0.03	0.04	0.36	0.22	0.10	0.41	0.30
Monuron	0.04	0.05	0.37	0.24	0.10	0.47	0.34
Monuron-TCA	0.04	0.06	0.34	0.24	0.10	0.46	0.34
Diuron	0.05	0.09	0.38	0.28	0.13	0.54	0.44
Linuron	0.40	0.43	0.62	0.39	0.24	0.66	0.64
Neburon	0.21	0.28	0.64	0.41	0.26	0.68	0.65
Siduron	0.02	0.07	0.68	0.39	0.25	0.62	0.55

Solvent Systems:

A. Methylene chloride
B. Chloroform
C. Ethyl Acetate
D. Hexane/acetone (2:1)
E. Hexane/acetone (4:1)
F. Chloroform/acetonitrile (2:1)
G. Chloroform/acetonitrile (5:1)

TABLE 2

COLOR RESPONSES AND DETECTION LIMIT FOR THE N-ARYL CARBAMATES AND UREAS

Carbamates	Color	Detection Limit (ug)
Propham	Red-purple	0.2
Chlorpropham	Purple	0.1
Barban	Purple	0.05
Swep	Blue-purple	0.2
Ureas		
Fenuron	Red-purple	0.05
Fenuron-TCA	Red-purple	0.1
Monuron	Pink-orange	0.05
Monuron-TCA	Pink-orange	0.1
Diuron	Blue-purple	0.1
Linuron	Blue-purple	0.1
Neburon	Blue-purple	0.1
Siduron	Red-purple	0.05

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts (1) should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 Blend the sample if suspended matter is present and adjust pH to near neutral (pH 6.5-7.5) with 50% sulfuric acid or 10 N sodium hydroxide.

8.2 Quantitatively transfer a one-liter aliquot into a two-liter separatory funnel.

9. Extraction

9.1 Add 60 ml of methylene chloride to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for two minutes.

9.2 Allow the solvent to separate from the sample, draw the organic layer into a 100-ml beaker, then pass the organic layer through a chromatographic column containing 3-4 inches anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml K-D flask equipped with a 10-ml ampul. Add a second 60-ml volume of solvent to the separatory funnel and complete the extraction procedure a second time. Perform a third extraction in the same manner.

9.3 Concentrate the extract to 10 ml in a K-D evaporator on a hot water bath. Disconnect the Snyder column just long enough to add 10-ml hexane to the K-D flask and then continue the concentration to about 5-6 ml. If the need for cleanup is indicated, continue to Florisil Column Cleanup (10 below).

9.4 If further cleanup is not required, replace the Snyder column and flask with a micro-Snyder column and continue the concentration to 0.5-1.0 ml. Analyze this final concentrate by thin-layer chromatography (Section 11).

10. Florisil Column Cleanup

10.1 Adjust the sample extract to 10 ml with hexane.

10.2 Place a charge of activated Florisil (weight determined by lauric acid value, see Appendix II) in a Chromaflex column. After settling the Florisil by tapping the column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50-60 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Adjust the elution rate to about 5 ml per minute and, separately, collect up to four eluates in 500-ml K-D flasks equipped with 10-ml ampuls. (See Eluate Composition, 10.3.1.) Perform the first elution with 200 ml of 6% ethyl ether in petroleum ether, and the second elution with 200 ml of 15% ethyl ether in petroleum ether. Perform the third elution with 200 ml

of 50% ethyl ether - petroleum ether and the fourth elution with 200 ml of 100% ethyl ether.

10.3.1 Eluate Composition - By using an equivalent quantity of any batch of Florisil as determined by its lauric acid value, the pesticides will be separated into the eluates indicated below:

15% Eluate	50% Eluate	100% Eluate
Chlorpropham	Barban (5%)	Neburon (92%)
Propham	Linuron	Diuron
Barban (95%)	Neburon (8%)	Monuron
		Siduron

CAUTION: Fenuron and Fenuron-TCA are not recovered from the Florisil column.

10.4 Concentrate the eluates to 6-10 ml in the K-D evaporator in a hot water bath. Change to the micro-Snyder column and continue concentration to 0.5-1.0 ml.

10.5 Analyze according to 11. below.

11. Separation and Detection

11.1 Carefully spot 10% of the extract on a thin layer. On the same plate spot several pesticides or mixtures for screening purposes, or a series of 1, 2, 4, 6, 8 and 10 µl of specific standards for quantitative analysis.

11.2 Develop the layers 10 cm in a tank saturated with solvent vapors. Remove the plate and allow it to dry.

11.3 Spray the layer rapidly and evenly with about 10-15 ml sulfuric acid solution. Heat the layer in an oven at 110°C for 15 minutes.

11.4 When the layer is cool, spray it with nitrous acid reagent and allow it to dry. Spray the layer with 1-naphthol reagent and allow it to dry again. The pesticides will appear as purple spots (see Table 2). Identifications are made by comparison of colors and R_f values. Quantitative estimates are made by visually comparing the intensity and size of the spots with those of the series of standard.

12. Calculation of Results

12.1 Determine the concentration of pesticide in a sample by comparing the response in a sample to that of a quantity of standard treated on the same layer. Divide the result, in micrograms, by the fraction of extract spotted to convert to micrograms per liter.

13. Reporting Results

13.1 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed all data obtained should be reported.

REFERENCES:

1. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories", Chapter 6, Section 6.4, U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268, 1972.

METHOD FOR CHLOROPHENOXY ACID PESTICIDES IN WATER AND WASTEWATERS

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various chlorinated phenoxy acid pesticides in water and wastewater.

1.2 The following pesticides may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
2,4-D	---
Dicamba	---
Silvex	39760
2,4,5-T	---

1.3 Since these compounds may occur in water in various forms (i.e., acid, salt, ester, etc.) a hydrolysis step is included to permit the determination of the active part of the herbicide.

2. Summary

2.1 Chlorinated phenoxy acids and their esters are extracted from the acidified water sample with ethyl ether. The esters are hydrolyzed to acids and extraneous organic material is removed by a solvent wash. The acids are converted to methyl esters which are extracted from the aqueous phase. The extract is cleaned by passing it through a micro-adsorption column. Identification of the esters is made by selective gas chromatographic separations and may be corroborated through the use of two or more unlike columns. Detection and measurement is accomplished by electron capture, microcoulometric or

electrolytic conductivity gas chromatography (1). Results are reported in micrograms per liter.

2.2 This method is recommended for use only by experienced pesticide analysts or under the close supervision of such qualified persons.

3. Interferences

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interference under the conditions of the analysis. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required. Refer to Appendix I.

3.2 The interferences in industrial effluents are high and varied and often pose great difficulty in obtaining accurate and precise measurement of chlorinated phenoxy acid herbicides. Sample clean-up procedures are generally required and may result in loss of certain of these herbicides. It is not possible to describe procedures for overcoming all of the interferences that may be encountered in industrial effluents.

3.3 Organic acids, especially chlorinated acids, cause the most direct interference with the determination. Phenols including chlorophenols will also interfere with this procedure.

3.4 Alkaline hydrolysis and subsequent extraction eliminates many of the predominant chlorinated insecticides which might otherwise interfere with the test.

3.5 The herbicides, being strong organic acids, react readily with alkaline substances and may be lost during analysis. Glassware and glass wool should be acid-rinsed and sodium sulfate should be acidified with sulfuric acid to avoid this possibility.

4. Apparatus and Materials

4.1 Gas Chromatograph - Equipped with glass lined injection port.

4.2 Detector Options:

4.2.1 Electron Capture - Radioactive (tritium or nickel-63)

4.2.2 Microcoulometric Titration

4.2.3 Electrolytic Conductivity

4.3 Recorder - Potentiometric strip chart (10 in.) compatible with the detector.

4.4 Gas Chromatographic Column Materials:

4.4.1 Tubing - Pyrex (180 cm long X 4 mm ID)

4.4.2 Glass Wool - Silanized

4.4.3 Solid Support - Gas-Chrom-Q (100-120 mesh)

4.4.4 Liquid Phases - Expressed as weight percent coated on solid support.

4.4.4.1 OV-210, 5%

4.4.4 2 OV-17, 1.5% plus QF-1 or OV-210, 1.95%

4.5 Kuderna-Danish (K-D) Glassware

4.5.1 Snyder Column - three ball (macro) and two ball (micro)

4.5.2 Evaporative Flasks - 250 ml

4.5.3 Receiver Ampuls - 10 ml, graduated

4.5.4 Ampul Stoppers

4.6 Blender - High speed, glass or stainless steel cup.

4.7 Graduated cylinders - 100 and 250 ml.

4.8 Erlenmeyer flasks - 125 ml, 250 ml ground glass ⧲ 24/40

4.9 Microsyringes - 10, 25, 50 and 100 l.

4.10 Pipets - Pasteur, glass disposable (140 mm long X 5 mm ID)..

4.11 Separatory Funnels - 60 ml and 2000 ml with Teflon stopcock.

4.12 Glass wool - Filtering grade, acid washed.

4.13 Diazald Kit - Recommended for the generation of diazomethane (available from Aldrich Chemical Co., Cat. #210,025-2).

5. Reagents, Solvents and Standards

5.1 Boron Trifluoride-Methanol-esterification-reagent, 14 percent boron trifluoride by weight.

5.2 N-methyl-N-nitroso-p-toluenesulfonamide (Diazald) - High purity, melting point range 60-62°C. Precursor for the generation of diazomethane (see Appendix IV).

5.3 Potassium Hydroxide Solution - A 37 percent aqueous solution prepared from reagent grade potassium hydroxide pellets and reagent water.

5.4 Sodium Chloride - (ACS) Saturated solution (pre-rinse NaCl with hexane) in distilled water.

5.5 Sodium Hydroxide - (ACS) 10 N in distilled water.

5.6 Sodium Sulfate, Acidified - (ACS) granular sodium sulfate, treated as follows: Add 0.1 ml of conc. sulfuric acid to 100g of sodium sulfate slurried with enough ethyl ether to just cover the solid. Remove the ether with the vacuum. Mix 1 g of the resulting solid with 5 ml of reagent water and ensure the mixture to have a pH below 4. Store at 130°C.

5.7 Sulfuric acid - (ACS) concentrated, Sp. Gr. 1.84.

5.8 Florisil - PR grade (60-100 mesh) purchased activated at 1250°F and stored at 130°C.

5.9 Carbitol (diethylene glycol monoethyl ether).

5.10 Diethyl Ether - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.10.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.10.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips.

5.11 Benzene Hexane - Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.12 Pesticide Standards - Acids and Methyl Esters, reference grade.

5.12.1 Stock standard solutions - Dissolve 100 mg of each herbicide in 60 ml ethyl ether; then make to 100 ml with redistilled hexane. Solution contains 1 mg/ml.

5.12.2 Working standard - Pipet 1.0 ml of each stock solution into a single 100 ml volumetric flask. Make to volume with a mixture of ethyl ether and hexane (1:1). Solution contains 10 µg/ml of each standard.

5.12.3 Standard for Chromatography (Diazomethane Procedure) - Pipet 1.0 ml of the working standard into a glass stoppered test tube and evaporate the solvent using a steam bath. Add 2 ml diazomethane to the residue. Let stand 10 minutes with occasional shaking, then allow the solvent to evaporate spontaneously. Dissolve the residue in 200 µl of hexane for gas chromatography.

5.12.4 Standard for Chromatgraphy (Boron Trifluoride Procedure) - Pipet 1.0 ml of the working standard into a glass stoppered test tube. Add 0.5 ml of benzene and evaporate to 0.4 ml using a two-ball Snyder microcolumn and a steam bath. Proceed as in 11.3.1. Esters are then ready for gas chromatography.

6. Calibration

6.1 Gas chromatographic operating conditions are considered acceptable if the response to dicapthon is at least 50% of full scale when ≤ 0.06 ng is injected for electron capture detection and ≤ 100 ng is injected for microcoulometric or electrolytic conductivity detection. For all quantitative measurements, the detector must be operated within its linear response range and the detector noise level should be less than 2% of full scale.

6.2 Standards, prepared from methyl esters of phenoxy acid herbicides calculated as the acid equivalent, are injected frequently as a check on the stability of operating conditions. Gas chromatograms of several chlorophenoxys are shown in Figure 1.

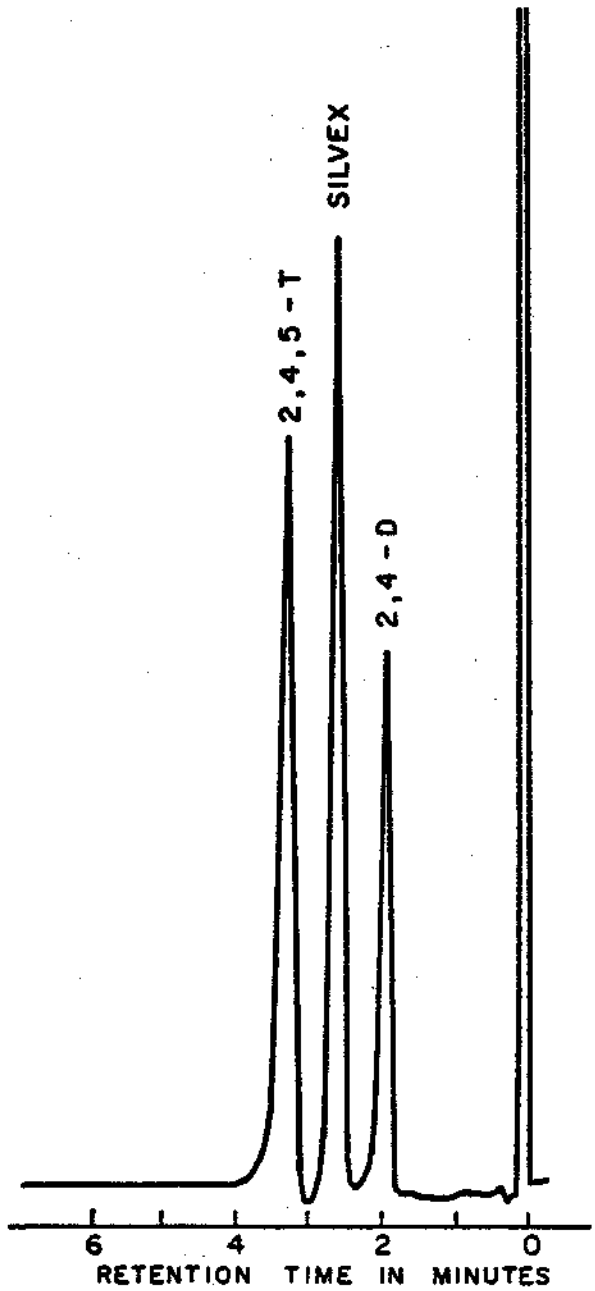


Fig. I Column: 1.5 % OV - 17 + 1.95 % QF - 1,
Carrier Gas : Argon (5%) / Methane : 70 ml/min.,
Column Temp. 185 C, Detector : Electron Capture .

6.3 The elution order and retention ratios of methyl esters of chlorinated phenoxy acid herbicides are provided in Table 1, as a guide.

7. Quality Control

7.1 Duplicate and spiked sample analyses are recommended as quality control checks. Quality control charts (2) should be developed and used as a check on the analytical system. Quality control check samples and performance evaluation samples should be analyzed on a regular basis.

7.2 Each time a set of samples is extracted, a method blank is determined on a volume of distilled water equivalent to that used to dilute the sample.

8. Sample Preparation

8.1 The sample size taken for analysis is dependent on the type of sample and the sensitivity required for the purpose at hand. Background information on the pesticide levels previously detected at a given sampling site will assist in determining the sample size required, as well as the final volume to which the extract needs to be concentrated. A 1-liter sample is usually taken for drinking water and ambient water analysis to provide a detection limit of 0.050 to 0.100 µg/l. One-hundred milliliters is usually adequate to provide a detection limit of 1 µg/l for industrial effluents.

Table 1

RETENTION RATIOS FOR METHYL ESTERS OF SOME CHLORINATED PHENOXY ACID HERBICIDES RELATIVE TO 2,4-D

Liquid Phase[1]	1.5% OV-17 + 1.95% OF-1[2]	5% OV-210
Column Temp.	185°C	185°C
Argon/Methane Carrier Flow	70 ml/min	70 ml/min
Herbicide	RR	RR
dicamba	0.60	0.61
2,4-D	1.00	1.00
silvex	1.34	1.22
2,4,5-T	1.72	1.51
2,4-D (minutes absolute)	2.00	1.62

[1]All columns glass, 180 cm x 4 mm ID, solid support Gas Chrom Q (100/120 mesh)

[2]OV-210 may be substituted

8.2 Quantitatively transfer the proper aliquot of sample from the sample container into a two-liter separatory funnel. If less than 800 ml is analyzed, dilute to one liter with interference free distilled water.

9. Extraction

9.1 Add 150 ml of ether to the sample in the separatory funnel and shake vigorously for one minute.

9.2 Allow the contents to separate for at least ten minutes. After the layers have separated, drain the water phase into a 1-liter Erlenmeyer flask. Then collect the extract in a 250-ml ground-glass Erlenmeyer flask containing 2 ml of 37 percent aqueous potassium hydroxide.

9.3 Extract the sample two more times using 50 ml of ether each time, and combine the extracts in the Erlenmeyer flask. (Rinse the 1-liter flask with each additional aliquot of extracting solvent.)

10. Hydrolysis

10.1 Add 15 ml of distilled water and a small boiling stone to the flask containing the ether extract, and fit the flask with a 3-ball Snyder column. Evaporate the ether on a steam bath and continue heating for a total of 60 minutes.

10.2 Transfer the concentrate to a 60-ml separatory funnel. Extract the basic solution two times with 20 ml of ether and discard the ether layers. The herbicides remain in the aqueous phase.

10.3 Acidify the contents of the separatory funnel by adding 2 ml of cold (4°C) 25 percent sulfuric acid (5.9). Extract the herbicides once with 20 ml of ether and twice with 10 ml of ether. Collect the extracts in a 125-ml Erlenmeyer flask containing about 0.5 g of acidified anhydrous sodium sulfate (5.8). Allow the extract to remain in contact the the sodium sulfate for approximately two hours.

11. Esterification (3,4)

11.1 Transfer the ether extract, through a funnel plugged with glass wool, into a Kuderna-Danish flask equipped with a 10-ml graduated ampul. Use liberal washings of ether. Using a glass rod, crush any caked sodium sulfate during the transfer.

11.1.1 If esterification is to be done with diazomethane, evaporate to approximately 4 ml on a steam bath (do not immerse the ampul in water) and proceed as directed in Section 11.2. Prepare diazomethane as directed in Appendix IV.

11.1.2 If esterification is to be done with boron trifluoride, add 0.5 ml benzene and evaporate to about 5 ml on a steam bath. Remove the ampul from the flask and further concentrate the extract to 0.4 ml using a two-ball Snyder microcolumn and proceed as in 11.3.

11.2 Diazomethane Esterification

11.2.1 Disconnect the ampul from the K-D flask and place in a hood away from steam bath. Adjust volume to 4 ml with

ether, add 2 ml diazomethane, and let stand 10 minutes with occasional swirling.

11.2.2 Rinse inside wall of ampul with several hundred microliters of ethyl ether. Take sample to approximately 2 ml to remove excess diazomethane by allowing solvent to evaporate spontaneously (room temperature.

11.2.3 Dissolve residue in.5 ml of hexane. Analyze by gas chromatography.

11.2.4 If further clean-up of the sample is required, proceed as in 11.3.4 substituting hexane for benzene.

11.3 Boron Trifluoride Esterification

11.3.1 After the benzene solution in the ampul has cooled, add 0.5 ml of borontrifluoride-methanol reagent. Use the two-ball Snyder microcolumn as an air-cooled condenser and hold the contents of the ampul at 50°C for 30 minutes on the steam bath.

11.3.2 Cool and add about 4.5 ml of a neutral 5 percent aqueous sodium sulfate solution so that the benzene-water interface is in the neck of the Kuderna-Danish ampul. Seal the flask with a ground glass stopper and shake vigorously for about one minute. Allow to stand for three minutes for phase separation.

11.3.4 Pipet the solvent layer from the ampul to the top of a small column prepared by plugging a disposable Pasteur

pipet with glass wool and packing with 2.0 cm of sodium sulfate over 1.5 cm of Florisil adsorbent. Collect the eluate in a graduated ampul. Complete the transfer by repeatedly rinsing the ampul with small quantities of benzene and passing the rinses through the column until a final volume of 5.0 ml of eluate is obtained. Analyze by gas chromatography.

12. Calculation of Results

12.1 Determine the methyl ester concentration by using the absolute calibration procedure described below or the relative calibration procedure described in Appendix III.

(1) $$\text{Micrograms/liter} = \frac{(A)\ (B)\ (V_t)}{(V_i)\ (V_s)}$$

$A = \frac{\text{ng standard}}{\text{standard area}}$

B = Sample aliquot area

V_i = Volume of extract injected (µl)

V_t = Volume of total extract (µl)

V_s = Volume of water extracted (ml)

12.2 Molecular weights for the calculation of methyl esters as the acid equivalents.

2,4-D	222.0	Dicamba	221.0
2,4-D methyl ester	236.0	Dicamba methyl ester	236.1
Silvex	269.5	2,4,5-T	255.5
Silvex methyl ester	283.5	2,4,5-T methyl ester	269.5

13. Reporting Results

13.1 Report results in micrograms per liter as the acid equivalent without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed all data obtained should be reported.

REFERENCES:

1. Goerlitz, D. G., and Lamar, W. L., "Determination of Phenoxy and Herbicides in Water by Electron-Capture and Microcoulometric Gas Chromatography", U. S. Geol. Survey Water-Supply Paper 1817-C (1967).

2. "Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories" (1972), U. S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Analytical Quality Control Laboratory, Cincinnati, Ohio, 45268.

3. Metcalf, L. D. and Schmitz, A. A., "The Rapid Preparation of Fatty Acid Esters for Gas Chromatographic Analysis", Analytical Chemistry, 33, 363 (1961).

4. Schlenk, H. and Gellerman, J. L., "Esterification of Fatty Acids with Diazomethane on a Small Scale", Analytical Chemistry, 32, 1412 (1960).

METHOD FOR VOLATILE CHLORINATED ORGANIC COMPOUNDS IN WATER AND WASTEWATERS

1. Scope and Application

1.1 This method covers the determination of various chlorinated organic compounds in water and wastewater.

1.2 The following chlorinated organic compounds may be determined individually by this method:

Parameter	Storet No.
Benzylchloride	---
Carbon tetrachloride	32102
Chlorobenzene	34301
Chloroform	32106
Epichlorohydrin	---
Methylene Chloride	34423
1,1,2,2-Tetrachloroethane	---
Tetrachloroethylene	34475
1,2,4-Trichlorobenzene	---
1,1,2-Trichloroethane	---

2. Summary

2.1 If the sample is turbid, it is initially centrifuged or filtered through a fiber glass filter in order to remove suspended matter. A three to ten microliter aliquot of the sample is injected into the gas chromatograph equipped with a halogen specific detector. The resulting chromatogram is used to identify and quantitate specific components in the sample. Results are reported in micrograms per liter. Confirmation of qualitative identifications are made using two or more dissimilar columns.

3. Interferences

3.1 The use of a halogen specific detector minimizes the possibility of interference from compounds not containing chlorine, bromine, or iodine. Compounds containing bromine or iodine will interfere with the determination of organochlorine compounds. The use of two dissimilar chromatographic columns helps to eliminate this interference and, in addition, this procedure helps to verify all qualitative identifications. When concentrations are sufficiently high, unequivocal identifications can be made using infrared or mass spectroscopy. Though non-specific, the flame ionization detector may be used for known systems where interferences are not a problem.

3.2 Ghosting is usually attributed to the history of the chromatographic system. Each time a sample is injected, small amounts of various compounds are adsorbed on active sites in the inlet and at the head of the column. Subsequent injections of water tend to steam clean these sites resulting in non-representative peaks or displacement of the baseline. This phenomenon normally occurs when an analysis of a series of highly concentrated samples is followed by a low level analysis. The system should be checked for ghost peaks prior to each quantitative analysis by injecting distilled water in a manner identical to the sample analysis (1). If excessive ghosting occurs, the following corrective measures should be applied, as required, in the order listed:

1) Multiple flushes with distilled water

2) Clean or replace the glass injector liner

3) Replace the chromatographic column.

4. Apparatus and Materials

4.1 Gas Chromatograph - Equipped with programmed oven temperature controls and glass-lined injection port. The oven should be equipped with a column exit port and heated transfer line for convenient attachment to the halogen specific detector.

4.2 Detector Options:

4.2.1 Microcoulometric Titration

4.2.2 Electrolytic Conductivity

4.2.3 Flame Ionization

4.3 Recorder - Potentiometric strip chart recorder (10 in) compatible with the detector.

4.4 Syringes - 1 µl, 10 µl, and 50 µl.

4.5 BOD type bottle or 40 ml screw cap vials sealed with Teflon faced silicone septa.

4.6 Volumetric Flasks - 500 ml, 1000 ml.

4.7 Syringe - Hypodermic Lur-lock type (30 ml).

4.8 Filter glass fiber filter - Type A (13 mm).

4.9 Filter holder - Swinny-type hypodermic adapter (13 mm).

4.10 Glass stoppered ampuls - 10 ml

4.11 Chromatographic columns

4.11.1 Moderately-Polar Column - 23 ft x 0.1 in ID x 0.125 in OD stainless steel column #304 packed with 5% Carbowax 20 M on Chromosorb-W (60-80 mesh).

4.11.2 Highly-Polar Column - 23 ft x 0.1 in ID x 0.125 in OD stainless steel #304 packed with 5% 1,2,3-Tris-(2-cyanoethoxy) propane on Chromosorb-W (60-80 mesh).

4.11.3 Porous Polymer Column - 6 ft x 0.1 in ID x 0.125 in OD stainless steel #304 packed with Chromosorb-101 (60-80 mesh).

4.11.4 Carbopack Column - 8 ft x 0.1 in ID x 0.125 in OD stainless steel #304 packed with Carbopack-C (80-100 mesh) + 0.2% Carbowax 1500.

5. Reagents

5.1 Chlorinated hydrocarbon reference standards

5.1.1 Prepare standard mixtures in volumetric flasks using contaminant-free distilled water as solvent. Add a known amount of the chlorinated compounds with a microliter syringe. Calculate the concentration of each component as follows:

$$mg/l = (\text{Density of Compound})(\mu l \text{ injected})\left(\frac{1000}{\text{(Dilution Volume (ml))}}\right)$$

6. Quality Control

6.1 Duplicate quantitative analysis on dissimilar columns should be performed. The duplicate quantitative data should agree within experimental error (±6 percent). If not, analysis on a third dissimilar column should be performed. Spiked sample analyses shpuld be routinely performed to insure the integrity of the method.

7. Selection Gas Chromatographic Column

7.1 No single column can efficiently resolve all chlorinated hydrocarbons. Therefore, a specific column must be selected to perform a given analysis. Columns providing only partially or non-resolved peaks are useful only for confirmatory identifications. If the qualitative nature of the sample is known, an efficient column selection can be made by reviewing the literature (2). In doing this, one must remember that injection of large volumes of water can cause two serious problems not normally noted using common gas chromatographic techniques:

1) Water can cause early column failure due to liquid phase displacement.

2) Water passing through the column causes retention times and orders to change when compared to common sample solvent media, i.e., hexane or air.

For these reasons, column life and the separations obtained by direct aqueous injection may not be identical to those suggested in literature.

8. Sample Collection and Handling

8.1 The sample containers should have a total volume in excess of 25 to 40 ml, although larger narrow-mouth bottles may be used.

8.1.1 Narrow mouth screw cap bottles with the TFE fluorocarbon face silicone septa cap liners are strongly recommended. Crimp-seal serum vials with TFE fluorocarbon faced septa or

ground glass stoppered bottles are acceptable if the seal is properly made and maintained during shipment.

8.2 Sample Bottle Preparation

8.2.1 Wash all sample bottles and TFE seals in detergent. Rinse with tap water and finally with distilled water.

8.2.2 Allow the bottles and seals to air dry at room temperature.

8.2.3 Place the bottle in a 200°C oven for one hour, then allow to cool in an area known to be free of organics.

8.2.4 When cool, seal the bottles using the TFE seals that will be used for sealing the samples.

8.3 The sample is best preserved by protecting it from phase separation. Since the majority of the chlorinated solvents are volatile and relatively insoluble in water, it is important that the sample bottle be filled completely to minimize air space over the sample. Acidification will minimize the formation of nonvolatile salts formed from chloroorganic acids and certain chlorophenols. However, it may interfere with the detection of acid degradable compounds such as chloroesters. Therefore, the sample history must be known before any chemical or physical preservation steps can be applied. To insure sample integrity, it is best to analyze the sample within 1 hour of collection.

8.4 Collect all samples in duplicate.

8.5 Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is filled.

8.6 Seal the bottles so that no air bubbles are entrapped in it.

8.7 Maintain the hermetic seal on the sample bottle until analysis.

8.8 Sampling from a water tap.

8.8.1 Turn on water and allow the system to flush. When the temperature of the water has stabilized, adjust the flow to about 500-ml/minute and collect duplicate samples from the flowing stream.

8.9 Sampling from an open body of water.

8.9.1 Fill a 1-quart wide-mouth bottle with sample from a representative area. Carefully fill duplicate 25 to 40 ml-sample bottles from the 1-quart bottle.

9. Sample Preparation

9.1 If the sample is turbid, it should be filtered or centrifuged to prevent syringe plugging or excessive ghosting problems. Filtering the sample is accomplished by filling a 30-ml hypodermic syringe with sample and attaching the Swinny-type hypodermic filter adaptor with a glass fiber filter "Type A" installed. Discard the first 5 ml of sample then collect the filtered sample in a glass stoppered sample filled to the top. (One should occasionally analyze the non-filtered sample to insure that the filtering technique does not adversely affect the sample).

10. Method of Analysis

10.1 Daily, analyze a standard containing 10.0 mg/l of each compound to be analyzed as a quality check sample before any samples are analyzed. Instrument status checks and lower limit of detection estimations based upon response factor calculations at two times the signal to noise ratio are obtained from these data. In

addition, response factor data obtained from this standard can be used to estimate the concentration of the unknowns.

10.2 Analyze the filtered sample of unknown composition by injecting 3 to 10 µl into the gas chromatograph. Record the injection volume and detector sensitivity.

10.3 Prepare a standard mixture consisting of the same compounds in concentrations approximately equal to those detected in the sample. Chromatograph the standard mixture under conditions identical to the unknown.

11. Calculation or Results

11.1 Measure the area of each unknown peak and each reference standard peak as follows:

Area = (Peak Height)(Width of Peak at 1/2 Height)

11.2 Calculate the concentration of each unknown as follows:

$$mg/l = \frac{(\text{Area of Sample peak})(\mu l \text{ of Standard Injected})(\text{Conc'n of Standard})}{(\mu l \text{ of Sample injected})(\text{Area of Standard Peak})}$$

12. Reporting Results

12.1 Report results in mg/l. If a result is negative, report the minimum detectable limit (see 10.1). When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

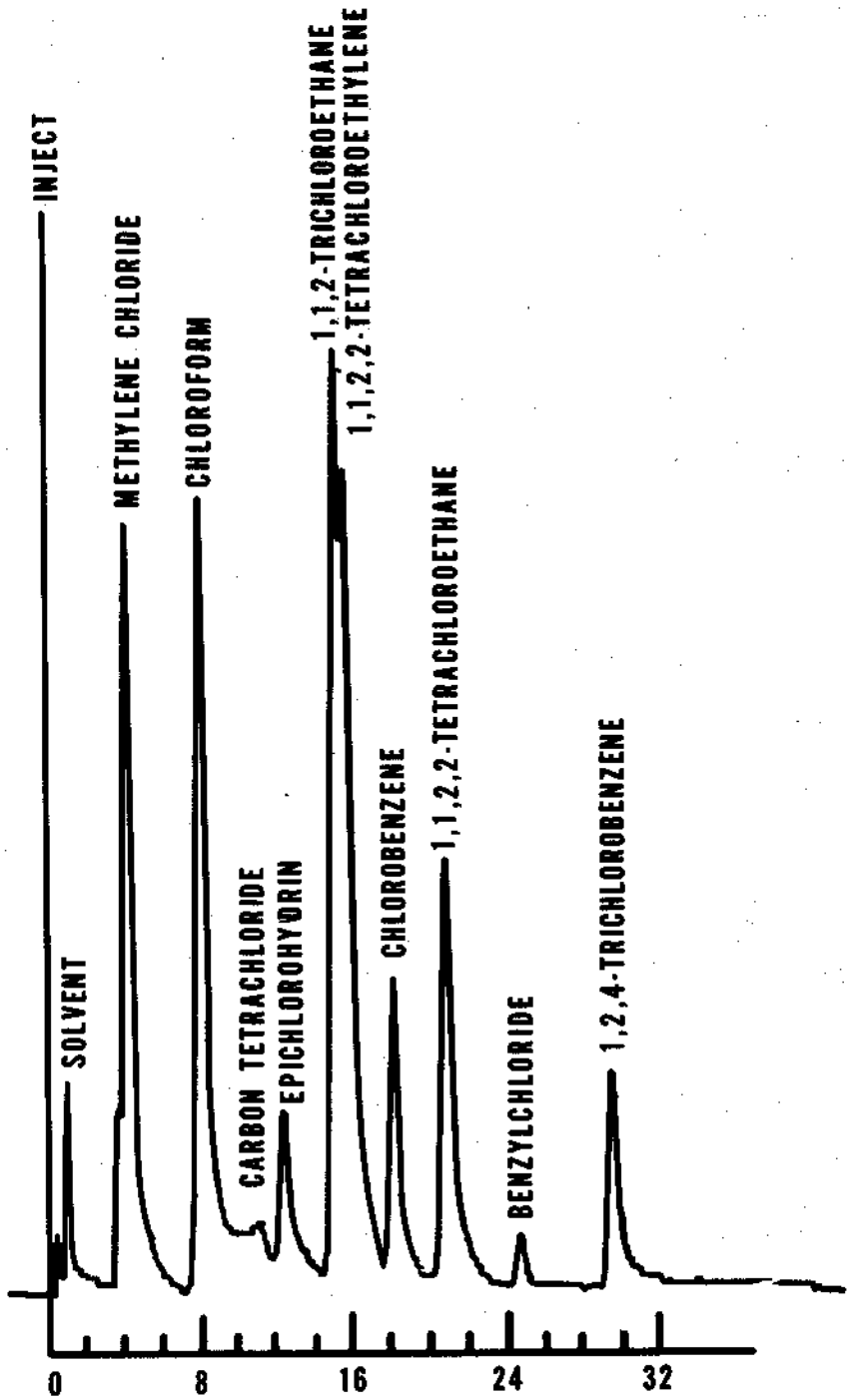


Figure 1. Column: Chromosorb-101, Temperature Program: 125 C for 4 min then 4 C/min up to 280 C., Carrier Gas: Nitrogen at 36 ml/min, Detector: Microcoulometric.

REFERENCES:

1. Dressman, R. C., "Elimination of Memory Peaks Encountered in Aqueous-Injection Gas Chromatography", Journal of Chromatographic Science, 8, 265 (1970).

2. "Gas Chromatography Abstracts", Knapman, C. E. H., Editor, Institute of Petroleum, 61 New Cavendish Street, London W1M8AR, Annually 1958 to date, since 1970, also includes Liquid Chromatography Abstracts.

METHOD FOR PENTACHLOROPHENOL IN WATER AND WASTEWATER

1. Scope and Application

   1.1 This method covers the determination of pentachlorophenol (PCP) in water and wastewater.

2. Summary

   2.1 Pentachlorophenol is extracted from the acidified water sample (pH 3) with toluene, methylated with diazomethane, and analyzed by electron-capture gas chromatography, using the columns listed in the organochlorine pesticide method. (Page 7, this manual)

   2.2 Further identification of pentachlorophenol is made with a mass spectrometer.

3. Interferences

   3.1 Chlorinated pesticides and other high boiling chlorinated organic compounds may interfere with the analysis of PCP.

   3.2 Injections of samples not treated with diazonmethane indicate, to a certain degree, whether interfering substances are present.

4. Precision and Accuracy

   4.1 Single laboratory accuracy and precision reported for this method when analyzing five replicates of tap water spiked with 0.05 to 0.07 µg/l of PCP is as follows:

   Recovery - mean 95.9%, range 88.1 to 100.2%

   Standard Deviation - 6.0%

REFERENCE:

1. "Analysis of Pentachlorophenol Residues in Soil, Water and Fish," Stark, A., Agricultural and Food Chemistry, 17, 871 (July/August 1969).

APPENDIX I

CONSIDERATIONS FOR GLASSWARE AND REAGENTS USED IN ORGANIC ANALYSIS*

1. Glassware

1.1 Cleaning Procedure - It is particularly important that glassware used in trace organic analyses be scrupulously cleaned before initial use as well as after each analysis. The glassware should be cleaned as soon as possible after use, first rinsing with water or the solvent that was last used in it. This should be followed by washing with hot soap water, rinsing with tap water, distilled water, redistilled acetone and finally with pesticide quality hexane. Heavily contaminated glassware may require muffling at 400°C for 15-to 30-minutes. High boiling materials, such as some of the polychlorinated biphenyls (PCBs) may not be eliminated by such heat treatment. NOTE: Volumetric ware should not be muffled. The glassware should be stored immediately after drying to prevent accumulation of dust or other contaminants. Store inverted or cover mouth with foil.

1.2 Calibration - Individual Kuderna-Danish concentrator tubes and/or centrifuge tubes used for final concentration of extracts must be

---

*Methods for Organic Pesticides in Water and Wastewater," 1971, Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio, 45268

accurately calibrated at the working volume. This is especially important at volumes below 1 ml. Calibration should be made using a precision microsyringe, recording the volume required to bring the liquid level to the individual graduation marks. Glass A volumetric ware should be used for preparing all standard solutions.

2. Standards, Reagents and Solvents

2.1 Analytical Standards and Other Chemicals - Analytical reference grade standards should be used whenever available. They should be stored according to the manufacturer's instructions. Standards and reagents sensitive to light should be stored in dark bottles and/or in a cool dark place. Those requiring refrigeration should be allowed to come to room temperature before opening. Storing of such standards under nitrogen is advisable.

2.1.1 Stock Standards - Pesticide stock standards solutions should be prepared in 1 µg/µl concentrations by dissolving 0.100-grams of the standard in pesticide-quality hexane or other appropriate solvent (Acetone should not be used since some pesticides degrade on standing in this solvent) and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles. These standards should be checked frequently for signs of degradation and concentration, especially just prior to preparing working standards from them.

2.1.2 Working Standards - Pesticide working standards are prepared from the stock solutions using a micro syringe preferably equipped with a Chaney adapter. The concentration of the working standards will vary depending on the detection system employed and the level of pesticide in the samples to be analyzed. A typical concentration (0.1 ng/µl) may be prepared by diluting 1 µl of the 1 µg/ul stock to volume in a 10-ml ground glass stoppered volumetric flask. The standard solutions should be transferred to ground glass stoppered reagent bottles. Preparation of a fresh working standard each day will minimize concentration through evaporation of solvent. These standards should be stored in the same manner as the stock solutions.

2.1.3 Identification of Reagents - All stock and working standards should be labeled as follows: name of compound, concentration, date prepared, solvent used, and name of person who prepared it.

2.1.4 Anhydrous sodium sulfate used as a drying agent for solvent extracts should be prewashed with the solvent or solvents that it comes in contact with in order to remove any interferences that may be present.

2.1.5 Glass wool used at the top of the sodium sulfate column must be pre-extracted for about 40-hours in soxhlet using the appropriate solvent.

2.2 Solvents - Organic solvents must be of pesticide quality and demonstrated to be free of interferences in a manner compatible with whatever analytical operation is to be performed. Solvents can be checked by analyzing a volume equivalent to that used in the analysis and concentrated to the minimum final volume. Interferences are noted in terms of gas chromatographic response - relative retention time, peak geometry, peak intensity and width of solvent response. Interferences noted under these conditions can be considered maximum. If necessary, a solvent must be redistilled in glass using a high efficiency distillation system. A 60-cm column packed with 1/8 inch glass helices is effective.

2.2.1 Ethyl Ether - Hexane - It is particularly important that these two solvents, used for extraction of organochlorine pesticides from water, be checked for interferences just prior to use. Ethyl ether, in particular, can produce troublesome interferences. (NOTE: The formation of peroxides in ethyl ether creates a potential explosion hazard. Therefore it must be checked for peroxides before use.) It is recommended that the solvents be mixed just prior to use and only in the amount required for immediate use since build-up of interferences often occurs on standing.

2.2.2 The great sensitivity of the electron capture detector requires that all solvents used for the analysis be of pesticide quality. Even these solvents sometimes require

redistillation in an all glass system prior to use. The quality of the solvents may vary from lot to lot and even within the same lot, so that each bottle of solvent must be checked before use.

APPENDIX II

STANDARDIZATION OF FLORISIL COLUMN BY WEIGHT ADJUSTMENT BASED ON ADSORPTION OF LAURIC ACID

1. Scope

   1.1 A rapid method for determining adsorptive capacity of Florisil is based on adsorption of lauric acid from hexane solution. An excess of lauric acid is used and amount not adsorbed is measured by alkali titration. Weight of lauric acid adsorbed is used to calculate, by simple proportion, equivalent quantities of Florisil for batches having different adsorptive capacities.

2. Apparatus

   2.1 Buret -- 25 ml with 1/10 ml graduations.

   2.2 Erlenmeyer flasks -- 125 ml narrow mouth and 25 ml, glass stoppered.

   2.3 Pipet -- 10 and 20 ml transfer.

   2.4 Volumetric flasks -- 500 ml.

3. Reagents and Solvents

   3.1 Alcohol, ethyl. -- USP or absolute, neutralized to phenolphthalein.

   3.2 Hexane -- Distilled from all glass apparatus.

   3.3 Lauric acid -- Purified, CP.

3.4 Lauric acid solution - Transfer 10.000 g lauric acid to 500 ml volumetric flask, dissolve in hexane, and dilute to 500 ml (1 ml = 20 mg).

3.5 Phenolphthalein Indicator - Dissolve 1 g in alcohol and dilute to 100 ml.

3.6 Sodium hydroxide - Dissolve 20 g NaOH (pellets, reagent grade) in water and dilute to 500 ml (1N). Dilute 25 ml 1N NaOH to 500 ml with water (0.05N). Standardize as follows: Weigh 100-200 mg lauric acid into 1250 ml Erlenmeyer flask. Add 50 ml neutralized ethyl alcohol and 3 drops phenolphthalein indicator; titrate to permanent end point. Calculate mg lauric acid/ml 0.05 N NaOH (about 10 mg/ml).

4. Procedure

4.1 Transfer 2.000 g Florisil to 25 ml glass stoppered Erlenmeyer flasks. Cover loosely with aluminum foil and heat overnight at 130°C. Stopper, cool to room temperature, add 20.0 ml lauric acid solution (400 mg), stopper, and shake occasionally for 15 min. Let adsorbent settle and pipet 10.0 ml of supernatant into 125 ml Erlenmeyer flask. Avoid inclusion of any Florisil.

4.2 Add 50-ml neutral alcohol and 3 drops indicator solution; titrate with 0.05N to a permanent end point.

5. Calculation of Lauric Acid Value and Adjustment of Column Weight

5.1 Calculate amount of lauric acid adsorbed on Florisil as follows:

Lauric Acid value = mg lauric acid/g Florisil = 200 - (ml required for titration X mg lauric acid/ml 0.05N NaOH).

5.2 To obtain an equivalent quantity of any batch of Florisil, divide 110 by lauric acid value for that batch and multiply by 20 g. Verify proper elution of pesticides by 6.

6. Test for Proper Elution Pattern and Recovery of Pesticides

6.1 Prepare a test mixture containing aldrin, heptachlor epoxide, p,p'-DDE, dieldrin, Parathion and malathion. Dieldrin and Parathion should elute in the 15% eluate; all but a trace of malathion in the 50% eluate and others in the 6% eluate.

7. References

7.1 "Pesticide Analytical Manual," U.S. Department of Health, Education and Welfare, Food and Drug Administration, Washington, D.C.

7.2 Mills, P.A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Adsorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns," Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 51, 29 (1968).

APPENDIX III

CHROMATOGRAPHIC CALIBRATION TECHNIQUE

Relative Calibration (Internal Standardization):

A relative calibration curve is prepared by simultaneously chromatographing mixtures of the previously identified sample constituent and a reference standard in known weight ratios and plotting the weight ratios against area ratios. An accurately known amount of the reference material is then added to the sample and the mixture chromatographed. The area ratios are calculated and the weight ratio is read from the curve. Since the amount of reference material added is known, the amount of the sample consitituent can be calculated as follows:

$$\text{micrograms/liter} = \frac{Rw \times Ws}{Vs}$$

Rw = Weight ratio of component to standard obtained from calibration curve

Ws = Weight of internal standard added to sample in nanograms

Vs = Volume of sample in milliliters

Using this method, injection volumes need not be accurately measured the detector response need not remain constant since changes in response will not alter the ratio. This method is preferred when the internal standard meets the following conditions:

a) well-resolved from other peaks

b) elutes close to peaks of interest

c) approximates concentration of unknown

d) structurally similar to unknown.

"Methods for Organic Pesticides in Water and Wastewater," U.S. Environmental Protection Agency, National Environmental Research Center, Cincinnati, Ohio 45268

APPENDIX IV

PREPARATION OF DIAZOMETHANE IN ETHER

1. Scope

   1.1 Diazomethane is prepared by reaction of Carbitol and Diazald in the presence of KOH. Solutions of diazomethane decompose rapidly in the presence of solid material such as copper powder, calcium chloride, boiling stones, etc. These solid materials cause solid polymethylene and nitrogen gas to form.

2. Apparatus

   2.1 Distilling flask with condenser, 125 ml, long neck with dropping funnel.

   2.2 Erlenmeyer flasks - 500 ml and 125 ml.

   2.3 Water bath.

3. Reagents and Solvents

   3.1 Ether

   3.2 Potassium hydroxide pellets.

   3.3 Carbitol (diethylene glycol monoethyl ether).

   3.4 Diazald in ether. Dissolve 21.5 g of Diazald in 140 ml ether.

4. Procedure

   4.1 Use a well-ventilated hood and cork stoppers for all connections. Fit a 125-ml long-neck distilling flask with a dropping funnel and an efficient condenser set downward for distillation. Connect the condenser to two receiving flasks in a series - a 500-ml Erlenmeyer

followed by a 125-ml Erlenmeyer containing 50 ml ether. The inlet to the 125-ml Erlenmeyer should dip below the ether. Cool both receivers to $0^{o}C$. As a water bath for the distilling flask, set up a 2-liter beaker on a stirplate (hot plate and stirrer), maintaining temperature at $70^{o}C$.

4.2 Dissolve 6-g KOH in 10 ml water in the distilling flask (no heat). Ad 35 ml Carbitol (diethylene glycol monoethyl ether), stirring bar, and another 10 ml ether. Connect the distilling flask to the condenser and immerse distilling flask in water bath. By means of the dropping funnel, add a solution of 21.5 g Diazald in 140 ml ether over a period of 20 minutes. After distillation is apparently complete, add another 20 ml ether and continue distilling until distillate is colorless. Combine the contents of the two receivers in a glass bottle (WITHOUT ground glass neck), stopper with cork, and freeze overnight. Decant the diazomethane from the ice crystals into a glass bottle, stopper with cork, and store in freezer until ready for use. The final solution may be stored up to six months without marked deterioration. The 21.5 g of Diazald reacted in this manner produce about 3 g of Diazomethane.

5. Cautions

5.1 Diazomethane is very toxic. It can explode under certain conditions. The following precautions should be observed.

5.1.1 Use only in well-ventilated hood.

5.1.2 Use safety screen.

5.1.3 Do not pipette solution of diazomethane by mouth.

5.1.4 For pouring solutions of diazomethane, use of gloves is optional.

5.1.5 Do not heat solutions at 100°C (EXPLOSIONS).

5.1.6 Store solutions of gas at low temperatures (freezer compartment of explosion-proof refrigerators).

5.1.7 Avoid ground glass apparatus, glass stirrers and sleeve bearings where grinding may occur (EXPLOSIONS).

5.1.8 Keep solutions away from alkali metals (EXPLOSIONS).

6. Reference

6.1 "Pesticide Analytical Manual," U.S. Department of Health, Education and Welfare, Food and Drug Administration, Washington, D.C.

BIBLIOGRAPHY

1. "Analysis of Pesticide Residues in Human and Environmental Samples," U.S. Environmental Protection Agency, Perrine Primate Research Laboratories, Perrine, Florida, 33157, 1971.

2. Mills, P.A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Adsorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns," Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 51, 29 (1968).

3. Goerlitz, D.F. and Brown, E., "Methods for Analysis of Organic Substances in Water," Techniques of Water Resources Investigations of the United States Geological Survey, Book 5, Chapter A3, U.S. Department of the Interior, Geological Survey, Washington, D.C. 20242, 1972, pp. 24-40.

4. Steere, N.V., editor, "Handbook of Laboratory Safety," Chemical Rubber Company, 18901 Cranwood Parkway, Cleveland, Ohio, 44128, 1971, pp. 250-254.

3. Cochrane, W. P. and Wilson, B. P., "Electrolytic conductivity detection of some nitrogen-containing herbicides," Journal of Chromatography, 63, 364 (1971).

4. "Standard Practice for Measuring Volatile Organic Matter in Water by Aqueous - Injection Gas Chromatography," D2908 Annual Book of ASTM Standards, Part 31, Water; American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, PA, 19103.

5. Gas-liquid Chromatographic Techniques for Petro Chemical Wastewater Analysis, Sugar, J.W. and Conway, R.A., Journal of WPCF, 40, (Annual Conference Issue) 1622 (1968).

6. "Handbook of Chemistry and Physics," 48th Edition, the Chemical Rubber Company, 18901 Cranwood Parkway, Cleveland, Ohio, 44128. (1967-1968).

APPENDIX IV

GUIDELINES ESTABLISHING TEST PROCEDURES FOR THE ANALYSIS OF POLLUTANTS; PROPOSED REGULATIONS

federal register

Monday
December 3, 1979

Part III

Environmental Protection Agency

Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants; Proposed Regulations

Appendix I—Gas Chromatographic and HPLC Methods—Methods 601 through 612

Purgeable Halocarbons—Method 601

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of 29 purgeable halocarbons. The following parameters may be determined by this method:

Parameter	STORET No.
Bromoform	32104
Bromodichloromethane	32101
Bromomethane	34413
Carbon tetrachloride	32102
Chlorobenzene	34301
Chloroethane	34311
2-Chloroethylvinyl ether	34576
Chloroform	32106
Chloromethane	34418
Dibromochloromethane	34105
1,2-Dichlorobenzene	34536
1,3-Dichlorobenzene	34566
1,4-Dichlorobenzene	34571
Dichlorodifluoromethane	34668
1,1-Dichloroethane	34496
1,2-Dichloroethane	34531
1,1-Dichloroethene	34501
trans-1,2-Dichloroethene	34546
1,2-Dichloropropane	34541
cis-1,3-Dichloropropene	34561
trans-1,3-Dichloropropene	34561
Methylene chloride	34423
1,1,2,2-Tetrachloroethane	34516
Tetrachloroethene	34475
1,1,1-Trichloroethane	34506
1,1,2-Trichloroethane	34511
Trichloroethene	39180
Trichlorofluoromethane	34488
Vinyl chloride	39175

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table 1 represent sensitivities that can be achieved in wastewaters under optimum operating conditions.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 An inert gas is bubbled through a 5 ml water sample contained in a specially-designed purging chamber. The halocarbons are efficiently transferred from the aqueous phase to the vapor phase. The vapor is swept through a short sorbent tube where the halocarbons are trapped. After the purge is completed, the trap is heated and backflushed with gas to desorb the halocarbons into a gas chromatographic system. A temperature program is used in the GC system to separate the halocarbons before detection with a halide-specific detector.

2.2 If interferences are encountered, the method provides an optional gas chromatographic column that may be helpful in resolving the compounds of interest from the interferences.

3. *Interferences.*

3.1 Impurities in the purge gas and organic compounds out-gasing from the plumbing ahead of the trap account for the majority of contamination problems. The analytical system must be demonstrated to be free from contamination under the conditions of the analysis by running method blanks. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing it in a normal manner. The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components in the purging device should be avoided.

3.2 Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics (particularly freons and methylene chloride) through the septum seal into the sample during shipment and storage. A sample blank prepared from organic-free water and carried through the sampling and handling protocol can serve as a check on such contamination.

3.3 Cross contamination can occur whenever high level and low level samples are sequentially analyzed. To reduce the likelihood of this, the purging device and sample syringe should be rinsed out twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it should be followed by an analysis of organic-free water to check for cross contamination. For samples containing large amounts of water-soluble materials, suspended solids, high boiling compounds or high organohalide levels, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105° C oven between analyses.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete sampling.

4.1. Vial, with cap—40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105° C before use.

4.1.2 Septum—Teflon—faced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash, rinse with tap and distilled water, and dry at 105°C for one hour before use.

4.2 Purge and trap device—The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. Several complete devices are now

available commercially. The device must meet the following specifications: The unit must be completely compatible with the gas chromatographic system; the purging chamber must be designed for a 5 ml volume and be modeled after Figure 1; the dimensions for the sorbant portion of the trap must meet or exceed those in Figure 2. Figures 3 and 4 illustrate the complete system in the purge and the desorb mode.

4.3 Gas chromatograph—Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including halide-specific detector, column supplies, recorder, and gases. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.4 Syringes—5-ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).

4.5 Micro syringes—10, 25, 100 μl.

4.6 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).

4.7 Syringe—5-ml gas-tight with shut-off valve.

4.8 Bottle—15-ml screw-cap, with Teflon cap liner.

5. *Regents.*

5.1 Sodium thiosulfate—(ACS) Granular.

5.2 Trap Materials

5.2.1 Porus polymer packing 60/80 mesh chromatographic grade Tenax GC (2,6-diphenylene oxide).

5.2.2 Three percent OV-1 on Chromosorb-W 60/80 mesh.

5.2.3. Silica gel—(35/60 mesh)—Davison, grade-15 or equivalent.

5.2.4 Coconut charcoal 6/10 mesh Barnaby Chaney, CA-580-26 lot # M-2649 or equivalent.

5.3 Activated carbon—Filtrasorb-200 (Calgon Corp.) or equivalent.

5.4 Organic-free water

5.4.1 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap procedure described herein. It is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of

5.4.2 A water purfication system (Millipore Super-Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water.

5.4.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle and seal with a Teflon line septum and cap.

5.5 Stock standards—Prepare stock standard solutions in methyl alcohol using assayed liquids or gas cylinders as appropriate. Because of the toxicity of some of the organohalides, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood. A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.5.1 Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow the flask to stand, unstoppered for about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.5.2 Add the assayed reference material:

5.5.2.1 Liquids—Using a 100 μl syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

5.5.2.2 Gases—To prepare standards for any of the six halocarbons that boil below 30° C (bromomethane, chloroethane, chloromethane, dichlorodifluoromethane, trichlorodifluoromethane, vinyl chloride), fill a 5 ml valved gas-tight syringe with the reference standard to the 5.0-ml mark. Lower the needle to 5 mm above the methyl alcohol menicus. Slowly inject the reference standard above the surface of the liquid (the heavy gas will rapidly dissolve into the methyl alcohol).

5.5.3 Reweigh, dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

5.5.4 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

5.5.5 Store stock standards at 4° C. Prepare fresh standards weekly for the six gases and 2-chloroethylvinyl ether. All other standards must be replaced with fresh standard each month.

6. *Calibration.*

6.1 Using stock standards, prepare secondary dilution standards in methyl alcohol that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards shoud be prepared at concentrations such that the aqueous standards prepared in 6.2 will completely bracket the working range of the analytical system.

6.2 Using secondary dilution standards, prepare calibration standards by carefully adding 20.0 μl of standard in methyl alcohol to 100, 500, or 1000 ml of organic-free water. A 25 μl syringe (Hamilton 702N or equivalent) should be used for this operation. These aqueous standards must be prepared fresh daily.

6.3 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 1. By injecting secondary dilution standards, establish the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound.

6.4 Assemble the necessary purge and trap device. The trap must meet the minimum specifications as shown in Figure 2 to achieve satisfactory results. Condition the trap overnight at 180° C by backflushing with an inert gas flow of at least 20 ml/min. Prior to use, daily condition traps 10 minutes while backflushing at 180° C. Analyze aqueous calibration standards (6.2) according to the purge and trap procedure in Section 8. Compare the responses to those obtained by injection of standards (6.3), to determine purging efficiency and also calculate analytical precision. The purging efficiencies and analytical precision of the analysis of aqueous standards must be comparable to data presented by Bellar and Lichtenberg (1978) before reliable sample analysis may begin.

6.5 By analyzing calibration standards, establish the sensitivity limit and linear range of the entire analytical system for each compound.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should daily demonstrate through the analysis of an organic-free water method blank that the entire analytical system is interference-free.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

7.3 The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of the method in dealing with each sample matrix by spiking each sample, standard and blank with surrogate halocarbons. A combination of bromochloromethane, 2-bromo-1-chloropropane, and 1,4-dichlorobutane is recommended to encompass the boiling range covered by this method. From stock standard solutions prepared as above, add a volume to give 1000 μg of each surrogate to 45 ml of organic-free water contained in a 50-ml volumetric flask, mix and dilute to volume (20 ng/μl). Dose 5.0 μl of this surrogate spiking solution

directly into the 5 ml syringe with every sample and reference standard analyzed. Prepare a fresh surrogate spiking solution on a weekly basis.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers having a total volume in excess of 40 ml. Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is being filled. Seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it. Maintain the hermetic seal on the sample bottle until time of analysis.

8.2. The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. If the sample contains free or combined chlorine, add sodium thiosulfate preservative (10 mg/40 ml will suffice for up to 5 ppm Cl_2) to the empty sample bottles just prior to shipping to the sampling site, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

8.3 All samples must be analyzed within 14 days of collection.

9. *Sample Extraction and Gas Chromatograph.*

9.1 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min. Attach the trap inlet to the purging device, and set the device to purge. Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

9.2 Remove the plunger from a 5 ml syringe and attach a closed syringe valve. Open the sample bottle (or standard) and carefully pour the water into the syringe barrel until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the samples volume to 5.0 ml. Since this process of taking an aliquot destroys the validity of the sample for future analysis, the analyst should fill a second syringe at this time to protect against possible loss of data. Add 5.0 ul of the surrogate spiking solution (7.3) through the valve bore, then close the valve.

9.3 Attach the syringe-syringe valve assembly to the syringe valve on the purging device. Open the syringe valves and inject the sample into the purging chamber.

9.4 Close both valves and purge the sample for 11.0 ± .05 minutes.

9.5 After the 11 minute purge time, attach the trap to the chromatograph, and adjust the device to the desorb mode. Introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while back-flushing the trap with an inert gas between 20 and 60 ml/min for 4 minutes. If rapid heating cannot be achieved, the gas chromatographic column must be used as a secondary trap by cooling it to 30°C (or sub/ambient, if problems persist) instead of the initial program temperature of 45°C.

9.6 While the trap is being desorbed into the gas chromatograph, empty the purging chamber using the sample introduction syringe. Wash the chamber with two 5 ml flushes of organic-free water.

9.7 After desorbing the sample for approximately four minutes recondition the trap by returning the purge and trap device to the purge mode. Wait 15 seconds then close the syringe valve on the purging device to begin gas flow through the trap. Maintain the trap temperature at 180°C. After approximately seven minutes turn off the trap heater and open the syringe valve to stop the gas flow through the trap. When cool the trap is ready for the next sample.

9.8 Table 1 summarizes some recommended gas chromatographic column material and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. An example of the separation achieved by column 1 is shown in Figure 5. Calibrate the system daily by analysis of a minimum of three concentration levels of calibration standards.

10. *Calculations.*

10.1 Determine the concentration of individual compounds directly from calibrations plots of concentration (μg/l) vs. peak height or area units.

10.2 Reports results in micrograms per liter. When duplicate and spiked samples are samples are analyzed, all data obtained should be reported.

11. *Accuracy and Precision.* The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an inter-laboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

1. Bellar, T. A., and J. J. Lichtenberg, Journal American Water Works Association, Vol. 66, No. 12, Dec. 1974, pp. 739–744.

2. Bellar, T. A., and J. J. Lichtenberg, "Semi-Automated Headspace Analysis of Drinking Waters and Industrial Waters for Purgeable Volatile Organic Compounds," Proceeding from ASTM Symposium on Measurement of Organic Pollutants in Water and Wastewater, June 1978 (In Press).

3. "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters, Category 11—Purgeables and Category 12—Acrolein, Acrylonitrile, and Dichlorodifluofomethane." Report for EPA Contract 68–03–2635 (In preparation).

Table 1—*Organohalides Tested Using Purge and Trap Method*

Compound	Retention time (min.)		Detection limit [1]
	Col. 1 [2]	Col. 2 [3]	μg/l
Chloromethane	1.50	5.26	0.0009
Bromomethane	2.17	7.05	0.03
Dichlorodifluoromethane	2.52	(4)	0.03
Vinyl chloride	2.67	5.29	0.01
Chloroethane	3.33	8.68	0.01
Methylene chloride	5.25	10.1	0.01
Trichlorofluoromethane	7.18	(4)	0.01
1,1-Dichloroethene	7.93	7.72	0.006
1,1-Dichloroethane	9.90	12.9	0.004
trans-1; 2-Dichloroethene	10.1	9.38	0.006
Chloroform	10.7	12.1	0.006
1,2-Dichloroethane	11.4	15.4	0.006
1,1,1-Trichloroethane	12.8	13.1	0.005
Carbon tetrachloride	13.0	14.4	0.007
Bromodichloromethane	13.7	14.8	0.006
1,2-Dichloropropane	14.9	16.8	0.004
trans-1,3,-Dichloropropene	15.2	16.6	0.006
Trichloroethene	15.8	13.1	0.006
Dibromochloromethane	16.6	16.6	0.01
1,1,2-Trichloroethane	16.5	18.1	0.006
Cis-1,3-dichloropropene	16.5	16.6	0.008
2-Chloroethylvinyl ether	16.0	(4)	0.06
Bromoform	19.2	19.2	0.02
1,1,2,2-Tetrachloroethane	21.6	(4)	0.006
Tetrachloroethene	21.7	15.0	0.007
Chlorobenzene	24.2	16.8	0.03
1,3-Dichlorobenzene	34.0	22.4	0.04
1,2-Dichlorobenzene	34.9	23.5	0.04
1,4-Dichlorobenzene	35.4	22.3	0.04

[1] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five time the GC background noise, using a Hall Model 700-A Detector.

[2] Carbopack. B -60/80 mesh coated with 1% SP–1000 packed in an 8 ft × 0.1 in ID stainless steel or glass column with helium carrier gas at 40 ml/min flow rate. Column temperature held at 45°C for 3 min. then programmed at 8°C/min. to 220° then held for 15 min.

[3] Porsil-C 100/120 mesh coated with n-octane packed in a 6 ft × 0.1 in ID stainless steel or glass column with helium carrier gas at 40 ml/min flow rate. Column temperature held at 50°C for 3 min then programmed at 8°C/min to 170° then held for 4 min.

[4] Not determined.

BILLING CODE 6560–01–M

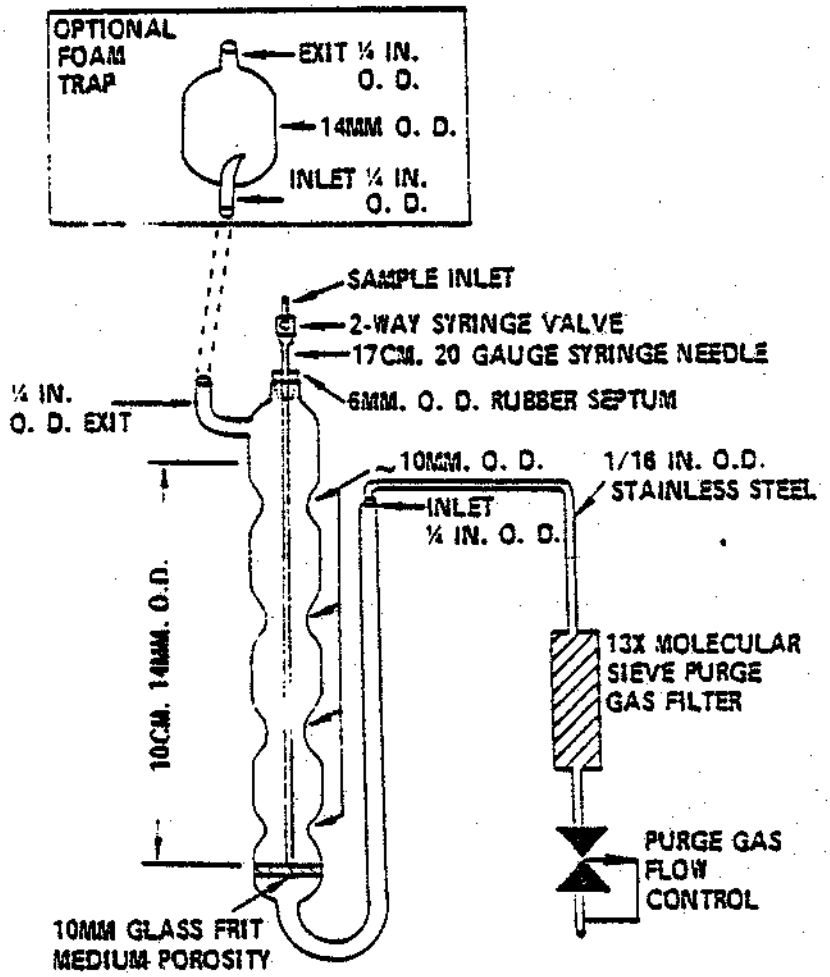


Figure 1. Purging device

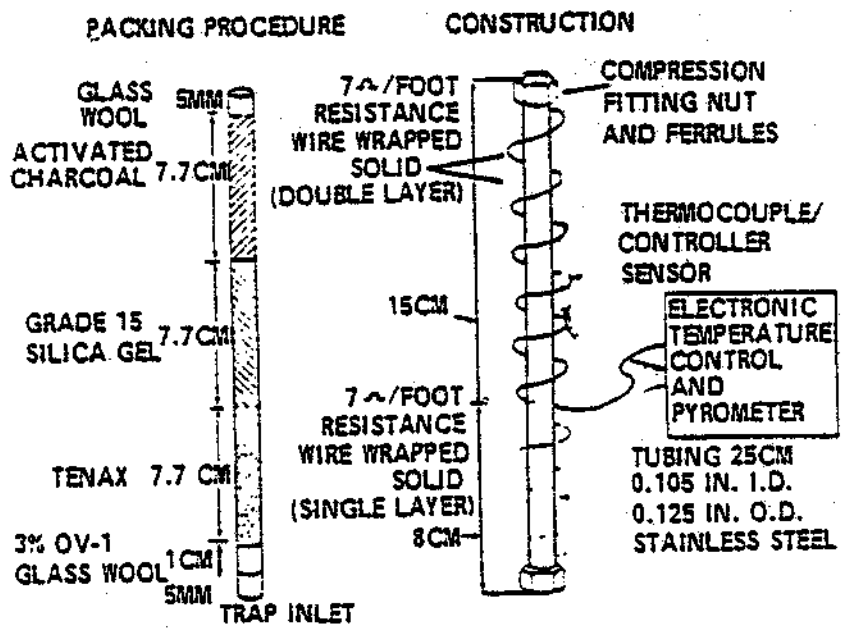


Figure 2. Trap packings and construction to include desorb capability

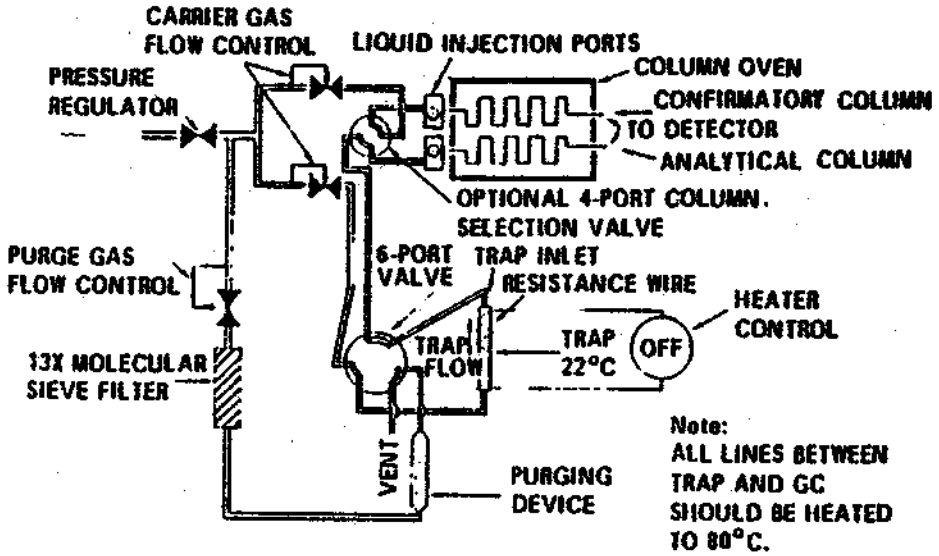


Figure 3. Schematic of purge and trap device - purge mode

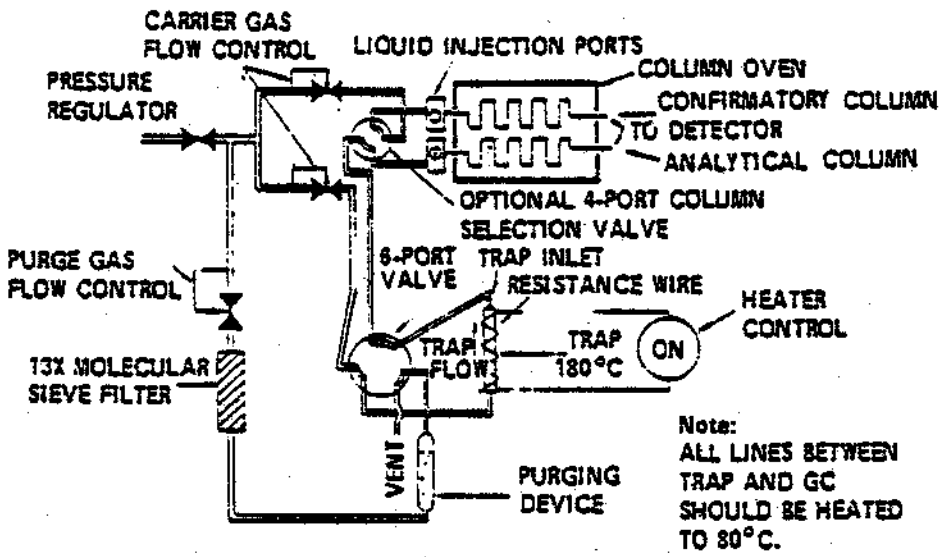


Figure 4. Schematic of purge and trap device - desorb mode

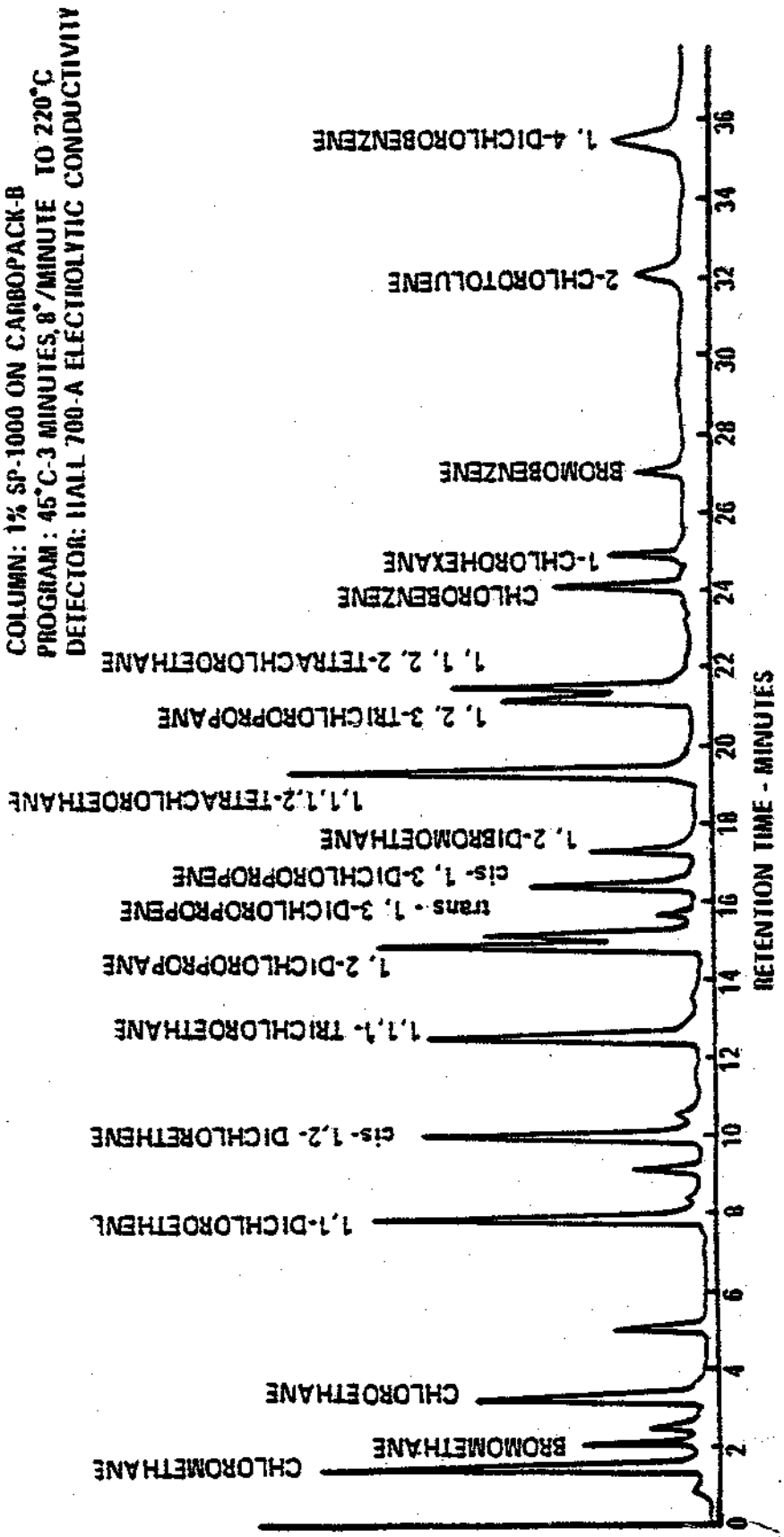


Figure 6. Gas chromatogram of purgeable halocarbons

BILLING CODE 6560-01-C

Purgeable Aromatics—Method 602

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of various purgeable aromatics. The following parameters may be determined by this method:

Parameter	Storet No.
Benzene	34030
Chlorobenzene	34301
1,2-Dichlorobenzene	34536
1,3-Dichlorobenzene	34566
1,4-Dichlorobenzene	34571
Ethylbenzene	34371
Toluene	34010

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table 1 represent sensitivities that can be achieved in wastewaters under optimum operating conditions.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 An inert gas is bubbled through a 5 ml water sample contained in a specially-designed purging chamber. The aromatics are efficiently transferred from the aqueous phase to the vapor phase. The vapor is swept through a short sorbent tube where the aromatics are trapped. After the purge is completed, the trap is heated and backflushed with gas to desorb the aromatic compounds into a gas chromatographic system. A temperature program is used in the GC system to separate the aromatics before detection with a photoionization detector.

3. *Interferences.*

3.1 Impurities in the purge gas and organic compounds out-gasing from the plumbing ahead of the trap account for the majority of contamination problems. The analytical system must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing it in a normal manner. The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants or flow controllers with rubber components in the purging device should be avoided.

3.2 Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics through the septum seal into the sample during shipment and storage. A sample blank prepared from organic free water and carried through the sampling and handling protocol can serve as a check on such contamination.

3.3 Cross contamination can occur whenever high level and low level samples are sequentially analyzed. To reduce the likelihood of this, the purging device and sample syringe should be rinsed out twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it should be followed by an analysis of organic-free water to check for cross contamination. For samples containing large amounts of water soluble materials, suspended solids, high boiling compounds or high levels of aromatics, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete sampling.

4.1.1 Vial, with cap—40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105° C before use.

4.1.2 Septum-Teflon-faced silicone (Pierce §12722 or equivalent). Detergent wash, rinse, with tap and distilled water, and dry at 105° C for one hour before use.

4.2 Purge and trap device—The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. Several complete devices are available commercially. The device must meet the following specifications: The unit must be completely compatible with the gas chromatograhpic system; the purging chamber must be designed for a 5 ml volume and be modeled after Figure 1; the dimensions for the sorbant portion of the trap must meet or exceed those in Figure 2. Figures 3 and 4 illustrate the complete system in the purge and the desorb mode.

4.3 Gas chromatograph—Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including Model PI–51–02 photoionization detector (h-nu Systems, Inc.), column supplies, recorder, and gases. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.4 Syringes—5-ml glass hyodermic with luerlok tip (2 each).

4.5 Micro syringes—10, 25, 100 μl.

4.6 2-way syringe value with Luer ends (3 each).

4.7 Bottle—15-ml screw-cap, with Teflon cap liner.

5. *Reagents.*

5.1 Solium thiosulfate—(ACS) Granular.

5.2 Trap Materials

5.2.1 Porous polymer packing 60/80 mesh chromatographic grade Tenax GC (2,6-diphenylene oxide).

5.2.2 Three percent OV-1 on Chromosorb-W 60/80 mesh.

5.3 Activated carbon—Filtrasorb-200 (Calgon Corp.) or equivalent.

5.4 Organic-free water

5.4.1 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap procedure described herein. It is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon.

5.4.2 A water purification system (millipore Super-Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water.

5.4.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle and seal with a Teflon lined septum and cap.

5.5 Stock standards—Prepare stock standard solutions in methyl alcohol using assayed liquids. Because benzene an 1,4-dichlorobenzene are suspected carcinogens, primary dilutions of these compounds should be prepared in a hood.

5.5.1 Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow the flask to stand, unstoppered, for about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.5.2 Using a 100 μl syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

5.5.3 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

5.5.4 Calculate the concentration in mircograms per microliter from the net gain in weight.

5.5.5 Store stock standards at 4°C. All standards must be replaced with fresh standard each month.

6. *Calibration.*

6.1 Using stock standards, prepare secondary dilution standards in methyl

alcohol that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations such that the aqueous standards prepared in 6.2 will completely bracket the working range of the analytical system.

6.2 Using secondary dilution standards, prepare calibration standards by carefully adding 20.0 µl of standard in methyl alcohol to 100, 500, or 1000 ml of organic-free water. A 25 µl syringe (Hamilton 702N or equivalent) should be used for this operation. These aqueous standards must be prepared fresh daily.

6.3 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 1. By injecting secondary dilution standards, establish the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound.

6.4 Assemble th necessary purge and trap device. The Trap must meet the minimum specifications shown in Figure 2 to achieve satisfactory results. Condition the trap overnight at 180°C by backflushing with an inert gas flow of at least 20 ml/min. Prior to use, daily condition traps 10 minutes while backflushing at 180°C. Analyze aqueous calibration standards (6.2) according to the purge and trap procedure in Section 8. Compare the responses to those obtained by injection of standards (6.3), to determine purging efficiency and also to calculate analytical precision. The purging efficiencies and analytical precision of the analysis of aqueous standards must be comparable to data presented by Bellar and Lichtenberg (1978) before reliable sample analysis may begin.

6.5 By analyzing calibration standards, establish the sensitivity limit and linear range of the entire analytical system for each compound.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate daily through the analysis of an organic-free water method blank that the entire analytical system is interference-free.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

7.3 The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of the method in dealing with each sample matrix by spiking each sample, standard and blank with surrogate compounds (e.g. *aaa*-trifluorotoluene).

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Collect about 500 ml sample in a clean container. Adjust the pH of the sample to about 2 by adding 1:1 diluted HCl while stirring vigorously. If the sample contains free or combined chlorine, add 35 mg of sodium thiosulfate per part per million of free chlorine per liter of sample. Fill a 40 ml sample bottle in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is being filled. Seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it. Maintain the hermetic seal on the sample bottle until time of analysis.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction.

8.3 All samples must be analyzed within 7 days of collection.

9. *Sample Extraction and Gas Chromatography.*

9.1 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min. Attach the trap inlet to the purging device, and set the device to purge. Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

9.2 Remove the plunger from a 5 ml syringe and attach a closed syringe valve. Open the sample bottle (or standard) and carefully pour the water into the syringe barrel until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Since this process of taking an aliquot destroys the validity of the sample for future analysis, the analyst should fill a second syringe at this time to protect against possible loss of data. Add the surrogate spiking solution (7.3) through the valve bore, then close the valve.

9.3 Attach the syringe-syringe valve assembly to the syringe valve on the purging device. Open the syringe valves and inject the sample into the purging chamber.

9.4 Close both valves and purge the sample for 12.0 ± .05 minutes.

9.5 After the 12 minute purge time, disconnect the purge chamber from the trap. Dry the trap by maintaining a flow rate of 40 cc/min dry purge gas for 6 min. Attach the trap to the chromatograph, and adjust the device to the desorb mode. Introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while backflushing the trap with an inert gas between 20 and 60 ml/min for 4 minutes. If rapid heating cannot be achieved, the gas chromatographic column must be used as a secondary trap by cooling it to 30°C (or subambient, if problems persist) instead of the initial program temperature of 50°C.

9.6 While the trap is being desorbed into the gas chromatograph, empty the purging chamber using the sample introduction syringe. Wash the chamber with two 5 ml flushes of organic-free water.

9.7 After desorbing the sample for approximately four minutes recondition the trap by returning the purge and trap device to the purge mode. Wait 15 seconds then close the syringe valve on the purging device to begin gas flow through the trap. Maintain the trap temperature at 180°C. After approximately seven minutes turn off the trap heater and open the syringe valve to stop the gas flow through the trap. When cool the trap is ready for the next sample.

9.8 Table 1 summarized the recommended gas chromatographic column material and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. An example of the separation achieved by this column is shown in Figure 5. Calibrate the system daily by analysis of a minimum of three concentration levels of calibration standards.

10. *Calculations.*

10.1 Determine the concentration of individual compounds directly from calibrations plots of concentration (µg/l) vs. peak height or area units.

10.2 Report results in micrograms per liter. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

11. *Accuracy and Precision.* The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

1. Bellar, T. A., and J. J. Lichtenberg, Journal American Water Works Association, Vol. 66, No. 12, Dec. 1974, pp. 739–744.

2. Bellar, T. A., and J. J. Lichtenberg, "Semi-Automated Headspace Analysis of Drinking Waters and Industrial Waters for Purgeable Volatile Organic Compounds," Proceeding from ASTM Symposium on Measurement of Organic Pollutants in Water and Wastewater, June 1978 (In Press).

3. Bellar, T. A., and J. J. Lichtenberg, "The Determination of Purgeable Aromatic

Compounds in Drinking Waters and Industrial Wastes." (In preparation).

4. "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 11—Purgeables and Category 12—Acrolein, Acrylonitrile, and Dichlorodifluoromethane." Report for EPA Contract 68-03-2635 (In preparation).

Table 1.—*Chromatography of Aromatics Using Purge and Trap Method*

Compound	Retention time (min.) Col. 1 [1]	Detection limit µg/l [2]
Benzene	3.33	[3]
Toluene	5.75	[3]
Ethyl benzene	8.25	[3]
Chlorobenzene	9.17	[3]
1,4-Dichlorobenzene	16.6	[3]
1,3-Dichlorobenzene	18.2	[3]
1,2-Dichlorobenzene	25.9	[3]

[1] Supelcoport 100/120 mesh coated with 5% SP-2100 and 1.75% Bentone-34 packed in a 6 ft. x 0.085 in ID stainless steel column with helium carrier gas at 30 cc/min flow rate. Column temperature held at 50°C for 2 min. then programmed at 6°C/min. to 90°C for a final hold.

[2] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five times the GC background noise, using a h-nu Model PI-51-02 photoionization detector with a 10.2 ev lamp.

[3] Not determined.

BILLING CODE 6560-01-M

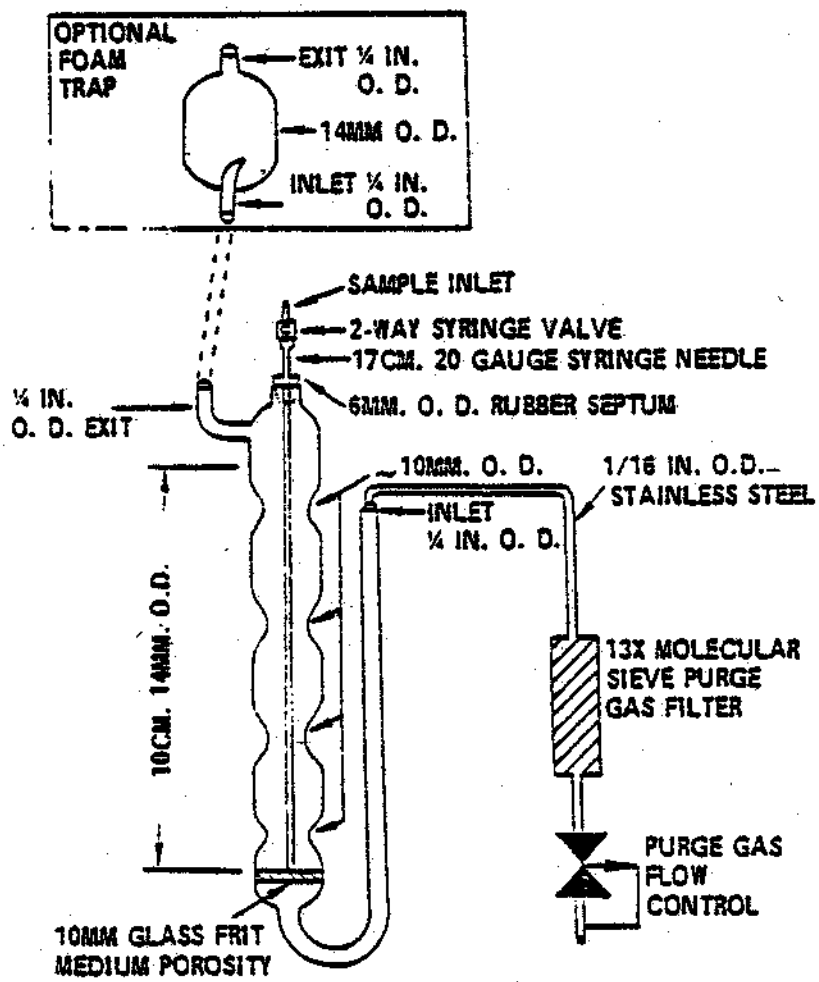


Figure 1. Purging device

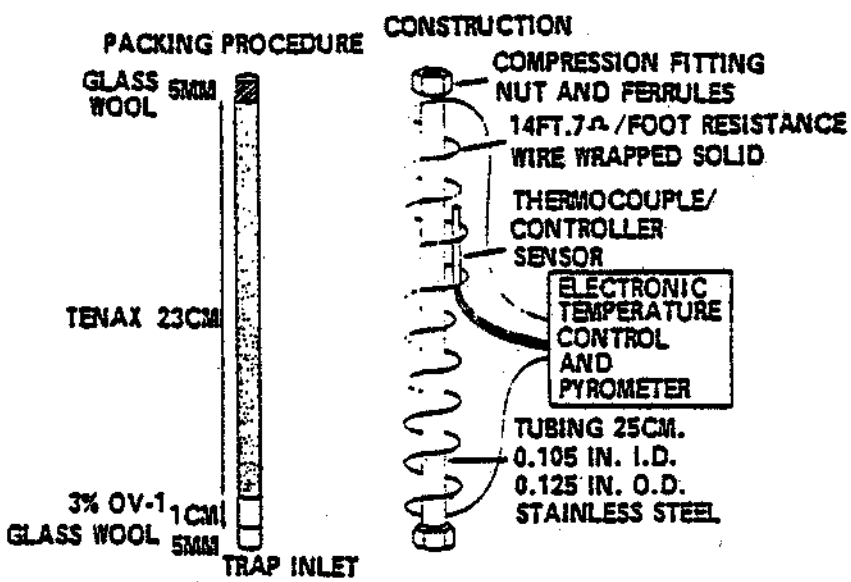


Figure 2. Trap packings and construction to include desorb capability

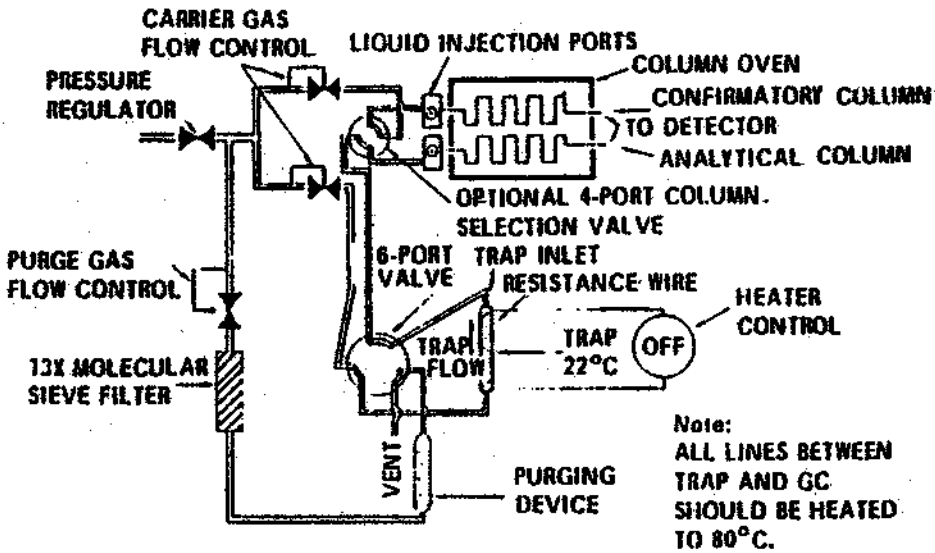


Figure 3. Schematic of purge and trap device - purge mode

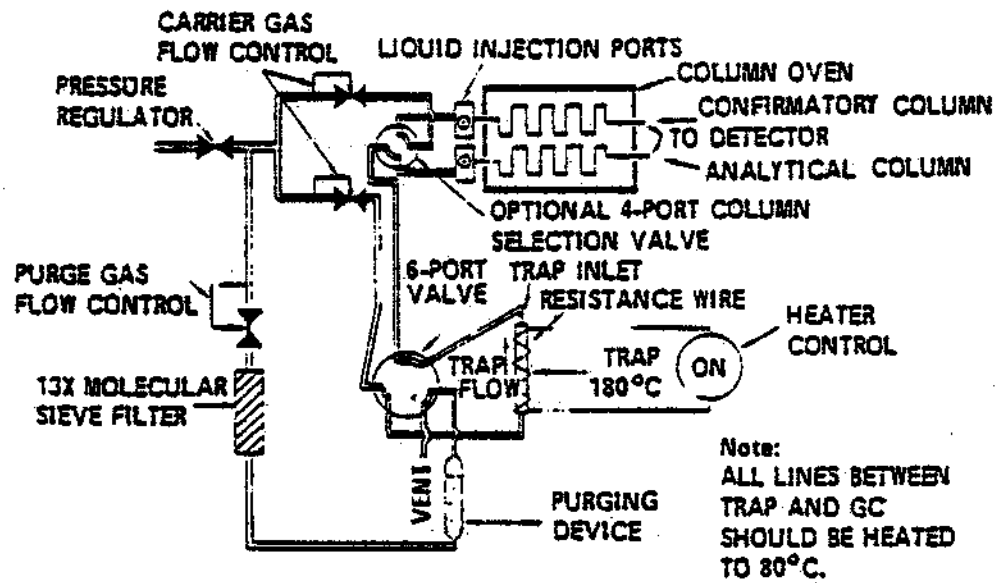


Figure 4. Schematic of purge and trap device - desorb mode

BILLING CODE 6560-01-C

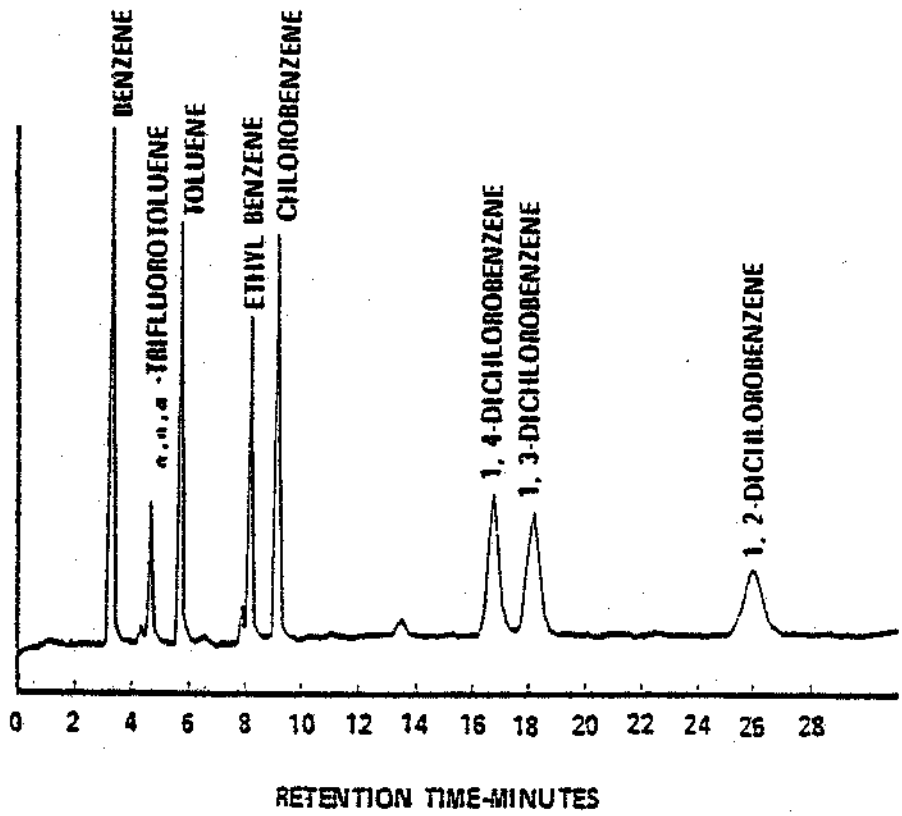


Figure 5. Gas chromatogram of purgeable aromatics

Acrolein and Acrylonitrile—Method 603

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of acrolein and acrylonitrile. The following parameters may be determined by this method:

Parameter	Storet No.
Acrolein	34210
Acrylonitrile	32415

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table 1 represent sensitivities that can be achieved in wastewaters under optimum operating conditions.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 An inert gas is bubbled through a 5 ml water sample contained in a specially-designed heated purging chamber. Acrolein and acrylonitrile are transferred from the aqueous phase to the vapor phase. The vapor is passed through a short sorbent tube where the compounds are trapped. After the extraction is completed, the trap is heated and backflushed with gas to desorb the compounds into a gas chromatographic system. A temperature program is used in the GC system to separate the compounds before detection with a flame ionization detector.

3. *Interferences.*

3.1 Impurities in the purge gas and organic compounds out-gasing from the plumbing ahead of the trap account for the majority of contamination problems. The analytical system must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing it in a normal manner. The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components in the purging device should be avoided.

3.2 Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics (particularly methylene chloride) through the septum seal into the sample during shipment and storage. A sample blank prepared from organic-free water and carried through the sampling and handling protocol can serve as a check on such contamination.

3.3 Cross contamination can occur whenever high level and low level samples are sequentially analyzed. To reduce the likelihood of this, the purging device and sample syringe should be rinsed out twice between samples with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it should be followed by an analysis of organic-free water to check for cross-contamination. For samples containing large amounts of water soluble materials, suspended solids, high boiling compounds or high organohalide levels it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105° C oven between analyses.

3.4 Interferences are sometimes reduced or eliminated by first purging the water samples for 5 minutes at room temperature in 9.4. Then the purge device is rapidly heated to 85° C and purged as in 9.4. With such a modification, approximately 5 to 10% of the acrylonitrile and a trace of the acrolein in the sample will be lost. Therefore, calibration must be established for the compounds under the conditions of this modified procedure.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete sampling.

4.1.1 Vial, with cap—40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry at 105° C before use.

4.1.2 Septum-Teflon-faced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash, rinse with tap and distilled water, and dry at 105° C for one hour before use.

4.2 Purge and trap device—The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: the purging device, trap, and desorber. The purging device should be equipped for heating in the same manner as the trap (electrically) or with a circulating water jacket. If electrical heating is used the electrical parts must be protected so that water will not drip on the conductors, causing dangerous electrical shock or shorts. All temperature parameters must be carefully controlled. Several complete devices are available commercially although most are not equipped to heat the purging chamber. The device must meet the following specifications: the unit must be completely compatible with the gas chromatographic system; the purging chamber must be designed for a 5 ml volume and be modeled after Figure 1; the dimensions for the sorbant portion of the trap must meet or exceed those in figure 2. Figures 3 and 4 illustrate the complete system in the purge and the desorb mode.

4.3 Gas chromatograph—Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection, equipped with matched columns for dual column analysis and a differential flame ionization detector. A nitrogen specific detector (thermionic or Hall) may be used if only acrylonitrile is to be detected. Required accessories include: column supplies, recorder, and gases. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.4 Syringes—5-ml glass hypodermic with luerlok tip (2 each).

4.5 Micro syringes—10, 25, 100 ul.

4.6 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).

4.7 Bottle—15-ml screw-cap, with Teflon cap liner.

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2. Sulfuric acid—(ACS). Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.1.3 Sodium thiosulfate—(ACS) Granular.

5.2 Trap absorbent—Porous polymer packing, 50/80 mesh chromatographic grade Porapak N.

5.3 Activated carbon—Filtrasorb-200 (Calgon Corp.) or equivalent.

5.4 Organic-free water.

5.4.1 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap procedure described herein. It is generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon.

5.4.2 A water purification system (Millipore Super-Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water.

5.4.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90° C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle and seal with a Teflon lined septum and cap.

5.5 Stock standards—Prepare stock standard solutions daily in water using assayed standards. Because of toxicity, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood. A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of the materials.

5.5.1 Place about 9.8 ml of water (pH 6.5 to 7.5) into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow the flask to stand, unstoppered, for about 10 minutes or until all water wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

5.5.2 Using a 100 ul syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the water without contacting the neck of the flask.

5.5.3 Dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw-cap bottle with a Teflon cap liner.

5.5.4 Calculate the concentration in micrograms per microliter from the net gain in weight.

6. *Calibration.*

6.1 Using stock standards, prepare secondary dilution standards in water. The standards should be prepared at concentrations such that the aqueous standards prepared in 6.2 will completely bracket the working range of the chromatographic system.

6.2 Using secondary dilution standards, prepare calibration standards by carefully adding 20 ul of stock standard to 100, 500, or 1000 ml of organic-free water.

6.3 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 1. By injecting secondary dilution standards, establish the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound.

6.4 Assemble the necessary purge and trap device. The trap must meet the minimum specifications as shown in Figure 2 to achieve satisfactory results. Condition the trap overnight at 180° C by backflushing with an inert gas flow of at least 20 ml/min. Prior to use, daily condition traps 10 minutes while backflushing at 180° C. Analyze aqueous calibration standards (6.2) according to the purge and trap procedure in Section 9. Compare the responses to those obtained by injection of standards (6.3), to determine purging efficiency and also to calculate analytical precision. The purging efficiencies and analytical precision of the analysis of aqueous standards should be 85±5% for acrolein and 98±5% for acrylonitrile.

6.5 By analyzing calibration standards, establish the sensitivity limit and linear range of the entire analytical system for each compound.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate daily through the analysis of an organic-free water method blank that the entire analytical system is interference-free.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

7.3 The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of the method in dealing with each sample matrix by spiking each sample, standard and blank with surrogate compounds.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Collect about 500 ml sample in a clean container. Adjust the pH of the sample to 6.5 to 7.5 by adding 1:1 diluted H_2SO_4 or NaOH while stirring vigorously. If the sample contains residual chlorine, add 35 mg of sodium thiosulfate per part per million of free chlorine per liter of sample. Fill a 40 ml sample bottle and seal the bottle so that no air bubbles are entrapped in it. Maintain the hermetic seal on the sample bottle until time of analysis.

8.2 The samples must be iced or refrigerated at 4°C from the time of collection until extraction.

8.3 All samples must be analyzed within 3 days of collection.

9. *Sample Extraction and Gas Chromatography.*

9.1 Adjust the helium purge gas flow rate to 20±1 ml/min and the temperature of the purge device to 85°C. Attach the trap inlet to the purging device, and set the device to purge. Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

9.2 Remove the plunger from a 5 ml syringe and attach a closed syringe valve. Open the sample bottle (or standard) and carefully pour the water into the syringe barrel until it oveflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml.

9.3 Attach the syringe-syringe valve assembly to the syringe valve on the purging device. Open the syringe valves and inject the sample into the purging chamber.

9.4 Close both valves and purge the sample for 30.0±0.1 minutes. Monitor and control the temperature of the purge device to obtain 85±1°C.

9.5 After the 30-minute purge time, attach the trap to the chromatograph, and adjust the device to the desorb mode. Introduce the trapped materials to the GC column by rapidly hearing the trap to 170°C while backflushing the trap with helium at 45 ml/min for 5 minutes. The backflushing time and gas flow rate must be carefully reproduced from sample to sample. During blackflushing the chromatographic column is held at 100°C. Record GC retention time from the beginning of desorption.

9.6 While the trap is being desorbed into the gas chromatograph, empty the purging chamber using the sample introduction syringe. Wash the chamber with two 5 ml flushes of organic-free water.

9.7 After desorbing the sample for 5 minutes recondition the trap by returning the purge and trap device to the purge mode and begin the GC progrm. Wait 15 seconds then close the syringe valve on the purging device to begin gas flow through the trap. Maintain the trap temperature at 170°C. After approximately seven minutes turn off the trap heater and open the syringe valve to stop the gas flow through the trap. when cool the trap is ready for the next sample.

9.8 Table 1 summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. An example of the separation achieved by this column is shown in Figure 5. Calibrate the system daily by analysis of a minimum of three concentrations levels of calibration standards.

10. *Calculations.*

10.1 Determine the concentration of individual compounds directly from calibrations plots of concentration (ug/l) vs. peak height or area units.

10.2 Report results in micrograms per liter. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

11. *Accuracy and precision*

The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

1. Bellar, T.A., and J.J. Lichtenberg, Journal American Water Works Association, Vol. 66, No. 12, Dec. 1974, pp. 739–744.

2. Bellar, T.A., and J.J. Lichtenberg, "Semi-Automated Headspace Analysis of Drinking Waters and Industrial Waters for Purgeable Volatile Organic Compounds," Proceeding from ASTM Symposium on Measurement of Organic pollutants in Water and wastewater, June 1976 (In Press).

3. "Development and application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 11–Purgeables and Category 12–Acrolein, Acrylonitrile, and Dichlorodifluoromethane." Report for EPA Contract 68–03–2635 (In preparation).

4. Going, John, et al., "Environmental Monitoring Near Industrial Sites–Acrylonitrile," EPA Report No. 560/6–79–003, 1979.

Table 1.—*Gas Chromatography by Heated Purge and Trap*

Compound [1]	Retention Time (min.)	Detection Limit ug/l [2]
Acrolein	7.6	2
Acrylonitrile	8.9	

[1] Column conditions: Chromosorb 101 80/100 mesh packed in a 6' × ⅛" O.D. stainless steel column with helium carrier gas at 45 ml/min flow rate. Column temperature is held at 100° C for 5 minutes during trap desorption, then programmed at 10 ° C/min to 140 °C and held for 5 minutes.

[2] Detection limit is estimated, based upon the use of a flame ionization detector.

BILLING CODE 6560-01-M

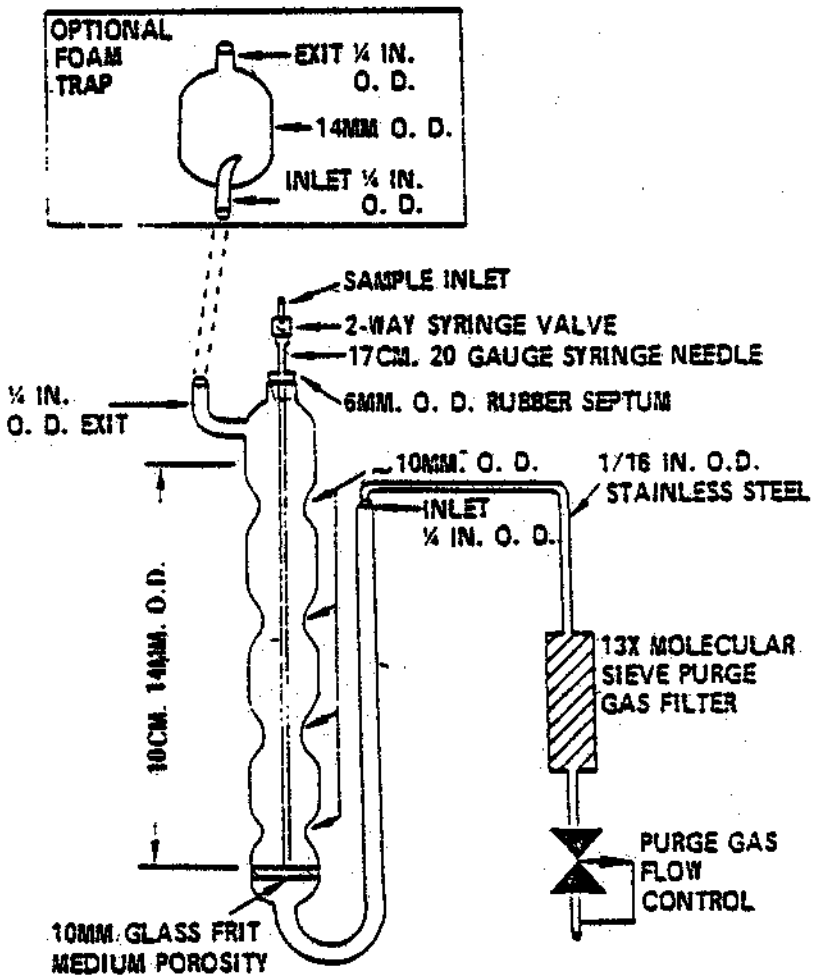


Figure 1. Purging device

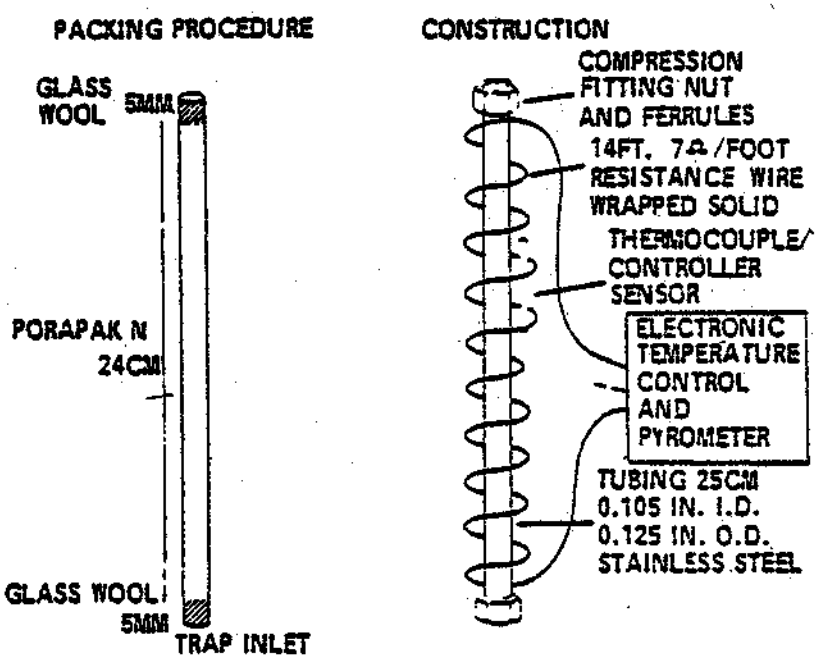


Figure 2. Trap packings and construction to include desorb capability

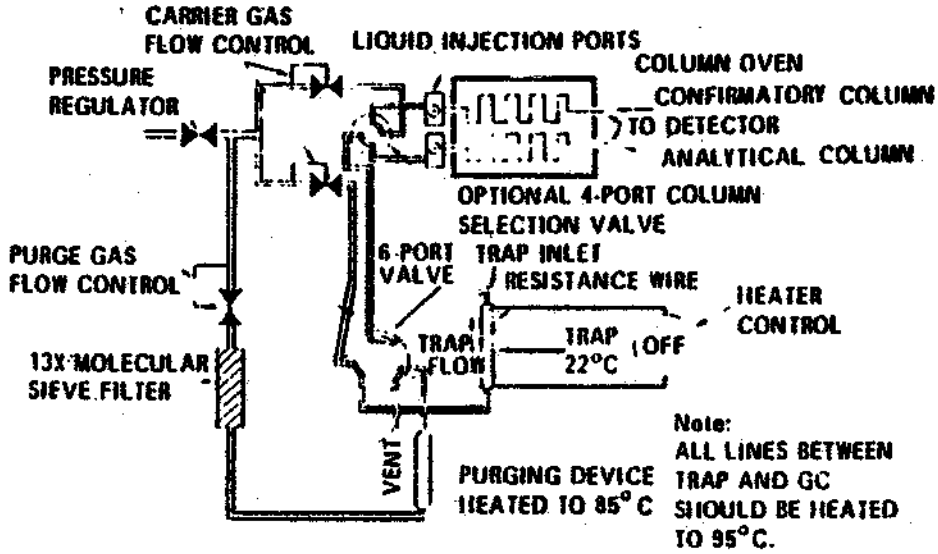


Figure 3. Schematic of purge and trap device - purge mode

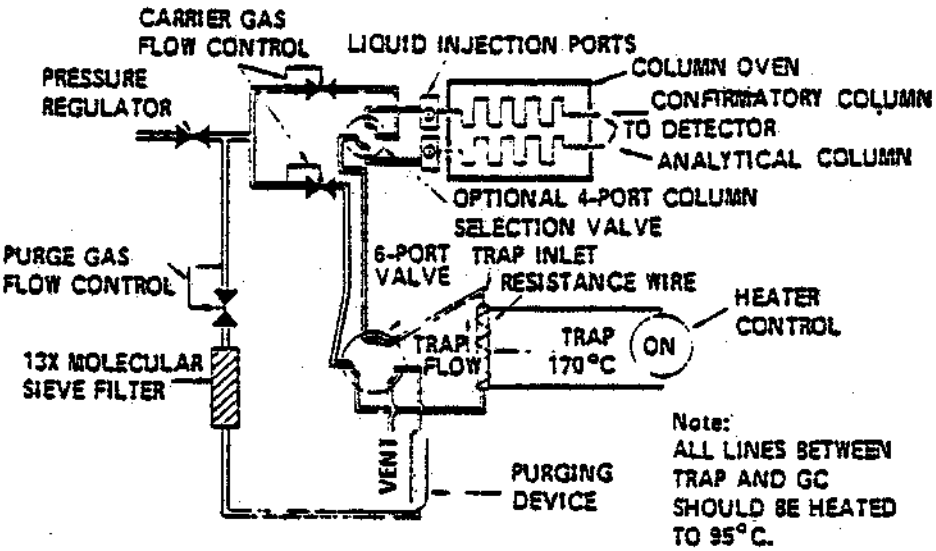


Figure 4. Schematic of purge-and trap device - desorb mode

BILLING CODE 6560-01-C

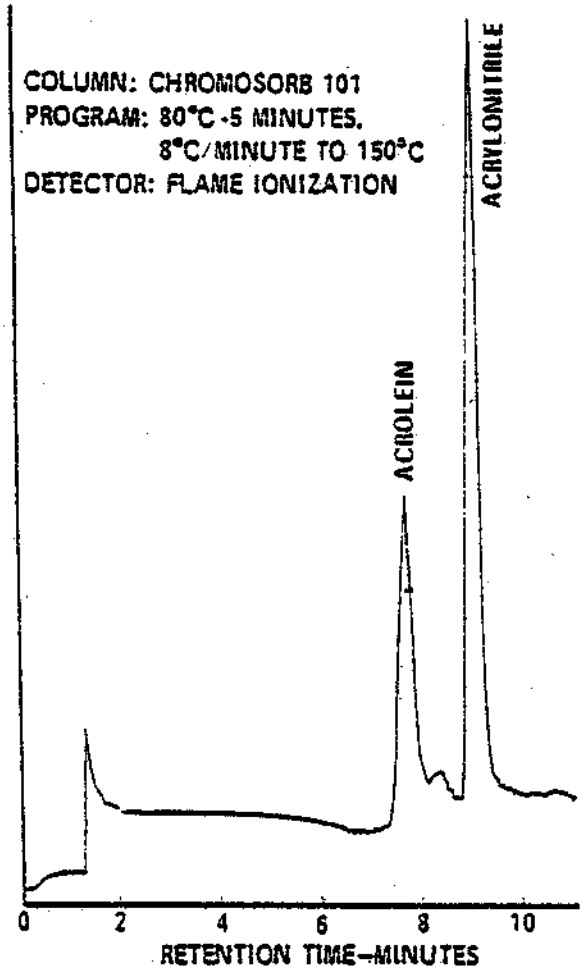


Figure 5. Gas chromatogram of acrolein and acrylonitrile

Phenols—Method 604

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of various phenolic compounds. The following parameters may be determined by this method:

Parameter	Storet No.
4-Chloro-3-methylphenol	34452
2-Chlorophenol	34586
2,4-Dichlorophenol	34601
2,4-Dimethylphenol	34606
2,4-Dinitrophenol	34616
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	34657
2-Nitrophenol	34591
4-Nitrophenol	34646
Pentachlorophenol	39094
Phenol	34694
2,4,6-Trichlorophenol	34621

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I represent sensitivities that can be achieved in wastewaters with a flame ionization detector in the absence of interferences. If the derivatization cleanup is required, the sensitivity of the method is 10 μg/l. This concentration represents the minimum amount proven to date to give reproducible and linear response during derivatization.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is acidified and extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried and concentrated to a volume of 10 ml or less. Flame ionization gas chromatographic conditions are described which allow for the measurement of the compounds in the extract.

2.2 The method also provides for the preparation of pentafluorobenzylbromide (PFB) derivatives for electron capture gas chromatography with additional cleanup procedures to aid the analyst in the elimination of interferences.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While general cleanup techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup approaches to achieve the sensitivities stated in Table I.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minumum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in this system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID Pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4. Kuderna-Danish (K-D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K-570050-1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K-57001-0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K-662750-0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K-503000-0121 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K-569001-0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips—solvent extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2°C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including flame ionization and electron capture detector, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.7 Chromatographic column—10 mm ID by 100 mm length, with Teflon stopcock.

4.8 Reaction vial—20 ml, with Teflon-lined cap.

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid—(1+1) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 (ACS) with distilled water.

5.1.3 Sodium thiosulfate—(ACS) Granular.

5.2 Methylene chloride, acetone, 2-propanol, hexane, toluene—Pesticide quality or equivalent.

5.3 Sodium sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400° C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/μl by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality 2-propanol and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Sulfuric acid—(ACS) 1 N in distilled water.

5.6 Potassium carbonate—(ACS) powdered.

5.7 Pentafluorobenzyl bromide (a-Bromopentafluorotoluene)—97% minimum purity.

5.8 1,4,7,10,13,16—Hexaoxacyclooctadecane (18-crown 6)—98% minimum purity.

5.9 Derivatization reagent—Add 1 ml pentafluorobenzyl bromide and 1 gram 18 crown 6 to a 50 ml volumetric flask and dilute to volume with 2-propanol. Prepare fresh weekly.

5.10 Silica gel—(ACS) 100/200 mesh, grade 923; activated at 130°C and stored in a sesiccator.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards for the flame ionization detector that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitude that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/l in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/l, 50 μg/l, 100 μg/l, 500 μg/l, etc. so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detector and the linear range of the analytical system for each compound.

6.3 Before using the derivatization clean up procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate the precision of the derivatization and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. At the sampling location fill the glass container with sample. Add 35 mg of sodium thiosulfate per part per million free chlorine per liter. Adjust the sample pH to approximately 2, as measured by pH paper, using appropriate sulfuric acid

solution or 10N sodium hydroxide. Record the volume of acid used on the sample identification tag so the sample volume can be corrected later.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction.*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Adjust the sample pH to 12 with sodium hydroxide.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for one minute with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechnical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Discard the methylene chloride layer, and wash the sample with an additional two 60 ml portions of methylene chloride in similar fashion.

9.3 Adjust the aqueous layer to a pH of 1–2 with sulfuric acid.

9.4 Add 60 ml of methylene chloride to the sample and shake for two minutes. Allow the solvent to separate from the sample and collect the methylene chloride in a 250 ml Erlenmeyer flask.

9.5 Add a second 60 ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.6 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract the through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K-D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20–30 ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.7 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride to the top. Place the K-D apparatus on a hot water bath (60–65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the appartus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.

9.8 Increase the temperature of the hot water bath to 95–100°C. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml of 2-propanol. A 5-ml syringe is recommended for this operation. Attach a micro-Snyder column to the concentrator tube and prewet the column by adding about 0.5 ml 2-propanol to the top. Place the micro-K-D apparatus on the water bath so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete concentration in 5–10 minutes. At the proper rate of distillation, the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of the liquid reaches 2.5 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Add an additional 2 ml of 2-propanol through the top of the micro-Snyder column and resume concentrating as before. When the apparent volume of liquid reaches 0.5 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a minimum amount of 2-propanol. Adjust the extract volume to 1.0 ml. Stopper the concentrator tube and store in refrigerator, if further processing will not be performed immediately. If the sample extract requires no further cleanup, proceed with flame ionization gas chromatographic analysis. If the sample requires cleanup, proceed to section 11.

9.9 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000 ml graduated cylinder. After correction for sulfuric acid preservative, record the sample volume to the nearest 5 ml.

10. *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector.*

10.1 Table I summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. An example of the separation achieved by one of these columns is shown in Figure 1. Calibrate the gas chromatographic system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

10.2 Inject 2–5 μl of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units.

10.3 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

10.4 If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, the phenols must be derivatized and analyzed by electron capture gas chromatography.

11. *Derivatization and Electron Capture Gas Chromatography.*

11.1 Pipet a 1.0 ml aliquot of the 2-propanol solution of standard or sample extract into a glass reaction vial. Add 1.0 ml derivatization reagent. This is a sufficient amount of reagent to derivatize a solution whose total phenolic content does not exceed 0.3 mg/ml.

11.2 Add about 3 mg of potassium carbonate to the solution and shake gently.

11.3 Cap the mixture and heat it for 4 hours at 80°C in a hot water bath.

11.4 Remove the solution from the hot water bath and allow it to cool.

11.5 Add 10 ml hexane to the reaction vial and shake vigorously for one minute. Add 3.0 ml of distilled, deionized water to the reaction vial and shake for two minutes.

11.6 Decant organic layer into a concentrator tube and cap with a glass stopper.

11.7 Pack a 10 mm ID chromatographic column with 4.0 grams of activated silica gel. After settling the silica gel by tapping the column, add about two grams of anhydrous sodium sulfate to the top.

11.8 Pre-elute the column with 6 ml hexane. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, pipet onto the column 2.0 ml of the hexane solution (11.6) that contains the derivatized sample or standard. Elute the column with 10.0 ml of hexane (Fraction 1) and discard this fraction. Elute the column, in order, with: 10.0 ml 15% toluene in hexane (Fraction 2); 10.0 ml 40% toluene in hexane (Fraction 3); 10.0 ml 75% toluene in hexane (Fraction 4); and 10.0 ml 15% 2-propanol in toluene (Fraction 5). Elution patterns for the phenolic derivatives are shown in Table II. Fractions may be combined as desired, depending upon the specific phenols of interest or level of interferences.

11.9 Analyze the fractions by electron capture gas chromatography.

Table II summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times that should be achieved by this method. Examples of the separation achieved by this column is shown in Figure 2. Calibrate the system daily with a minimum of three aliquots of calibration standards, containing each of the phenols of interest that are derivatized according to the procedure.

11.10 Inject 2–5 μl of the column fractions using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units. If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

12. *Calculations*

12.1 Determine the concentration of individual compounds measured by the flame ionization procedure (without derivatization) according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)\ (B)\ (V_t)}{(V_i)\ (V_s)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units

V_i = Volume of extract injected (μl)

V_t = Volume of total extract (μl)

V_s = Volume of water extracted (μl)

12.2 Determine the concentration of individual compounds measured by the derivatization and electron capture procedure according to the following procedure:

12.2.1 From the concentration of the calibration standards that were derivatized with the samples, calculate the amounts, in nanograms, of underivatized phenols that were added as 2-propanol solution (11.1). From the size of the injection into the electron capture gas chromatograph, determine the nanograms of material (calculated as the underivatized phenol) injected onto the column. Compare the detector responses obtained to develop a calibration factor for the chromatographic system, in nanograms of material per area unit.

12.2.2 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)(B)(V_t)(10)(D)}{(V_i)(V_s)(C)(E)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit, calculated as underivatized phenol.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units.

V_i = Volume of eluate injected (μl)

V_t = Total volume of column eluate (μl)

V_s = Volume of water extracted (ml)

C = Volume of hexane sample solution added to cleanup column, in ml.

D = Total volume of 2-propanol extract after concentration.

E = Volume of 2-propanol extract used for derivatization.

12.3 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

13. *Accuracy and Precision*

13.1 The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

"Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 3—Chlorinated Hydrocarbons and Category 8—Phenols." Report for EPA Contract 68–03–2625 (In preparation).

Table I.— *Flame Ionization Gas Chromatography of Phenols*

Compound [1]	Retention time	Detection limit (μg/L) [2]
2-Chlorophenol	1.70	2.0
2-Nitrophenol	2.00	2.5
Phenol	3.01	1.4
2,4-Dimethylphenol	4.03	1.7
2,4-Dichlorophenol	4.30	2.1
2,4,6-Trichlorophenol	5.06	5.0
4-Chloro-3-methylphenol	7.50	8.2
2,4-Dinitrophenol	10.00	7.0
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	10.24	10.0
Pentachlorophenol	12.42	10.0
4-Nitrophenol	24.25	10.0

[1] Column conditions: Supelcoport 80/100 mesh coated with 1% SP–1240 DA in 6 ft long×2 mm ID glass column with nitrogen carrier gas at 30 ml/min flow rate. Column temperature is 80°C at injection, programmed immediately at 8°C/min to 150°C final temperature.

[2] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five times the GC background noise, assuming a 10 ml final extract volume of the 1 liter sample extract, and assuming a GC injection of 5 microliters.

Table II.—*Electron Capture Gas Chromatography of PFB Derivatives*

Parent compound [1]	Retention time (minutes)	Recovery percent by fraction [2]				
		1	2	3	4	5
2-chlorophenol	3.3			90	>1	
2-nitrophenol	9.1				9	90
Phenol	1.8			90	10	
2,4-Dimethylphenol	2.9			96	7	
2,4-Dichlorophenol	5.8			95	>1	
2,4,6-Trichlorophenol	7.0		50	50		
4-Chloro-2-methylphenol	4.8			84	14	
Pentachlorophenol	28.8		75	20		
4-Nitrophenol	14.0				>1	90
(2,4-Dinitrophenol)	[3] 46.9					
(2-Methyl-4,6-dinitrophenol	[3] 36.6					

[1] Column conditions: Chromosorb W-AW-DMCS 80/100 mesh coated with 5% OV-17 packed in a 1.8 m long x 2.0 mm ID glass column with 5% methane/95% argon carrier gas at 30 ml/min flow rate. Column temperature is 200°C.

[2] From: "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Categories 3-Chlorinated Hydrocarbons and Category 8-Phenols."

[3] Retention times included for qualitative information only. The lack of accuracy and precision of the derivatization reaction precludes the use of this approach for quantitative purposes.

BILLING CODE 6560–01–M

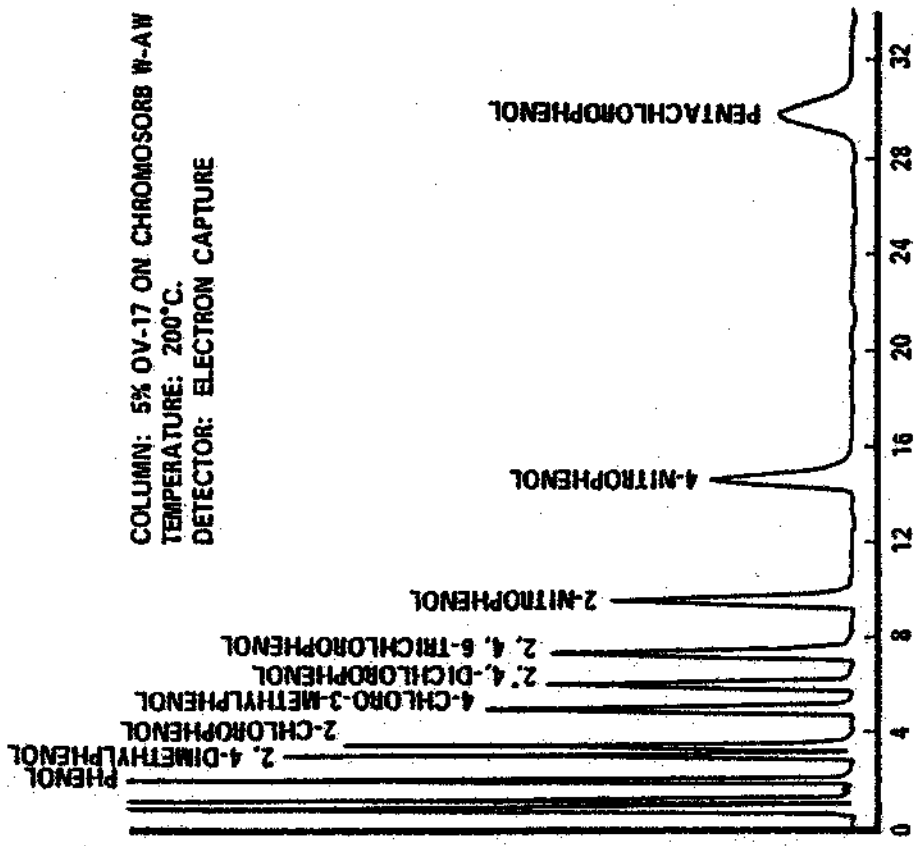


Figure 2. Gas chromatogram of PFB derivatives of phenols

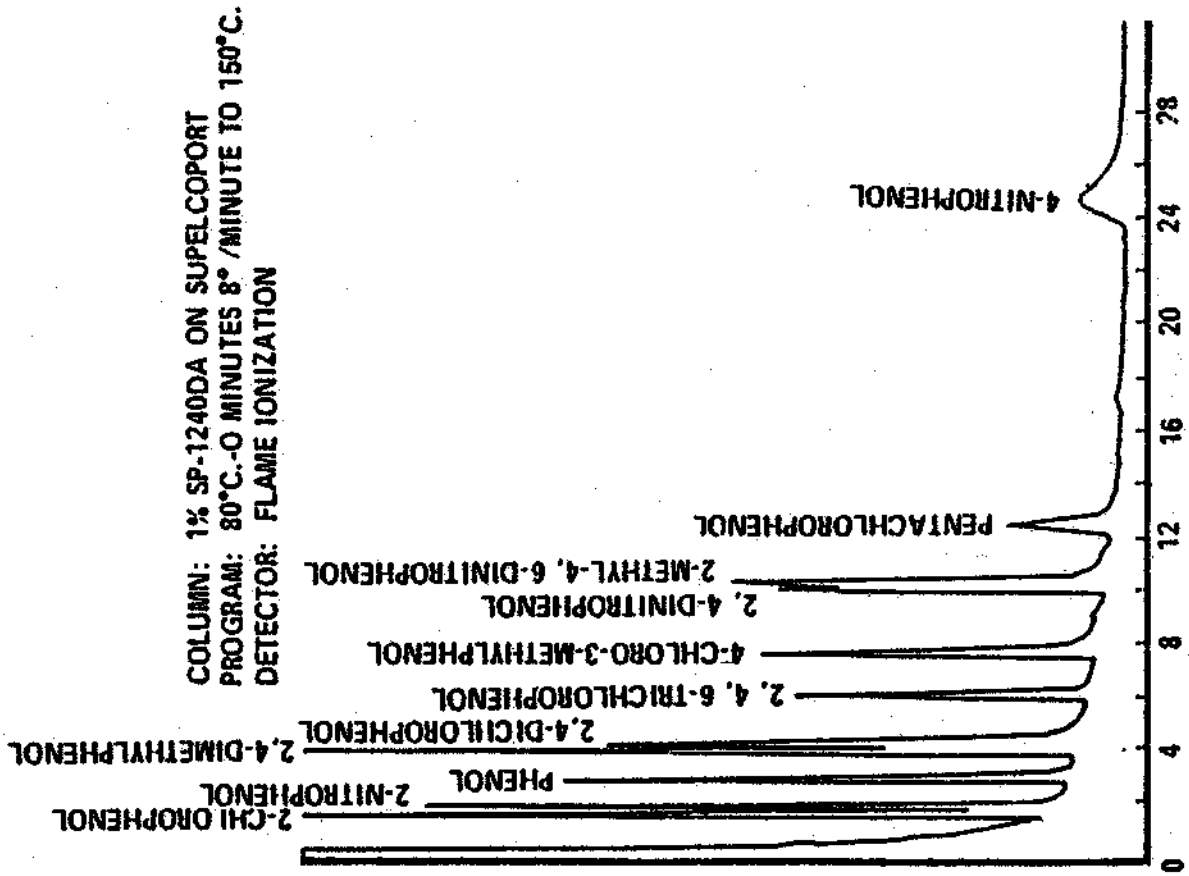


Figure 1. Gas chromatogram of phenols

BILLING CODE 6560-01-C

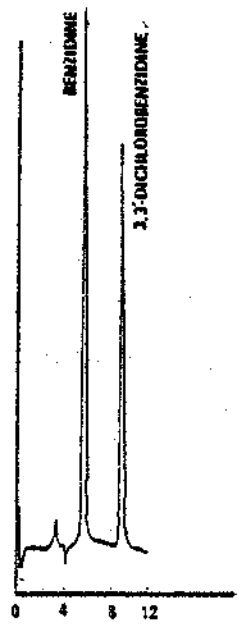


Figure 1. Liquid chromatogram of benzidines

Phthalate Esters—Method 606

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of certain phthalate esters. The following parameters may be determined by this method:

Parameter:	Stored No.
Benzyl butyl phthalate	34292
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	39100
Di-n-butyl phthalate	34110
Di-n-octyl phthalate	34596
Diethyl phthalate	34336
Dimethyl phthalate	34341

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I represent sensitivities that can be achieved in wastewaters in the absence of interferences.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried and concentrated to a volume of 10 ml or less. Chromatographic conditions are described which allow for the accurate measurement of the compounds in the extract.

2.2 If interferences are encountered, the method provides selected general purpose cleanup procedures to aid the analyst in their elimination.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the sample will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While general cleanup techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup approaches to achieve the sensitivities stated in Table I.

3.3 Phthalate esters contaminate many types of products commonly found in the laboratory. The analyst must demonstrate that no phthalate residues contaminate the sample or solvent extract under the conditions of the analysis. Of particular importance is the avoidance of plastics because phthalates are commonly used as plasticizers and are easily extracted from plastic materials. Serious phthalate contamination may result at any time if consistent quality control is not practiced.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Foil may be substituted if sample is not corrosive.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml. with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4 Kuderna-Danish (K–D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K–570050–1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 . Evaporative flask—500 ml (Kontes K–57001–0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K–662750–0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K503000–0121 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K–569001–0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips—solvent extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (± 2°C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including electron capture or flame ionization detector, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.7 Chromatography column—300 mm long × 10 mm ID with coarse fritted disc at bottom and Teflon stopcock (Kontes K–420540–0213 or equivalent).

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid—(ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.2 Methylene chloride—Pesticide quality or equivalent.

5.3 Sodium Sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/μl by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Diethyl Ether—Nanograde, redistilled in glass if necessary.

5.5.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.5.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips. After cleanup, 20 ml ethyl alcohol preservative must be added to each liter of ether.

5.6 Florisil—PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in dark in glass container with ground glass stoppers or foil-lined screw caps.

5.7 Alumina—Activity Super I, Neutral, W200 series. (ICN Life Sciences Group, No. 404583).

5.8 Hexane—Pesticide quality.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitudes that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/l in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/l, 50 μg/l, 100 μg/l, 500 μg/l, etc. so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detector and the linear range of the analytical system for each compound.

6.3 Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, the sample should be adjusted to a pH range of 6.0–8.0 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction.*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Check the ph of the sample pH with wide-range paper and adjust to within the range of 5–9 with sodium hydroide or sulfuric acid.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Collect the methylene chloride extract in a 250-ml Erlenmeyer flask.

9.3 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.4 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K–D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with

20–30 ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.5 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride to the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (60–65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertial position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.

9.6 Increase the temperature of the hot water bath to about 80°C. Momentarily remove the Snyder column, add 50 ml of hexane and a new boiling chip and reattach the Snyder column. Pour about 1 ml of hexane into the top of the Snyder column and concentrate the solvent extract as before. Elapsed time of concentration should be 5 to 10 minutes. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain at least 10 minutes while cooling. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml of hexane, and adjust the volume to 10 ml. A 5–ml syringe is recommended for this operation. Stopper the concentrator tube and store refrigerated if further processing will not be performed immediately. If the sample extract requires no further cleanup proceed with gas chromatographic analysis. If the sample requires cleanup, proceed to Section 10.

9.7 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000 ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5 ml.

10. *Cleanup and Separaton.*

10.1 If the entire extract is to be cleaned up by one of the following two procedures, it must be concentrated to about 2 ml. To the concentrator tube in 9.6, add a clean boiling chip and attach a two-ball micro-Snyder column. Prewet the column by adding about 0.5 ml hexane through the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (80°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 5–10 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches about 0.5 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with 0.2 ml of hexane. Proceed with one of the following cleanup procedures.

10.2 Florisil Column Cleanup for Phthalate Esters

10.2.1 Place 100 g of Florisil into a 500 ml beaker and heat for approximately 16 hours at 400°C. After heating transfer to a 500 ml reagent bottle. Tightly seal and cool to room temperature. When cool add 3 ml of distilled water which is free of phthalates and interferences. Mix thoroughly by shaking or rolling for 10 minutes and let it stand for at least 2 hours. Keep the bottle sealed tightly.

10.2.2 Place 10g of this Florisil preparation into a 10 mm ID chromatography column and tap the column to settle the Florisil. Add 1 cm of anhydrous sodium sulfate to the top of the Florisil.

10.2.3 Preelute the column with 40 ml of hexane. Discard this eluate and just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air transfer the 2 ml sample extract onto the column, using an additional 2 ml of hexane complete the transfer.

10.2.4 Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air add 40 ml hexane and continue the elution of the column. Discard this hexane eluate.

10.2.5 Next elute the phthalate esters with 100 ml of 20 percent ethyl ether/80 percent hexane (V/V) into a 500 ml K–D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Elute the column at a rate of about 2 ml per minute for all fractions. Concentrate the collected fraction by standard K–D technique. No solvent exchange is necessary. After concentration and cooling, adjust the volume of the cleaned up extract to 10 ml in the concentrator tube and analyze by gas chromatography.

10.3 Alumina Column Cleanup for Phthalate Esters

10.3.1 Place 100 g of alumina into a 500 ml beaker and heat for approximately 16 hours at 400° C. After heating transfer to a 500 ml reagent bottle. Tightly seal and cool to room temperature. When cool add 3 ml of distilled water which is free from phthalates and interferences. Mix thoroughly by shaking or rolling for 10 minutes and let it stand for at least 2 hours. Keep the bottle sealed tightly.

10.3.2 Place 10 g of this alumina preparation into a 10 mm ID chromatography column and tap the column to settle the alumina. Add 1 cm of anhydrous sodium sulfate to the top of the alumina.

10.3.3 Preelute the column with 40 ml of hexane. Discard this eluate and just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, transfer the 2 ml sample extract onto the column, using an additional 2 ml of hexane to complete the transfer.

10.3.4 Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air add 35 ml hexane and continue to elution of the column. Discard this hexane eluate.

10.3.5 Next elute the column with 140 ml of 20 percent ethyl ether/80 percent hexane (V/V) into a 500 ml K–D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Elute the column at a rate of about 2 ml per minute for all fractions. Concentrate the collected fraction by standard K–D technique. No solvent exchange is necessary. After concentration and cooling adjust the volume of the cleaned up extract to 10 ml in the concentrator tube and analyze by gas chromatography.

11. *Gas Chromatography.*

11.1 Table I summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. Examples of the separations achieved by the primary column are shown in Figures 1 and 2. Calibrate the system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

11.2 Inject 2–5 μl of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units.

11.3 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

11.4 If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

12. *Calculations.*

12.1 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)(B)(B_v)}{(V_t)(V_i)}$$

Where:
A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.
B = Peak size in injection of sample extract, in area units
V_s = Volume of extract injected (μl)
V_t = Volume of total extract (μl)
V_s = Volumeof water extracted (ml)

12.2 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

13. *Accuracy and Precision.*

13.1 The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting a interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

"Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 1-Phthalates." Report for EPA Contract 68-03-2606 (In preparation).

Table I—*Gas Chromatography of Phthalate Esters*

Compound	Retention time (min.)		Detection (μg/l)	
	Col. 1	Col. 2	EC [3]	FID
Dimethyl phthalate	2.03	0.95	0.11	19
Diethyl phthalate	2.62	1.27	0.13	31
Di-n-butyl phthalate	3.65	3.50	0.02	14
Benzyl butyl phthalate	*6.84	**5.11	0.02	15
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	*8.92	**10.5	0.04	20
Di-n-octyl phthalate	*16.2	1**8.0	0.11	31

* Supelcoport 100/120 mesh coated with 1.5% SP-2250/1.95% SP-2401 packed in a 180 cm long×4 mm ID glass column with carrier gas at 60 ml/min flow rate. Column temperature is 180°C except where * indicates 220°C. Under these conditions R.T. of Aldrin is 5.49 min. at 180°C and 1.84 min at 220°C.

** Supelcoport 100/120 mesh with 3% OV-1 in a 180 cm long×4 mm ID glass column with carrier gas at 60 ml/mig flow rate. Column temperature is 200°C except where ** indicates 220°C. Under these conditions R.T. of Aldrin is 3.18 min. at 200°C and 1.48 min. at 220°C.

[3] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five times the GC background noise, assuming a 10 ml final volume of the 1 liter sample extract, and assuming a GC injection of 5 microliters.

BILLING CODE 6560-01-M

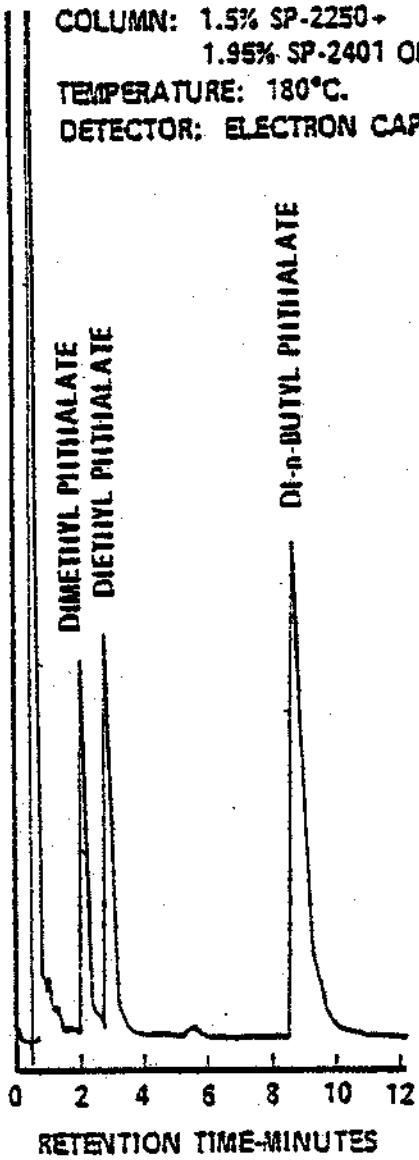


Figure 1. Gas chromatogram of phthalates

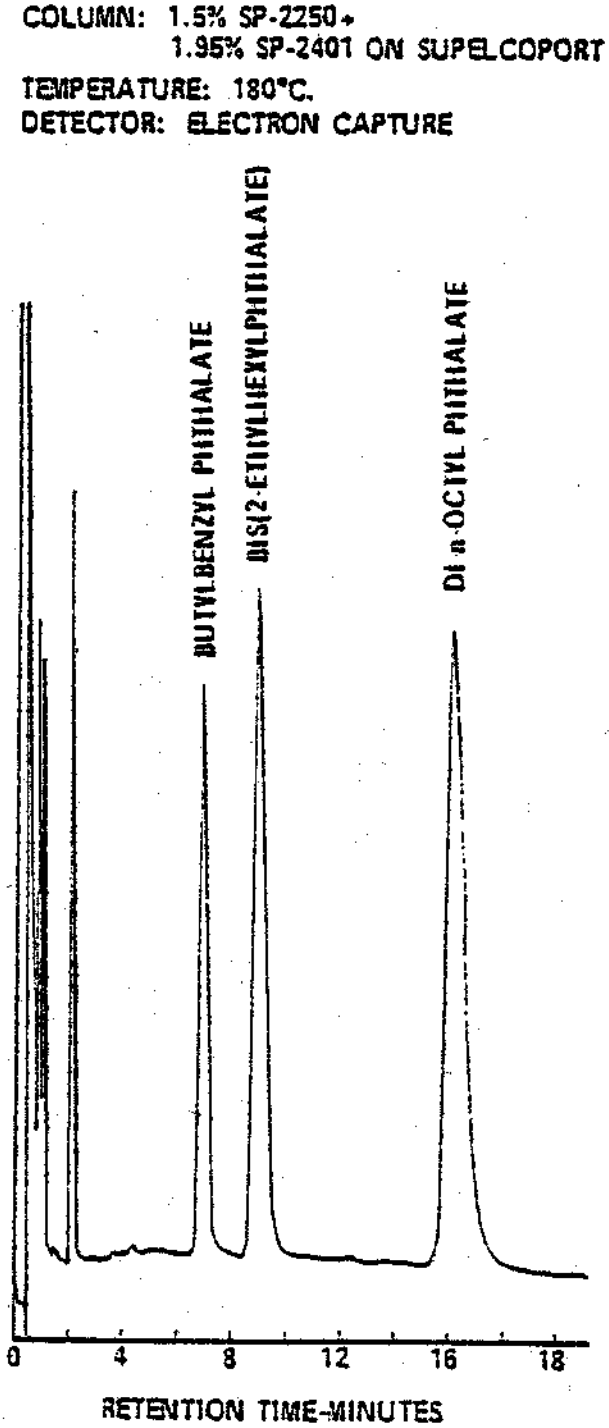


Figure 2. Gas chromatogram of phthalates

BILLING CODE 6560-01-C

Organochlorine Pesticides and PC3's—Method 608

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of certain organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls (PCBs). The following parameters may be determined by this method:

Parameter	Storet No.
Aldrin	39330
a-BHC	39337
b-BHC	39338
d-BHC	39259
g-BHC	39340
Chlordane	39350
4,4'-DDD	39310
4,4'-DDE	39320
4,4'-DDT	39300
Dieldrin	39380
Endosulfan I	34361
Endosulfan II	34356
Endosulfan Sulfate	34351
Endrin	39390
Endrin Aldehyde	34366
Heptachlor	39410
Heptachlor Epoxide	39420
Toxaphene	39400
PCB-1016	34671
PCB-1221	39488
PCB-1232	39492
PCB-1242	39496
PCB-1248	39500
PCB-1254	39504
PCB-1260	39508

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I represent sensitivities that can be achieved in wastewaters in the absence of interferences.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried and concentrated to a volume of 10 ml or less. Chromatographic conditions are described which allow for the accurate measurement of the compounds in the extract.

2.2 If interferences are encountered, the method provides selected general purpose cleanup procedures to aid the analyst in their elimination.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While general cleanup techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup approaches to achieve the sensitivities stated in Table 1.

3.3 Glassware must be scrupulously clean. Clean all glassware as soon as possible after use by rinsing with the last solvent used. This should be followed by detergent washing in hot water. Rinse with tap water, distilled water, acetone and finally pesticide quality hexane. Heavily contaminated glassware may require treatment in a muffle furnace at 400°C for 15 to 30 minutes. Some high boiling materials, such as PCBs, may not be eliminated by this treatment. Volumetric ware should not be heated in a muffle furnace. Glassware should be sealed/stored in a clean environment immediately after drying or cooling to prevent any accumulation of dust or other contaminants. Store inverted or capped with aluminum foil.

3.4 Interferences by phthalate esters can pose a major problem in pesticide analysis. These materials elute in the 15% and 50% fractions of the Florisil cleanup. They usually can be minimized by avoiding contact with any plastic materials. The contamination from phthalate esters can be completely eliminated with the use of a microcoulometric or electrolytic conductivity detector.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Foil may be substituted if sample is not corrosive.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4 Kuderna-Danish (K-D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K-570050-1025 or equivalent). Calibration must be checked at 1.0 and 10.0 ml level. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K-57001-0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K-662750-0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K503000-0121 or equivalent).

4.4.4 Boiling chips—extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2°C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required acessories including electron capture or halogen-specific detector, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.7 Chromatographic column—Pyrex, 400 mm × 25 mm OD, with coarse fritted plate and Teflon stopcock (Kontes K-42054-213 or equivalent).

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid (1+1)—(ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.2 Methylene chloride—Pesticide quality or equivalent.

5.3 Sodium Sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/μl by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Boiling chips—Hengar granules (Hengar Co.; Fisher Co.) or equivalent.

5.6 Mercury—triple distilled.

5.7 Aluminum oxide—basic or neutral, active.

5.8 Hexane—pesticide residue analysis grade.

5.9 Isooctane (2,2,4-trimethyl pentane)—pesticide residue analysis grade.

5.10 Acetone—pesticide residue analysis grade.

5.11 Diethyl ether—Nanograde, redistilled in glass if necessary.

5.11.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y., 10523).

5.1.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips. After cleanup 20 ml ethyl alcohol preservative must be added to each liter of ether.

5.12 Florisil—PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use activate each batch at least 16 hours at 130°C in a foil covered glass container.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitude that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/l in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/l, 50 μg/l, 100 μg/l, 500 μg/l, etc., so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detector and the linear range of the analytical system for each compound.

6.3 The cleanup procedure in Section 10 utilizes Florisil chromatography. Florisil from different batches or sources may vary in absorption capacity. To standardize the amount of Florisil which is used, the use of lauric acid value (Mills, 1968) is suggested. The referenced procedure determines the adsorption from hexane solution of lauric acid (mg) per gram Florisil. The amount of Florisil to be used for each column is calculated by dividing this factor into 110 and multiplying by 20 grams.

6.4 Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, the sample should be adjusted to a pH range of 6.0–8.0 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction.*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Check the pH of the sample with wide-range pH paper and adjust to within the range of 5–9 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must enploy mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Collect the methylene chloride extract in a 250–ml Erlenmeyer flask.

9.3 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.4 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K–D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20–30 ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.5 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride to the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (60–65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.

9.6 Increase the temperature of the hot water bath to about 80°C. Momentarily remove the Snyder column, add 50 ml of hexane and a new boiling chip and reattach the Snyder column. Pour about 1 ml of hexane into the top of the Snyder column and concentrate the solvent extract as before. The elapsed time of concentration should be 5 to 10 minutes. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain at least 10 minutes while cooling. Remove the Snyder column and rinse the flask and

its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml of hexane, and adjust the volume to 10 ml. A 5-ml syringe is recommended for this operation. Stopper the concentrator tube and store refrigerated if further processing will not be performed immediately. If the sample extract requires no further cleanup, proceed with gas chromatographic analysis. If the sample requires cleanup, proceed to Section 10.

9.7 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000 ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5 ml.

10. *Cleanup and Separation.*

10.1 Cleanup procedures are used to extend the sensitivity of a method by minimizing or eliminating interferences that mask or otherwise disfigure the gas chromatographic response to the pesticides and PCB's. The Florisil column allows for a select fractionation of the compounds and will eliminate polar materials. Elemental sulfur interferes with the electron capture gas chromatography of certain pesticides but can be removed by the techniques described below.

10.2 Florisil Column Cleanup

10.2.1 Add a weight of Florisil, (nominally 21g,) predetermined by calibration (6.3, 6.4), to a chromatographic column. Settle the Florisil by tapping the column. Add sodium sulfate to the top of the Florisil to form a layer 1–2 cm deep. Add 60 ml of hexane to wet and rinse the sodium sulfate and Florisil. Just prior to exposure of the sodium sulfate to air, stop the elution of the hexane by closing the stopcock on the chromatography column. Discard the eluate.

10.2.2 Adjust the sample extract volume to 10 ml and transfer it from the K–D concentrator tube to the Florisil column. Rinse the tube twice with 1–2 ml hexane, adding each rinse to the column.

10.2.3 Place a 500 ml K–D flask and clean concentrator tube under the chromatography column. Drain the column into the flask until the sodium sulfate layer is nearly exposed. Elute the column with 200 ml of 6% ethyl ether in hexane (Fraction 1) using a drip rate of about 5 ml/min. Remove the K–D flask and set aside for later concentration. Elute the column again, using 200 ml of 15% ethyl ether in nexane (Fraction 2), into a second K–D flask. Perform the third elution using 200 ml of 50% ethyl in hexane (Fraction 3). The elution patterns for the pesticides and PCB's are shown in Table II.

10.2.4 Concentrate the eluates by standard K–D techniques (9.5), substituting hexane for the glassware rinses and using the water bath at about 85° C. Adjust final volume to 10 ml with hexane. Analyze by gas chromatography.

10.3 Elemental sulfur will usually elute entirely in Fraction 1. To remove sulfur interference from this fraction or the original extract, pipet 1.00 ml of the concentrated extract into a clean concentrator tube or Teflon-sealed vial. Add 1–3 drops of mercury and seal. Agitate the contents of the vial for 15–30 seconds. Place the vial in an upright position on a reciprocal laboratory shaker and shake for 2 hours. Analyze by gas chromatography.

11. *Gas Chromatography.*

11.1 Table I summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. Examples of the separations achieved by these columns are shown in Figures 1 through 10. Calibrate the system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

11.2 Inject 2–5 μl of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units.

11.3 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

11.4 If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

12. *Calculations.*

12.1 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)(B)(V_t)}{(V_i)(V_s)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units

V_t = Volume of extract injected (μl)

V_t = Volume of total extract (μl)

V_s = Volume of water extracted (ml)

12.2 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

13. *Accuracy and Precision.*

13.1 The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

1. "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 10–Pesticides and PCB's." Report for EPA Contract 68–03–2606.

2. Mills, P. A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Absorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns," Journal of the Association of Official Analytical Chemists, *51*, 29 (1968).

Table I. —*Gas Chromatography of Pesticides and PCB's*

Parameter	Retention time (min) Col. 1 [1]	Col.2 [2]	Detection limit (μg/l) [3]
Aldrin	2.40	4.10	0.003
a-BHC	1.35	1.82	0.002
b-BHC	1.90	1.97	0.004
d-BHC	2.15	2.20	0.004
g-BHC	1.70	2.13	0.002
Chlordane	(*)	(*)	0.04
4,4†-DDD	7.63	9.09	0.012
4,4†-DDE	5.13	7.15	0.006
4,4†-DDT	9.40	11.75	0.016
Dieldrin	5.45	7.23	0.006
Endosulfan I	4.50	6.20	0.006
Endosulfan II	8.00	8.28	0.01
Endosulfan sulfate	14.22	10.70	0.03
Endrin	6.55	8.10	0.009
Endrin aldehyde	11.82	9.30	0.023
Heptachlor	2.00	3.35	0.002
Heptachlor epoxide	3.50	5.00	0.004
Toxaphene	(*)	(*)	0.40
PCB–1016	(*)	(*)	0.04
PCB–1221	(*)	(*)	0.10
PCB–1232	(*)	(*)	0.10
PCB–1242	(*)	(*)	0.05
PCB–1248	(*)	(*)	0.08
PCB–1254	(*)	(*)	0.08
PCB–1260	(*)	(*)	0.15

[1] Supelcoport 100/120 mesh coated with 1.5% SP–2250/1.95% SP–2401 packed in a 180 cm long x 4 mm ID glass column with 5% Methane/95% Argon carrier gas at 60 ml/min flow rate. Column temperature is 200°C.

[2] Supelcoport 100/120 mesh coated with 3% OV–1 in a 180 cm long x 4 mm ID glass column with 5% Methane/95% Argon carrier gas at 60 ml/min flow rate. Column temperature is 200°C.

[3] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five times the GC background noise, assuming a 10 ml final volume of the 1 liter sample extract, and assuming a GC injection of 5 microliters.

[4] Multiple peak response. See Figures 2–10.

Table II. —*Distribution and Recovery of Chlorinated Pesticides and PCBs Using Florisil Column Chromatography*

Parameter	Recovery (percent) by fraction [1]		
	1(6 pct.)	2 (15 pct.)	3 (50 pct.)
Aldrin	100		
a-BHC	100		
b-BHC	97		
d-BHC	98		
g-BHC	100		
Chlordane	100		
4,4'-DDD	99		
4,4'-DDE	98		
4e4'-DDT	100		
Dieldrin	0	100	
Endosulfan I	37	94	
Endosulfan II	0	7	91
Endosulfan sulfate	0	0	106
Endrin	4	96	
Endrin aldehyde	0	68	26
Heptachlor	100		
Heptachlor epoxide	100		
Toxaphene	96		
PCB-1016	97		
PCB-1221	97		
PCB-1232	96	4	
PCB-1242	97		
PCB-1248	103		
PCB-1254	90		
PCB-1260	95		

[1] From: "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 10-Pesticides and PCB's. Report for EPA Contract 68-03-2606."

BILLING CODE 6560-01-M

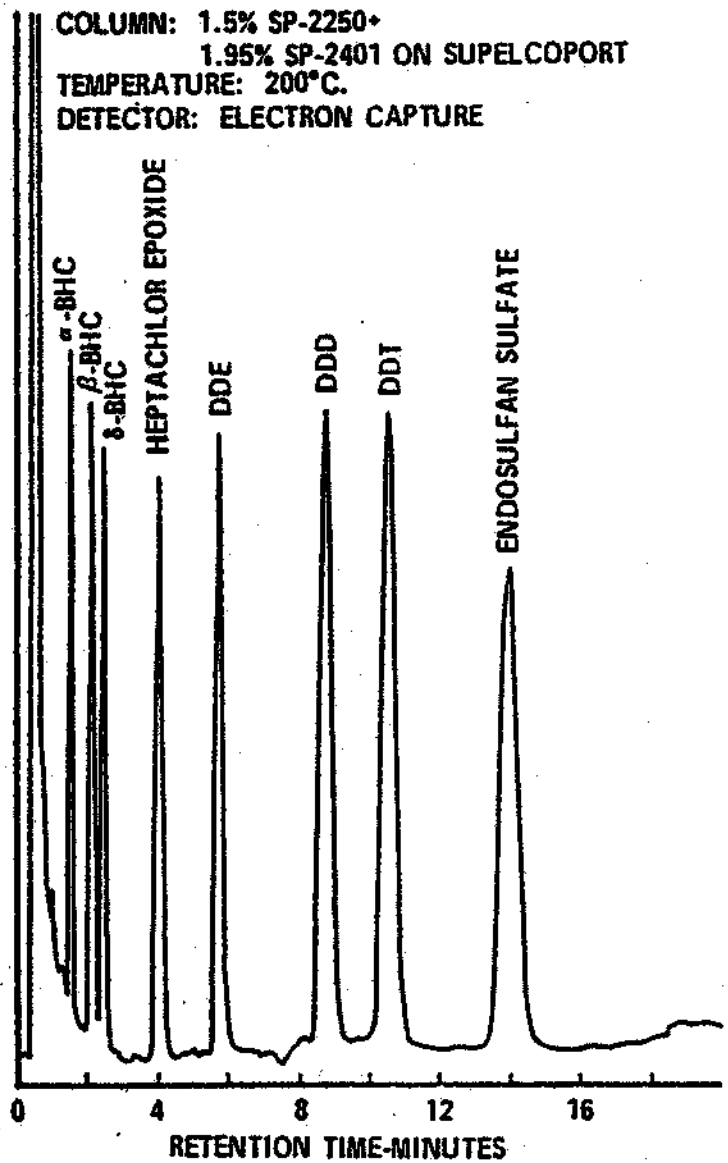


Figure 1. Gas chromatogram of pesticides

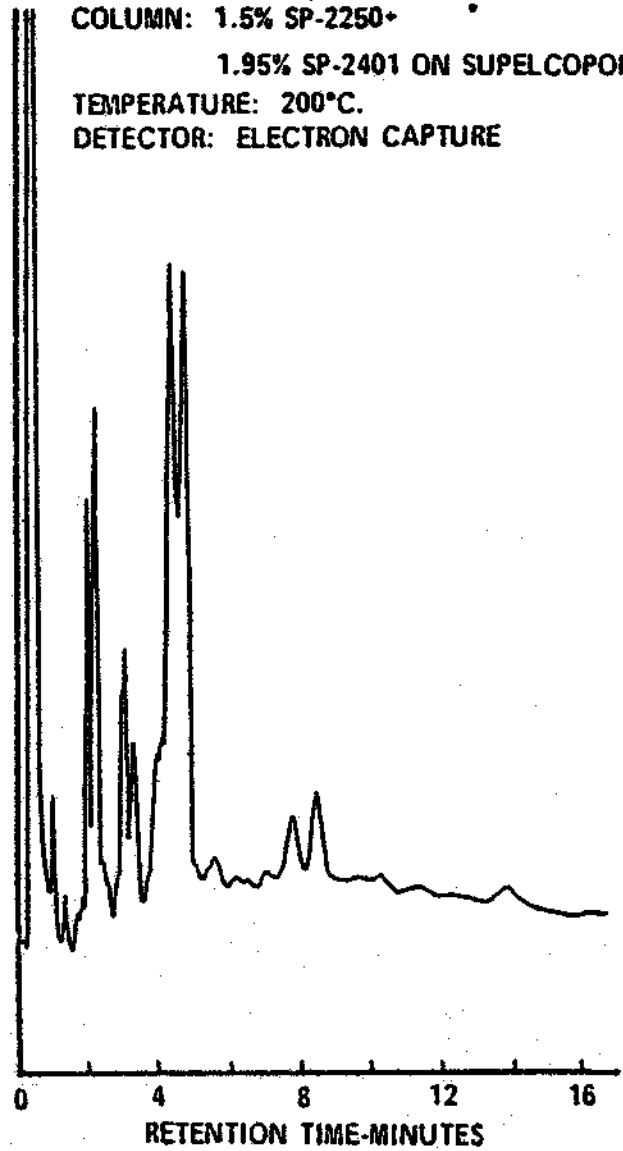


Figure 2. Gas chromatogram of chlordane

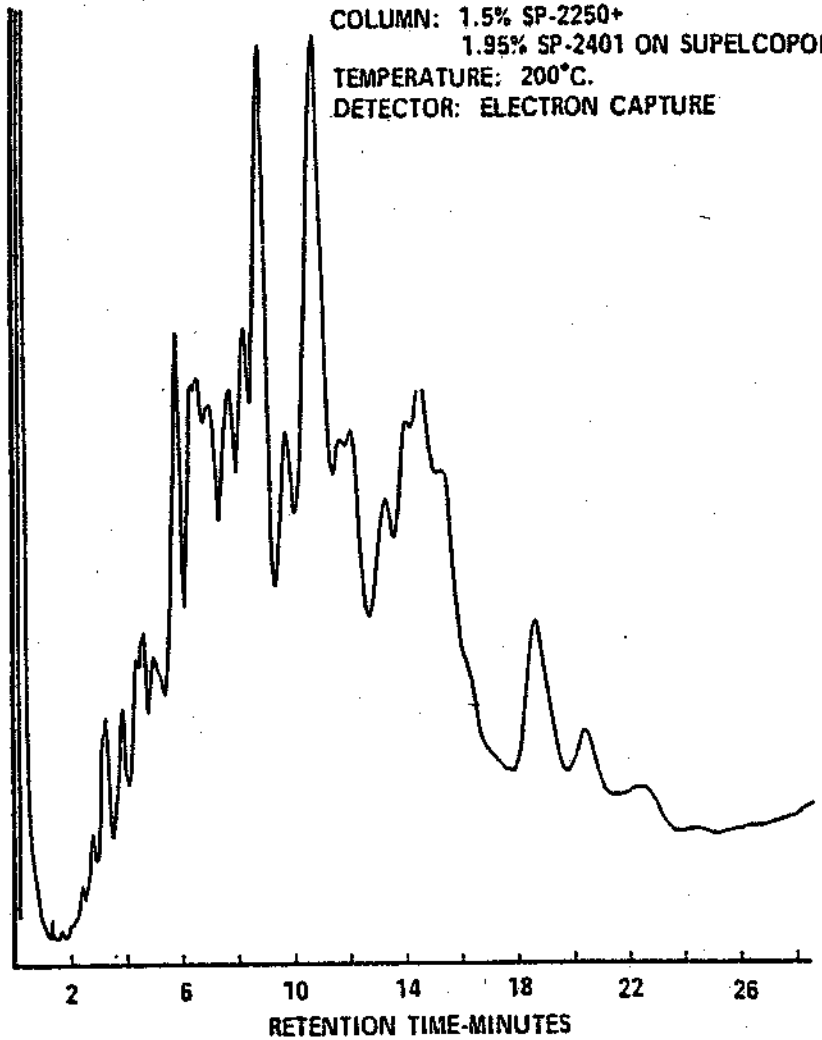


Figure 3. Gas chromatogram of toxaphene

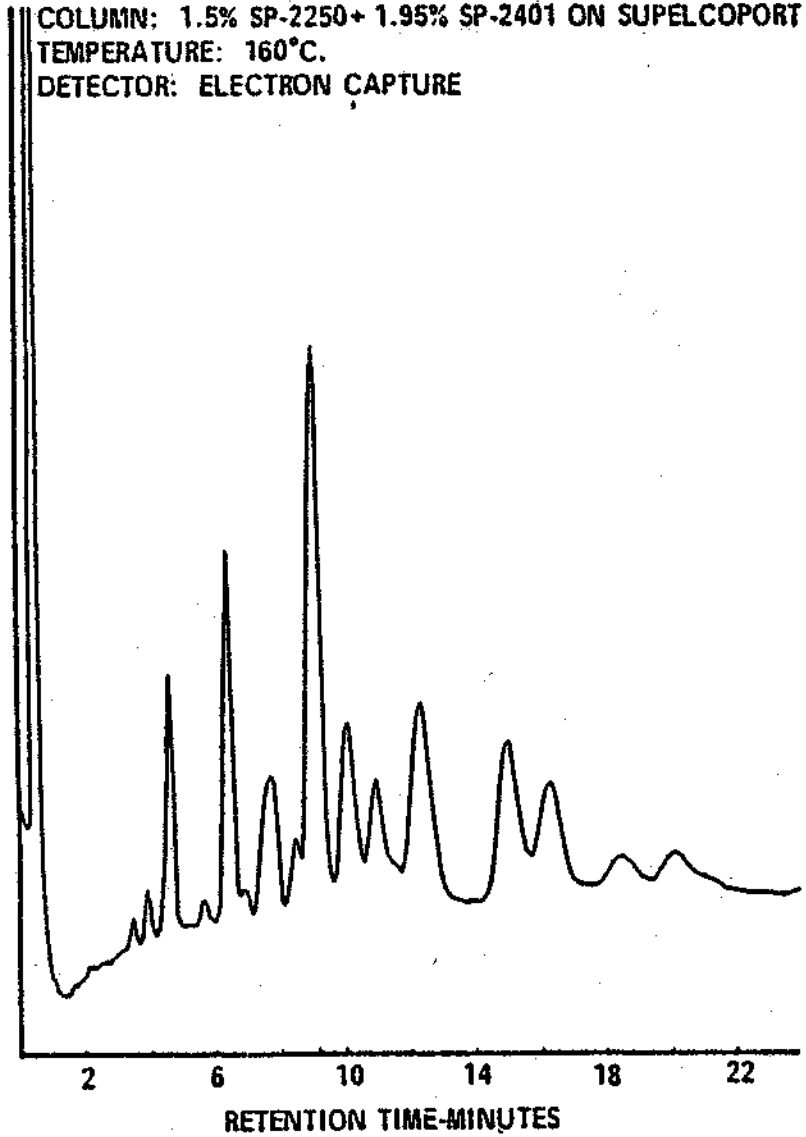


Figure 4. Gas chromatogram of PCB-1016

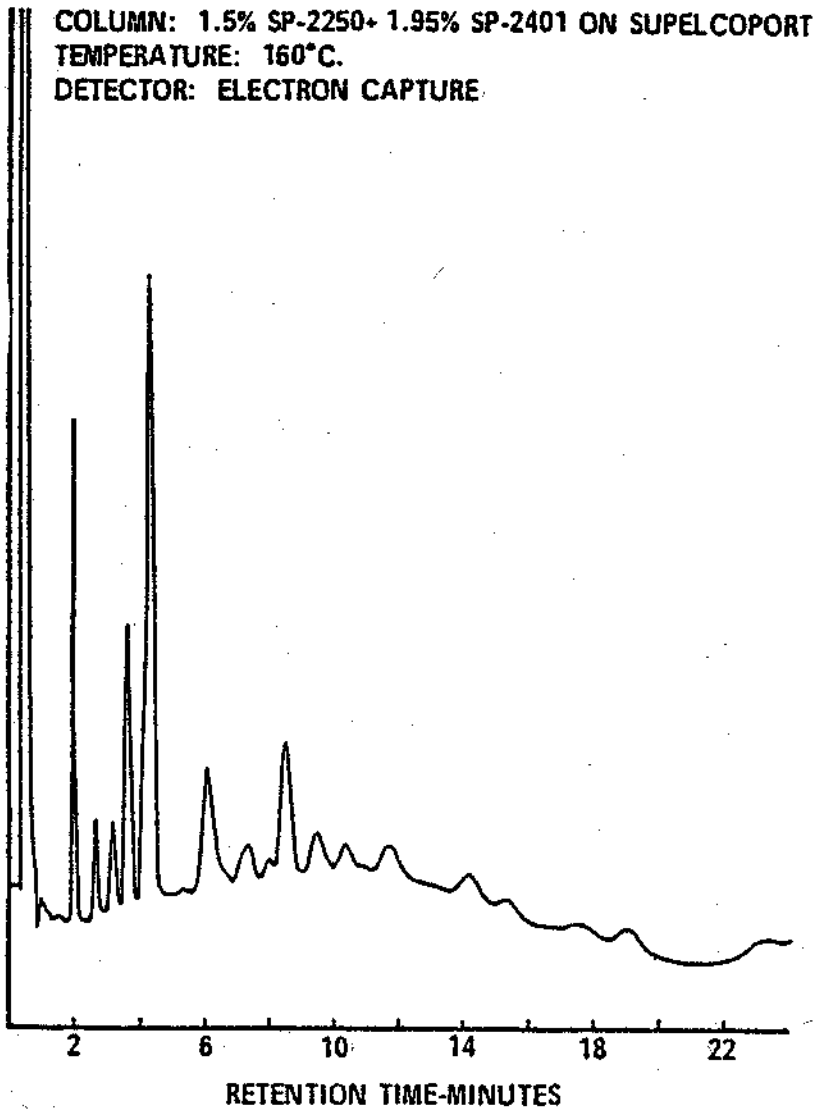


Figure 5. Gas chromatogram of PCB-1221

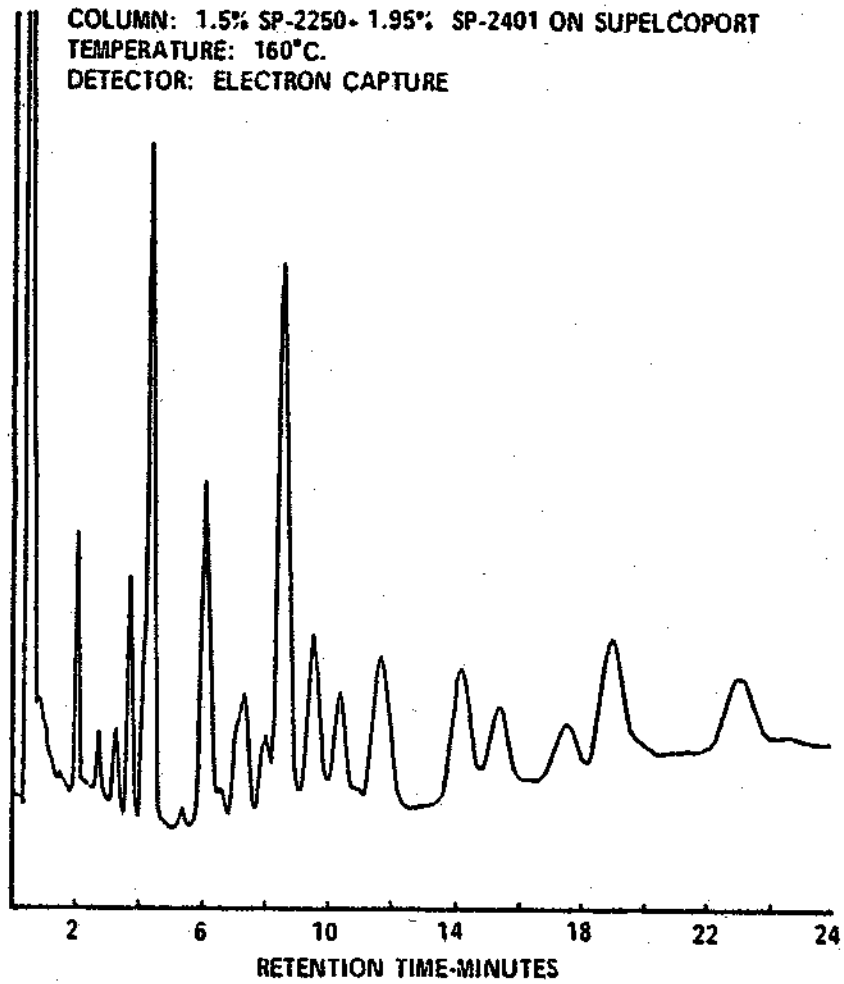


Figure 6. Gas chromatogram of PCB-1232

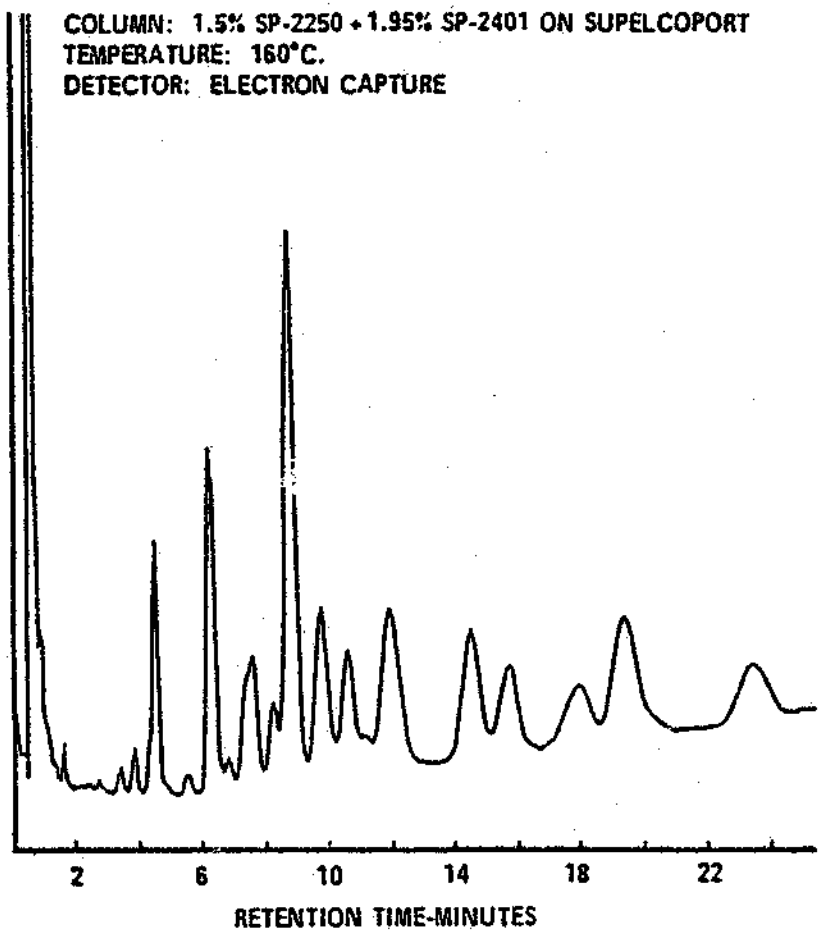


Figure 7. Gas chromatogram of PCB-1242

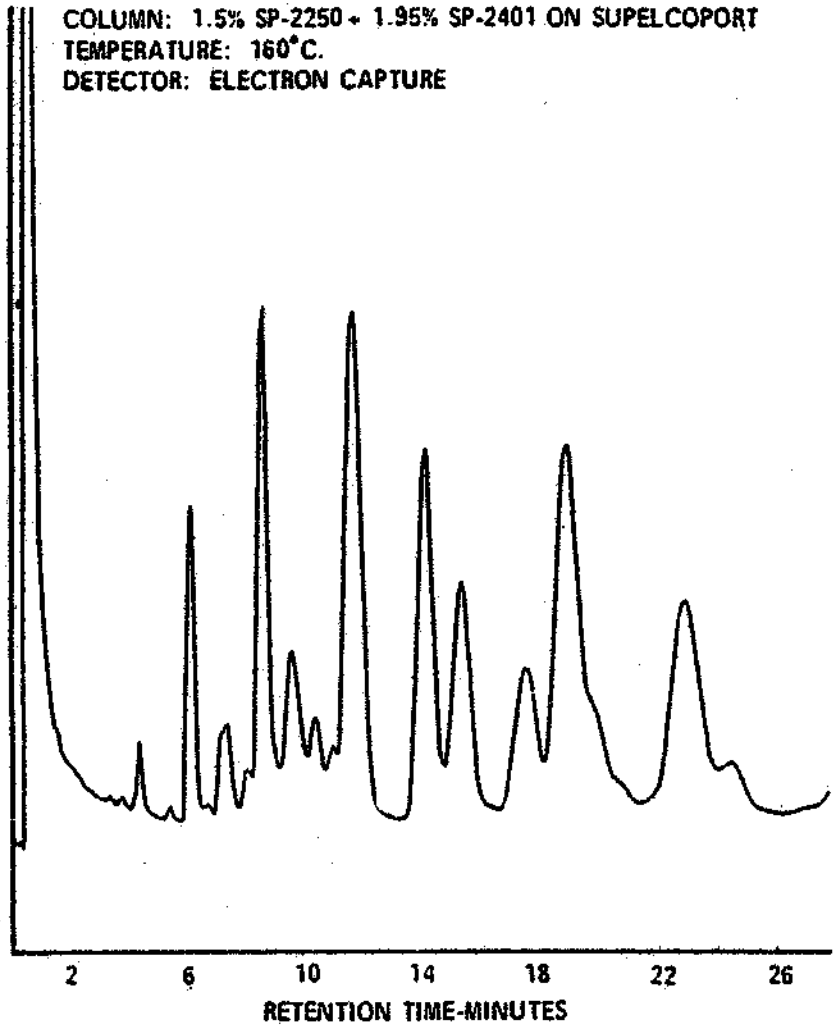


Figure 8. Gas chromatogram of PCB-1248

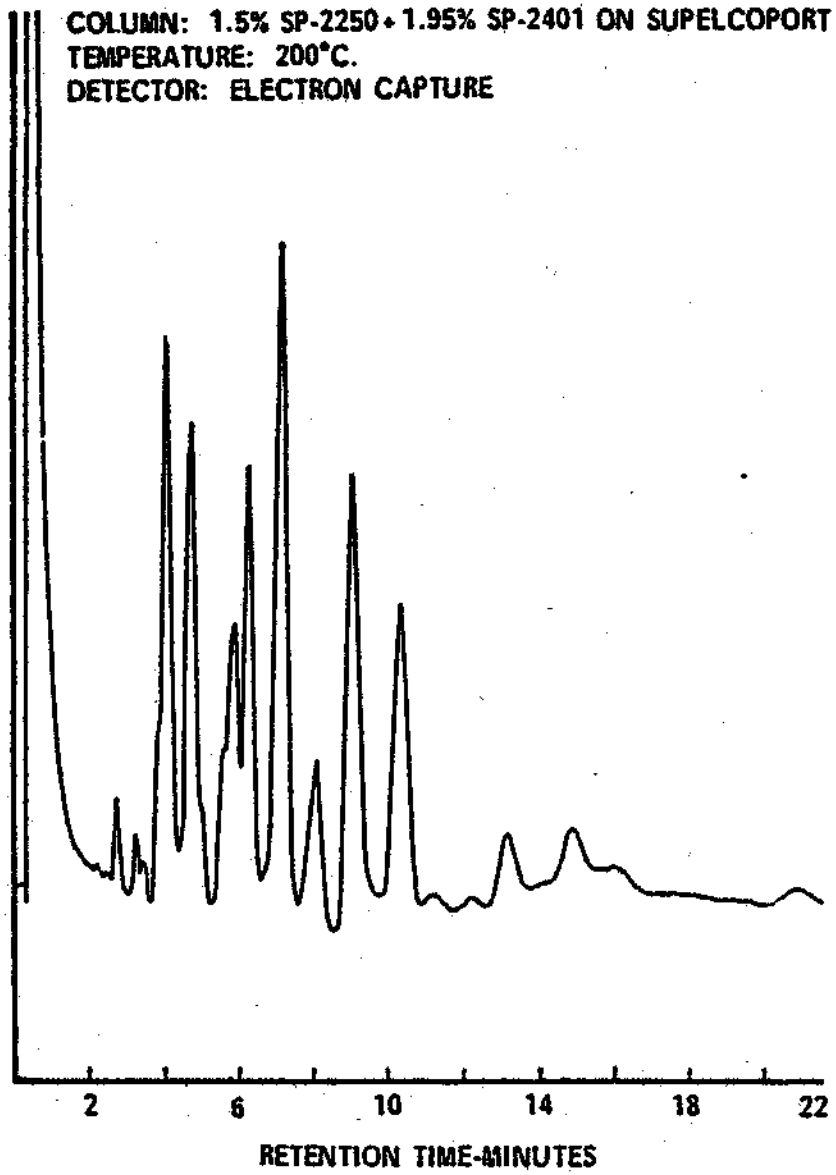


Figure 9. Gas chromatogram of PCB-1254

BILLING CODE 6560-01-C

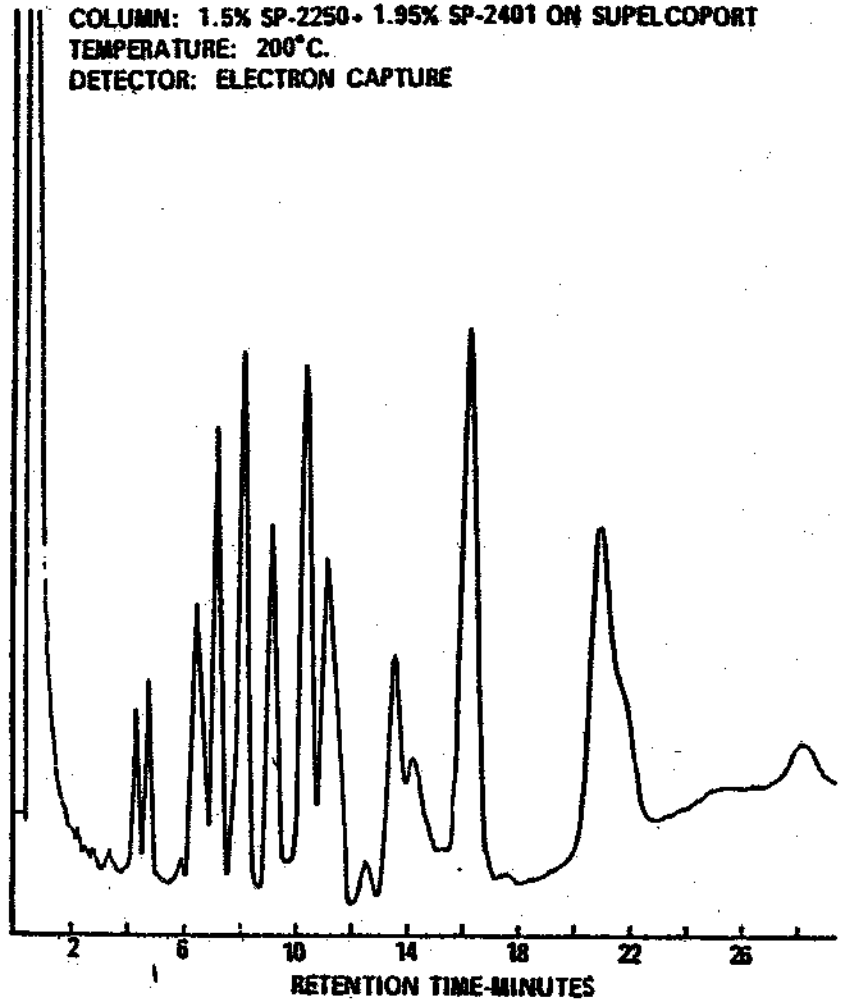


Figure 10. Gas chromatogram of PCB-1260

Nitroaromatics and Isophorone—Method 609

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of certain nitroaromatics and isophorone. The following parameters may be determined by this method:

Parameter:	Storet No.
Isophorone	34408
Nitrobenzene	34447
2,4-Dinitrotoluene	34611
2,6-Dinitrotoluene	34626

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharege Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compunds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I represent sensitivities that can be achieved in wastewaters in the absence of interferences.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried and exchanged to toluene while being concentrated to 1.0 ml. Isophorone and nitrobenzene are measured by flame ionization gas chromatography. The dinitrotoluenes are measured by electron capture GC.

2.2 If interferences are encountered, the method provides a general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While general clean-up techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional-cleanup approaches to achieve the sensitivities stated in Table I.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Foil may be substituted if sample is not corrosive.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4 Kuderna-Danish (K–D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K–570050–1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K–57001–0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K–662750–0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K503000–0121 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K–569001–0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips-solvent extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2°C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including both electron capture and flame ionization detectors, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.7 Chromatography column—400 mm long x 10 mm ID, with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock.

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid (1+1)—(ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water

5.2 Methylene chloride—Pesticide quality or equivalent.

5.3 Sodium sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/ul by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Acetone, Haxane, Methanol, Toluene—pesticide quality or equivalent.

5.6 Florisil—PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each batch overnight at 200°C in glass containers loosely covered with foil.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitude that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/1 in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/1, 50 μg/1, 100 μg/1, 500 μg/1, etc. so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detector and the linear range of the analytical system for each compound.

6.3 Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method

blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, the sample should be adjusted to a pH range of 6.0–8.0 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction:*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Check the pH of the sample with wide-range pH paper and adjust to within the range of 5–9 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techiques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Collect the methylene chloride extract in a 250-ml Erlenmeyer flask.

9.3 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.4 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K–D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20–30 ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.5 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride to the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (60–65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml of methylene chloride. A 5-ml syringe is recommended for this operation.

9.6 Add 1.0 ml toluene to the concentrator tube, and a clean boiling chip. Attach a two-ball micro-Snyder column. Prewet the micro-Snyder column by adding about 0.5 ml of methylene chloride to the top. Place this micro-K–D apparatus on a water bath (60–65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and water temperature as required to complete the concentration in 5 to 10 minutes. At the proper rate of distillation the balls will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 0.5 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a small volume of toluene. Adjust the final volume to 1.0 ml and stopper the concentrator tube and store refrigerated if further processing will not be performed immediately. Unless the sample is known to require cleanup, proceed with gas chromatographic analysis.

9.7 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000 ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5 ml.

10. *Cleanup and Separation.*

10.1 Prepare a slurry of 10g of activated Florisil in 10% methylene chloride in hexane (V/V). Use it to pack a 10 mm ID chromatography column, gently tapping the column to settle the Florisil. Add 1 cm anhydrous sodium sulfate to the top of the Florisil.

10.1.1 Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air transfer the 1 ml sample extract onto the column using an additional 2 ml of toluene to complete the transfer.

10.1.2 Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, add 30 ml 10% methylene chloride in hexane and continue the elution of the column. Elution of the column should be at a rate of about 2 ml per minute. Discard the eluate from this fraction.

10.1.3 Next elute the column with 30 ml of 10% acetone/90% methylene chloride (V/V) into a 500 ml K–D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Concentrate the collected fraction by the K–D technique prescribed in 9.5 and 9.6, including the solvent exchange to 1 ml toluene. This fraction should contain the nitroaromatics and isophorone.

10.1.4 Analyze by gas chromatography.

11. *Gas Chromatography.*

11.1 Isophorone and nitrobenzene are analyzed by injection of a portion of the extract into a gas chromatograph with a flame ionization detector. The dinitrotoluenes are analyzed by a separate injection into an electron capture gas chromatograph. Table I summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instruments. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. Examples of the separations achieved by the primary column are shown in Figures 1 and 2. Calibrate the system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

11.2 Inject 2–5 μl of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units.

11.3 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

11.4 If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

12. *Calculations.*

12.1 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)(B)(V_t)}{(V_i)(V_s)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units.

V_i = Volume of extract injected (µl).

V_t = Volume of total extract (µl).

V_s = Volume of water extracted (ml).

12.2 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

13. *Accuracy and Precision.*

The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

"Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 4-Nitroaromatics and Isophorone." Report for EPA Contract No. 68-03-2624 (In preparation).

Table I.—*Gas Chromatography of Nitroaromatics and Isophorone*

Compound	Retention time (min.)		Detection limit (µg/l)[4]	
	Col. 1[1]	Col. 2[2]	EC	FID
Isophorone	4.49	5.72	.....	5
Nitrobenzene	3.31	4.31	.....	5
2,4-Dinitrotoluene	5.35	6.54	0.05	.....
2,6-Dinitrotoluene	3.52	4.75	0.05	.....

[1] Gas-Chrom Q 80/100 mesh coated with 1.95% OF-1/1.5% OV-17 packed in a 4' × ¼" OD glass column. FID analysis for IP and NB requires nitrogen carrier gas at 44 ml/min and 85°C column temperature. EC analysis for the DNTs requires 10% Methane/90% Argon carrier gas at 44 ml/min flow rate and 145°C column temperature.

[2] Gas-Chrom Q 80/100 mesh coated with 3% OV-101 packed in a 10' × ¼" OD glass column. FID analysis of IP and NB requires nitrogen carrier gas at 44 ml/min flow rate and 100°C column temperature. EC analysis for the DNTs requires 10% Methane/90% Argon carrier gas at 44 ml/min flow rate and 150°C column temperature.

[3] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five times the GC background noise, assuming a 10 ml final volume of the 1 liter sample extract, and assuming a GC injection of 5 microliters.

BILLING CODE 6560-01-M

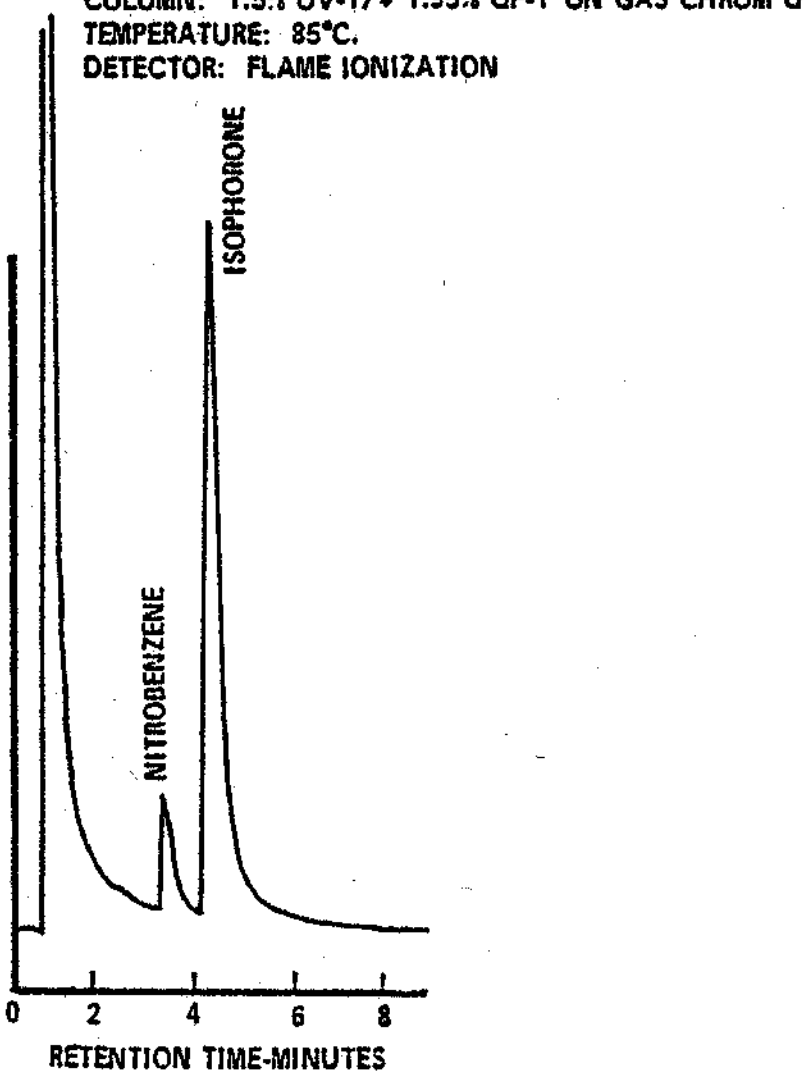


Figure 1. Gas chromatogram of nitrobenzene and isophorone

BILLING CODE 6560-01-C

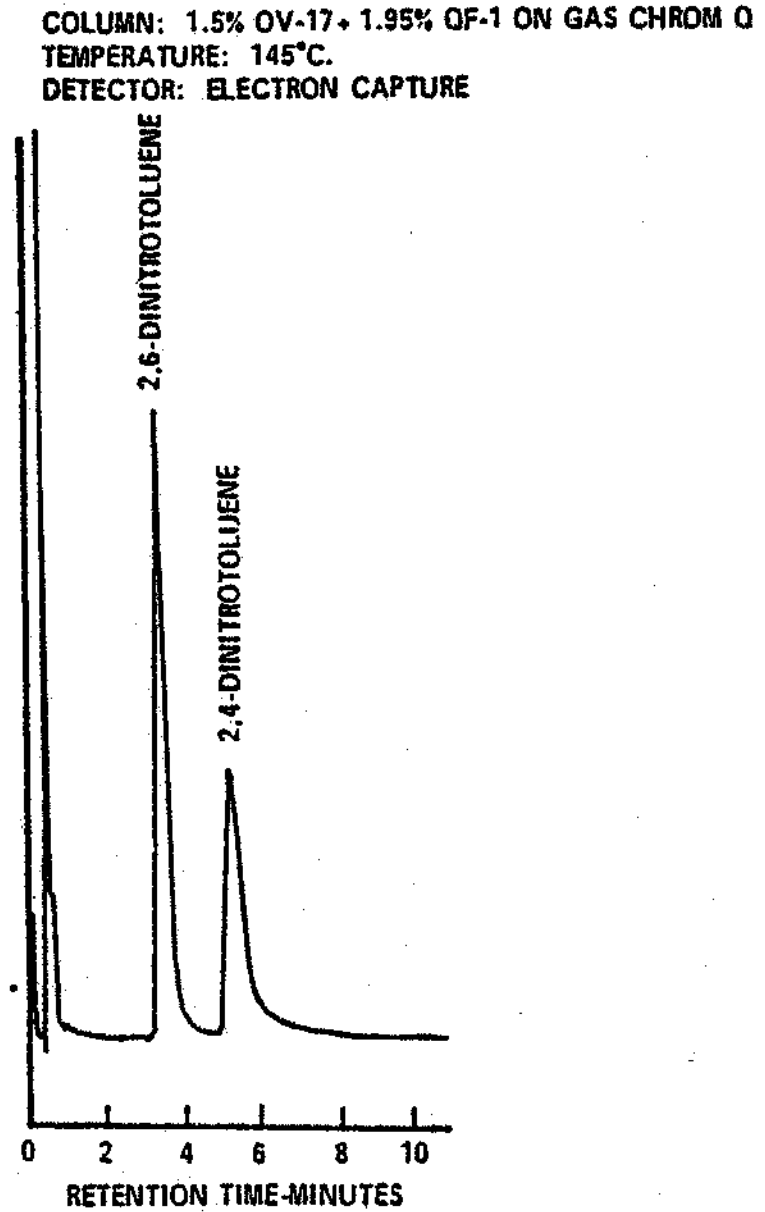


Figure 2. Gas chromatogram of dinitrotoluenes

Polynuclear Aromatic Hydrocarbons—Method 610

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of certain polynuclear aromatic hydrocarbons (PAH). The following parameters may be determined by this method:

Parameter:	STORET No.
Acenaphthene	34205
Acenaphthylene	34200
Anthracene	34220
Benzo(a)anthracene	34526
Benzo(a)pyrene	34247
Benzo(b)fluoranthene	34230
Benzo(ghi)perylene	34521
Benzo(k)fluoranthene	34242
Chrysene	34320
Dibenzo(a,h)anthracene	34556
Fluoranthene	34376
Fluorene	34381
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	34403
Naphthalene	34696
Phenanthrene	34461
Pyrene	34469

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in muncipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 This method contains both liquid and gas chromatographic approaches, depending upon the needs of the analyst. The gas chromatographic procedure cannot adequately resolve the following four pairs of compounds: Anthracene and phenanthrene; chrysene and benzo(a)anthracene; benzo(b) fluoranthene and benzo(k)fluoranthene; and dibenzo(a,h)anthracene and indeno(1,2,3-cd)pyrene. Unless the purposes of the analysis can be served by reporting a sum for an unresolved pair, the liquid chromatographic approach must be used for these compounds. The liquid chromatographic method will resolve all of the 16 compounds listed above.

1.4 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I for the liquid chromatographic approach represent sensitivities that can be achieved in wastewaters in the absence of interferences.

1.5 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried and concentrated to a volume of 10 ml or lesa. Chromatographic conditions are described which allow for the accurate measurement of the compounds in the extract by either High Performance Liquid Chromatography (HPLC) or gas chromatography.

2.2 If interferences are encountered, the method provides a selected general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of the chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While a general clean-up technique is provided as part of this method, unique samples may require additional clean-up approaches to acheive the sensitivities stated in Table 1.

3.3 The extent of interferences that may be encountered using liquid chromatographic techniques has not been fully assessed. Although the chromatographic conditions described allow for a unique resolution of the specific PAH compounds covered by this method, other PAH compounds may interfere.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Foil may be substituted if sample is not corrosive.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4 Kuderna-Danish (K–D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontex K–570050–1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K–57001–0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K–662750–0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K503000–0121 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K–569001–0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips—solvent extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2° C). The bath should be used in a hood.

4.6 HPLC Apparatus:

4.6.1 Gradient pumping system, constant flow.

4.6.2 Reverse phase column, 5 micron HC–ODS Sil-X, 250 mm × 2.6 mm ID (Perkin Elmer No. 809–0716 or equivalent).

4.6.3 Fluorescence detector, for excitation at 280 nm and emission at 389 nm.

4.6.4 UV detector, 254 nm, coupled to fluorescence detector.

4.6.5 Strip chart recorder compatible with detectors, (A data system for measuring peak areas is recommended).

4.7 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including dual flame ionization detectors, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.8 Chromatographic column—250 mm long × 10 mm ID with coarse fritted disc at bottom and Teflon stopcock.

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid—(ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.1.3 Sodium thiosulfate—(ACS) Granular.

5.2 Methylene chloride, Pentane, Cyclohexane, High Purity Water—HPLC quality, distilled in glass.

5.3 Sodium sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400° C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/μl by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate

solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Acetonitrile—Spectral quality.

5.6 Silica gel—100/120 mesh desiccant (Davison Chemical grade 923 or equivalent). Before use, activate for at least 16 hours at 130° C in a foil covered glass container.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitude that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/l in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/l, 50 μg/l, 100 μg/l, 500 μg/l, etc. so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary HPLC or gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I or II. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detectors and the linear range of the analytical systems for each compound.

6.3 Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as fraction collection and GC-mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, adjust the sample to a pH range of 6.0–8.0 with sodium hydroxide or sulfuric acid and add 35 mg sodium thiosulfate per part per million of free chlorine per liter.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction.*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Check the pH of the sample with wide-range pH paper and adjust to within the range of 5–9 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a munimum of ten minutes. If the emulsion inteface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Collect the methylene chloride extract in a 250-ml Erlenmeyer flask.

9.3 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.4 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K–D) flask equipped with a 10-ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20–30-ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.5 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1-ml methylene chloride to the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (60–65° C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparatus volumn of liquid reaches 1-ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2-ml of methylene chloride. A 5-ml syringe is recommended for this operation. Stopper the concentrator tube and store refrigerated if further processing will not be performed immediately.

9.6 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000-ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5-ml.

9.7 If the sample requires cleanup before chromatographic analysis, proceed to Section 10. If the sample does not require cleanup, or if the need for cleanup is unkown, analyze an aliquot of the extract according to Section 11 or Section 12.

10. *Cleanup and Separation.*

10.1 Before the silica gel cleanup technique can be utilized, the extract solvent must be exchanged to cyclohexane. Add a 1–10-ml aliquot of sample extract (in methylene chloride) and a boiling chip to a clean K–D concentrator tube. Add 4-ml cyclohexane and attach a micro-Snyder column. Prewet the micro-Snyder column by adding 0.5-ml methylene chloride to the top. Place the micro-K–D apparatus on a boiling (100° C) water bath so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete concentration in 5–10 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of the liquid reaches 0.5-ml, remove K–D

apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a minimum of cyclohexane. Adjust the extract volume to about 2-ml.

10.2 Silica Gel Column Cleanup for PAHs.

10.2.1 Prepare a slurry of 10g activated silical gel in methylene chloride and place this in a 10 mm ID chromatography column. Gently tap the column to settle the silica gel and elute the methylene chloride. Add 1–2 cm of anhydrous sodium sulfate to the top of the silica gel.

10.2.2 Preelute the column with 40-ml pentane. Discard the eluate and just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, transfer the 2-ml cyclohexane sample extract onto the column, using an additional 2-ml of cyclohexane to complete the transfer.

10.2.3 Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, add 25-ml pentane and continue elution of the column. Discard the pentane eluate.

10.2.4 Elute the column with 25-ml of 40% methylene chloride/60% pentane and collect the eluate in a 500-ml K–D flask equipped with a 10-ml concentrator tube. Elution of the column should be at a rate of about 2 ml/min.

10.2.5 Concentrate the collected fraction to less than 10-ml by K–D techniques as in 9.5, using pentane to rinse the walls of the glassware. Proceed with HPLC or gas chromatographic analysis.

11. *High Performance Liquid Chromatography HPLC.*

11.1 To the extract in the concentrator tube, add 4 ml acetonitrile and a new boiling chip, then attach a micro-Snyder column. Increase the temperature of the hot water bath to 95–100° C. Concentrate the solvent as above. After cooling, remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with about 0.2 ml acetonitrile. Adjust the extract volume to 1.0 ml.

11.2 Table I summarizes the recommended HPLC column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. An example of the separation achieved by this column is shown in Figure 1. Calibrate the system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

11.3 Inject 2–5 μl of the sample extract with a high pressure syringe or sample injection loop. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units.

11.4 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

11.5 If the peak area measurement is prevented by the pressure of interference, further cleanup is required.

11.6 The UV detector is recommended for the determination of napthalene and acenaphthylene and the fluorescene detector is recommended for the remaining PAHs.

12. *Gas Chromatography.*

12.1 The gas chromatographic procedure will not resolve certain isomeric pairs as indicated in Table II. The liquid chromatographic procedure (Section 11) must be used for these materials.

12.2 To achieve maximum sensitivity with this method, the extract must be concentrated to 1.0 ml. Add a clean boiling chip to the methylene chloride extract in the concentrator tube. Attach a two-ball micro-Snyder column. Prewet the micro-Snyder column by adding about 0.5 ml of methylene chloride to the top. Place this micro-K-D apparatus on a hot water bath (60–65° C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water. Adjust the vertical position of the apparatus and water temperature as required to complete the concentration in 5 to 10 minutes. At the proper rate of distillation the balls will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 0.5 ml, remove the K-D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with a small volume of methylene chloride. Adjust the final volume to 1.0 ml and stopper the concentrator tube.

12.3 Table II describes the recommended gas chromatographic column material and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times that should be achieved by this method. Calibrate the gas chromatographic system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

12.4 Inject 2–5 μl of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in ara units.

12.5 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

12.6 If the peak ara measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

13. *Calculations.*

13.1 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, ug/l} = \frac{(A)(B)(V_t)}{(V_i)(V_s)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units

V_i = Volume of extract injected (μl)

V_t = Volume of total extract (μl)

V_s = Volume of water extracted (ml)

13.2 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

14. *Accuracy and Precision.*

14.1 The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

"Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters, Category 9-PAHs." Report for EPA Contract 68–03–2624 (In preparation).

Table I.—*High Performance Liquid Chromatography of PAH's*

Compound [1]	Retention time (min)	Detection limit (μg/l) [2]	
		UV	Fluorescence
Naphthalene	16.17	2.5	20.0
Acenaphthylene	18.10	5.0	100.0
Acenaphthene	20.14	3.0	4.0
Fluorene	20.89	0.5	2.0
Phenanthrene	22.32	0.25	1.2
Anthracene	23.78	0.10	1.5
Fluoranthene	25.00	0.50	0.05
Pyrene	25.94	0.10	0.05
Benzo(a)anthracene	29.26	0.20	0.04
Chrysene	30.14	0.20	0.5
Benzo(b)fluoranthene	32.44	1.0	0.04
Benzo(k)fluoranthene	33.91	0.30	0.04
Benzo(a)pyrene	34.95	0.25	0.04
Dibenzo(a,h)anthracene	37.06	1.0	0.08
Benzo(ghi)perylene	37.82	0.75	0.2
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	39.21	0.30	0.1

[1] HPLC conditions: Reverse phase HC-ODS Sil-X 2.6 × 250 mm Perkin-Elmer column; isocratic elution for 5 min. using 40% acetonitrile/60% water, then linear gradient elution to 100% acetonitrile over 25 minutes; flow rate is 0.5 ml/min.

[2] Detection limit is calculated from the minimum detectable HPLC response being equal to five times the background noise, assuming an equivalent of a 2 ml final volume of the 1 liter sample extract, and assuming an HPLC injection of 2 microliters.

Table II.—*Gas Chromatography of PAHs*

Compound [1]	Retention Time (min)
Naphthalene	4.5
Acenaphthylene	10.4
Acenaphthene	10.8
Fluorene	12.6

Table II.—*Gas Chromatography of PAHs*—Continued

Compound [1]	Retention Time (min)
Phenanthrene	15.9
Anthracene	15.9
Fluoranthene	19.8
Pyrene	20.6
Benzo(a)anthracene	20.6
Chrysene	24.7
Benzo(b)fluoranthene	28.0
Benzo(k)fluoranthene	28.0
Benzo(a)pyrene	29.4
Dibenzo(a,h)anthracene	36.2
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	36.2
Benzo(ghi)perylene	36.6

[1] GC conditions: Chromosorb W-AW-DCMs 100/120 mesh coated with 3% OV-17, packed in a 6' x 2 mm ID glass column, with nitrogen carrier gas at 40 ml/min flow rate. Column temperature was held at 100° C for 4 minutes, then programmed at 8°/minute to a final hold at 250° C.

Haloethers—Method 611

1. *Scope and Application*

1.1 This method covers the determination of certain haloethers. The following parameters may be determined by this method:

Parameter:	STORET No.
Bis(2-chloroethyl) ether	34273
Bis(2-chloroethoxy) methane	34278
Bis(2-chloroisopropyl) ether	34283
4-Bromophenyl phenyl ether	34636
4-Chlorophenyl phenyl ether	34641

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I represent sensitivities that can be achieved in wastewaters in the absence of interferences.

1.4 This method is recommended for use only by experienced residue analysts or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried and concentrated to a volume of 10 ml or less. Chromatographic conditions utilizing a halide specific detector are described which allow for the accurate measurement of the compounds in the extract.

2.2 If interferences are encountered, the method provides a selected general

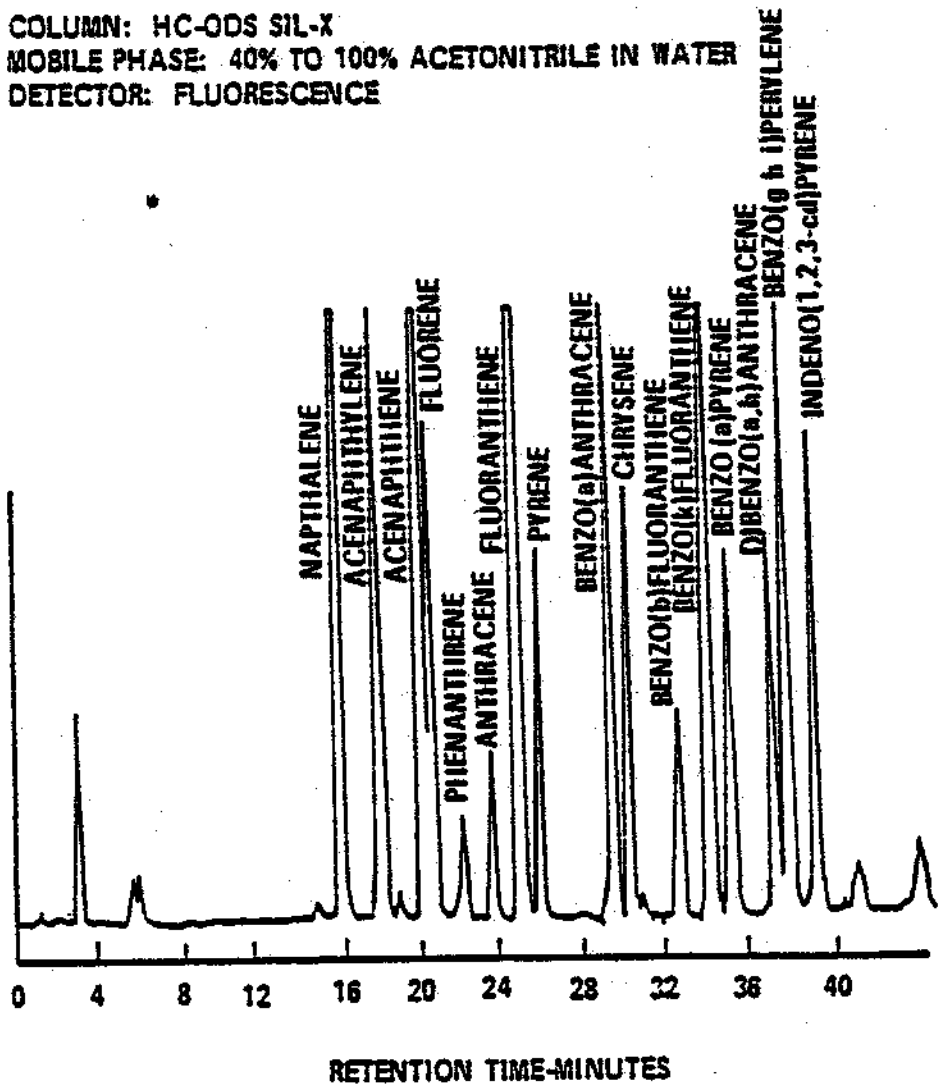


Figure 1. Liquid chromatogram of polynuclear aromatics

purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artificats and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While general clean-up techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup approaches to achieve the sensitivities stated in Table I.

3.3 Dichlorobenzenes are known to coelute with haloethers under some gas chromatographic conditions. If these materials are present together in a sample, it may be necessary to analyze the extract with two different column packings to completely resolve all of the compounds.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Foil may be substituted if sample in not corrosive.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4 Kuderna-Danish (K-D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K-570050-1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size $^{19}/_{22}$ joint) is used to prevent ecaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K-57001-0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K-662750-0012).

4.4.3 Snyder column—three ball macro (Kontes K503000-0121 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K-569001-0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips—solvent extracted, approximately $^{10}/_{40}$ mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2°C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including halide specific detector, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.7 Chromatographic Column—400 mm long x 19 mm ID with coarse fritted plate on bottom and Teflon stopcock (Kontes K-420540-0224 or equivalent).

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid (1+1)—(ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.2 Methylene chloride—Pesticide quality or equivalent.

5.3 Sodium Sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/μl by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality acetone or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Florisil—PR Grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each batch overnight at 130°C in a foil-covered glass container.

5.6 Hexane, Petroleum ether (boiling range 30–60°C)—pesticide quality or equivalent.

5.7 Diethyl Ether—Nanograde, redistilled in glass, if necessary.

5.7.1 Must be free of peroxides as indicated by EM Quant test strips. (Test strips are available from EM Laboratories, Inc., 500 Executive Blvd., Elmsford, N.Y. 10523.)

5.7.2 Procedures recommended for removal of peroxides are provided with the test strips. After cleanup 20 ml ethyl alcohol preservative must be added to each liter of ether.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitude that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/l in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/l, 50 μg/l, 100 μg/l, 500 μg/l, etc. so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detector and the linear range of the analytical system for each compound.

6.3 The cleanup procedure in Section 10 utilizes Florisil chromatography. Florisil from different batches or sources may vary in absorption capacity. To standardize the amount of Florisil which is used, the use of lauric acid value (Mills, 1968) is suggested. The referenced procedure determines the adsorption from hexane solution of lauric acid (mg) per gram Florisil. The amount of Florisil to be used for each column is calculated by dividing 110 by this ratio and multiplying by 20 grams.

6.4 Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the

identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, the sample should be adjusted to a pH range of 6.0–8.0 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction.*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Check the pH of the sample with wide-range pH paper and adjust to within the range of 5–9 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Collect the methylene chloride extract in a 250-ml Erlenmeyer flask.

9.3 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.4 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K–D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20–30 ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.5 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride to the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (60–65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1–2 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.

Note.—Haloethers have a sufficiently high volatility that significant losses will occur in concentration steps if care is not exercised. It is important to maintain a constant gentle evaporation rate and not to allow the liquid volume to fall below 1–2 ml before removing the K–D from the hot water bath.

9.6 Momentarily remove the Snyder column, add 50 ml hexane and a new boiling chip and replace the column. Raise the temperature of the water bath to 85–90°C. Concentrate the extract as in 9.5 except use hexane to prewet the column. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml hexane. Stopper the concentrator tube and store refrigerated if further processing will not be performed immediately.

9.7 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000 ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5 ml.

9.8 Unless the sample is known to require cleanup, proceed to analysis by gas chromatography.

10. *Cleanup and Separation.*

10.1 Florisil Column Cleanup for Haloethers.

10.1.1 Adjust the sample extract volume to 10 ml.

10.1.2 Place a charge (nominally 20 g but determined in Section 6.3) of activated Florisil in a 19 mm ID chromatography column. After settling the Florisil by tapping column, add about one-half inch layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.1.3 Pre-elute the column, after cooling, with 50–60 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Discard the eluate. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, begin eluting the column with 300 ml of 6% ethyl ether/94% petroleum ether. Adjust the elution rate to approximately 5 ml/min and collect the eluate in a 500 ml K–D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. This fraction should contain all of the haloethers.

10.1.4 Concentrate the fraction by K–D as in 9.5 except prewet the Snyder column with hexane. When the apparatus is cool, remove the column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml hexane. Analyze by gas chromatography.

11. *Gas Chromatography.*

11.1 Table I summarizes some recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. Examples of the separations achieved by these columns are shown in Figures 1 and 2. Calibrate the system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

11.2 Inject 2–5 μl of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 μl) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 μl, and the resulting peak size, in area units.

11.3 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

11.4 If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

12. *Calculations.*

12.1 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)(B)(V_t)}{(V_i)(V_s)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units

V_t = volume of extract injected (μl)

V_t = volume of total extract (μl)

V_s = volume of water extracted (ml)

12.2 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

13. *Accuracy and Precision.* The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Bibliography

1. "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 2-Haloethers." Report for EPA Contract 68-03-2633 (In preparation).

2. Mills, P. A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Absorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns," Journal of the Association of Official Analytical Chemists, *51*, 29 (1968).

Table I.—Gas Chromatography of Haloethers

Compound	Retention time (min.)		Detection limit (ug/L) [3]
	Col. 1 [1]	Col. 2 [2]	
Bis(2-chloroisopropyl) ether	8.41	9.70	0.9
Bis(2-chloroethyl) ether	9.32	9.08	0.5
Bis(2-chloroethoxy) methane	13.1	9.97	0.4
4-Chlorophenyl phenyl ether	18.4	15.0	2.2
4-Bromophenyl phenyl ether	21.2	16.2	1.1

[1] Supelcoport 100/120 mesh coated with 3% SP-1000 packed in 1.8 m long x 2.1 mm ID glass column with ultra-high purity helium carrier/gas at 40 ml/min flow rate. Column temperature is 60°C for 2 minutes after injection then program at 8°C/min to 230°C and hold for 4 minutes. Under these conditions R.T. of Aldrin is 22.6 minutes.

[2] Tenax-GC 60/80 mesh packed in a 1.8 m long x 2.1 mm ID glass column with helium carrier gas at 40 ml/min flow rate. Column temperature 150°C for 4 minutes after injection then program at 16°C/min to 310°C. Under these conditions R.T. of Aldrin is 16.4 minutes.

[3] Detection is calculated from the minimum detectable GC response being equal to five times the GC background noise, assuming a 10 ml final volume of the 1 liter sample extract, and assuming a FC injection of 5 microliters. These values were collected using the Tracor 700 Hall electrolytic conductivity detector with furnace temperature 900°C, transfer line 250°C, 95% ethanol electrolyte at 0.2 ml/min flow rate, and hydrogen reaction gas at 60 ml/min.

BILLING CODE 6560-01-M

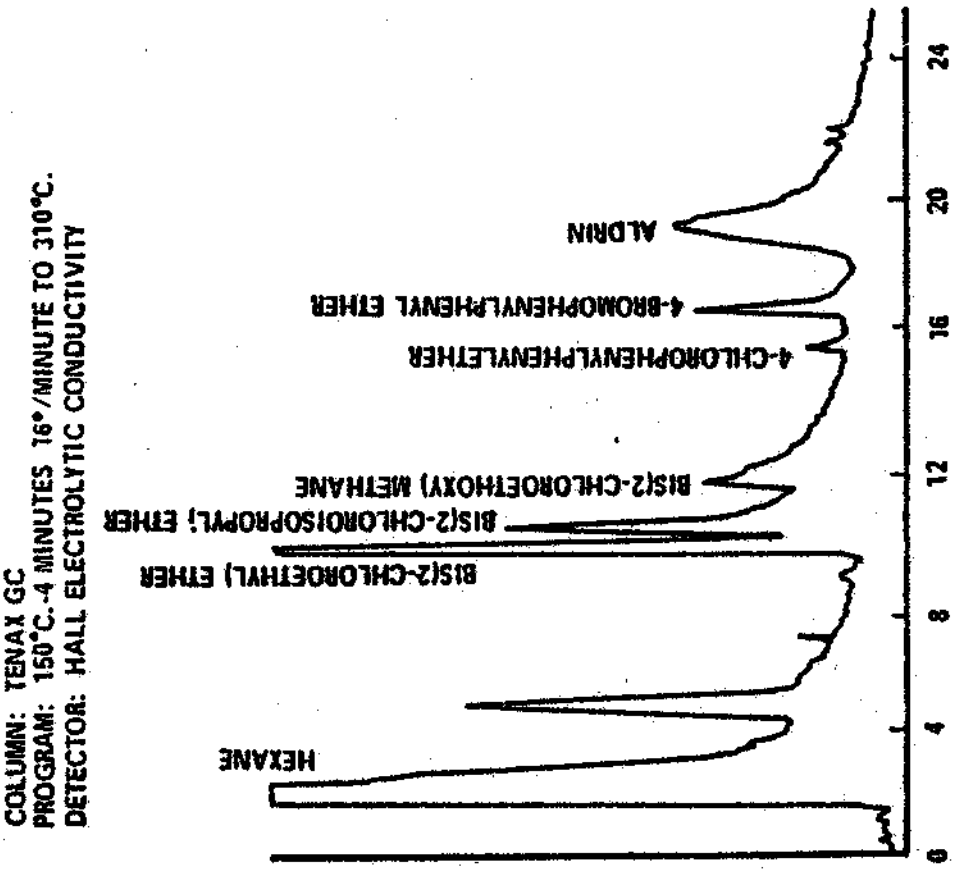


Figure 2. Gas chromatogram of haloethers

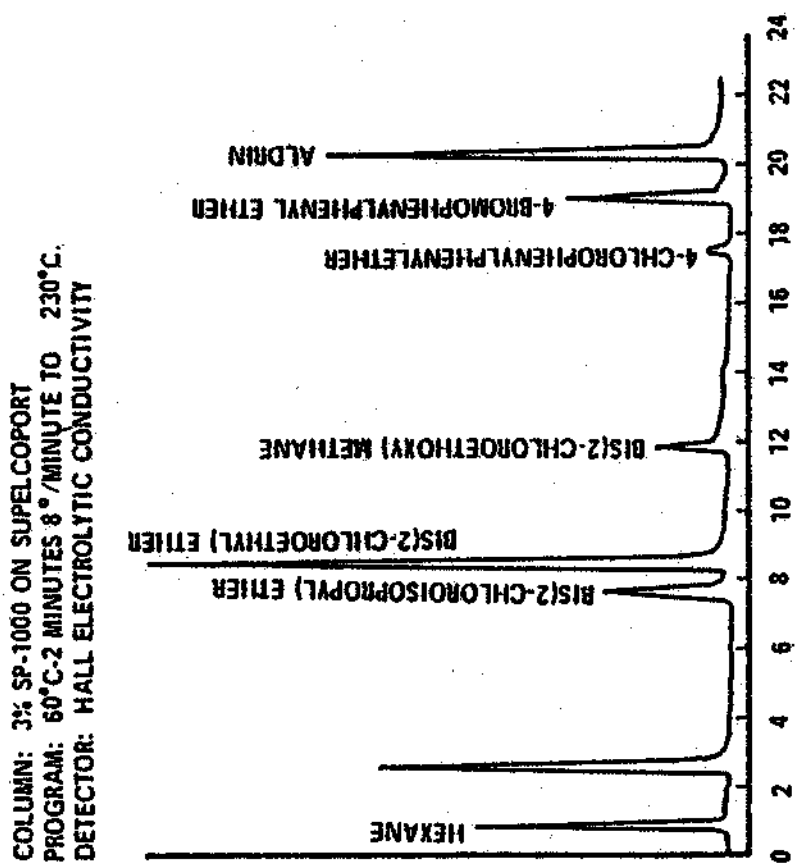


Figure 1. Gas chromatogram of haloethers

Chlorinated Hydrocarbons—Method 612

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of certain chlorinated hydrocarbons. The following parameters may be determined by this method.

Parameter:	STORET No.
Hexachlorocyclopentadiene	34386
Hexachlorobenzne	39700
Hexachlorobutadiene	34391
Hexachloroethane	34396
1,2-Dichlorobenzene	34536
1,2,4-Drichlorobenzene	34551
1,3-Dichlorobenzene	34566
1,4-Dichlorobenzene	34571
2-chloronaphthalene	34581

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES). As such, it presupposes a high expectation of finding the specific compounds of interest. If the user is attempting to screen samples for any or all of the compounds above, he must develop independent protocols for the verification of identity.

1.3 The sensitivity of this method is ususally dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits of detection listed in Table I represent sensitivities that can be achieved in wastewaters in the absence of inteferences.

1.4 This method is recommended for use only by experienced resid'e analysts or under the close s' pervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1-liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel techniques. The extract is dried by passing through a sodium sulfate column and concentrated to a volume of 10 ml or less. Chromatographic conditions are described which allow for the accurate measurement of the compounds in the extract.

2.2 If inteferences are encountered or expected, the method provides a selected general purpose cleanup procedure to aid the analyst in their elimination.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of gas chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from inteferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. While general clean-up techniques are provided as part of this method, unique samples may require additional cleanup approaches to achieve the sensitivities states in Table 1.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter or 1-quart volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1 2 Bottle caps—Threaded to screw on to the sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Foil may be substituted if sample is not corrosive and the foil is found to be interference free.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 250 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No tygon or rubber tubing may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock.

4.3 Drying column—20 mm ID pyrex chromatographic column with coarse frit.

4.4 Kuderna-Danish (K–D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K–570050–1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K–57001–0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K–662750–0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K503000–0121 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K–569001–0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips—solvent extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2° C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including electron capture detector, column supplies, recorder, gases, syringes. A data system for measuring peak areas is recommended.

4.7 Chromatography column—300 mm long×10 mm ID with coarse fritted disc at bottom and Teflon stopcock.

5. *Reagents.*

5.1 Preservatives:

5.1.1 Sodium hydroxide—(ACS) 10 N in distilled water.

5.1.2 Sulfuric acid—(ACS) Mix equal volumes of conc. H_2SO_4 with distilled water.

5.2 Methylene chloride, Hexane and Petroleum ether (boiling range 30–60°C)—Pesticide quality or equivalent.

5.3 Sodium sulfate—(ACS) Granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hrs. in a shallow tray).

5.4 Stock standards—Prepare stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/ul by dissolving 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and diluting to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

5.5 Florisil—PR grade (60/100 mesh); purchase activated at 1250°F and store in the dark in glass containers with glass stoppers or foil-lined screw caps. Before use, activate each batch at 130°C in foil-covered glass containers.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations covering two or more orders of magnitude that will completely bracket the working range of the chromatographic system. If the sensitivity of the detection system can be calculated from Table I as 100 μg/1 in the final extract, for example, prepare standards at 10 μg/1, 50 μg/1, 100 μg/1, 500 μg/1, etc. so that injections of 1–5 μl of each calibration standard will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table I. By injecting calibration standards, establish the sensitivity limit of the detector and the linear range of the analytical system for each compound.

6.3 The cleanup procedure in Section 10 utilizes Florisil chromatography. Florisil from different batches or sources may vary in absorption capacity. To standardize the amount of Florisil which is used, the use of lauric acid value (Mills, 1968) is suggested. The referenced procedure determines the

adsorption from hexane solution of lauric acid (mg) per gram Florisil. The amount of Florisil to be used for each column is calculated by dividing this ratio by 110 and multiplying by 20 grams.

6.4 Before using any cleanup procedure, the analyst must process a series of calibration standards through the procedure to validate elution patterns and the absence of interferences from the reagents.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should demonstrate through the analysis of a distilled water method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers, leaving a minimum headspace. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prewashed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, the sample should be adjusted to a pH range of 6.0–8.0 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

8.3 All samples should be extracted immediately and must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction.*

9.1 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Check the pH of the sample with wide-range pH paper and adjust to within the range of 5–9 with sodium hydroxide or sulfuric acid.

9.2 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, seal, and shake 30 seconds to rinse the inner walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. Collect the methylene chloride extract in a 250-ml Erlenmeyer flask.

9.3 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.4 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500-ml Kuderna-Danish (K-D) flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer flask and column with 20–30 ml methylene chloride to complete the quantitative transfer.

9.5 Add 1–2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride to the top. Place the K–D apparatus on a hot water bath (60–65° C) so that the concentrator tube is partially immersed in the hot water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed in vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15–20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column will actively chatter but the chambers will not flood. When the apparent volume of liquid reaches 1–2 ml, remove the K–D apparatus and allow it to drain for at least 10 minutes while cooling.

Note.—The dichlorobenzenes have a sufficiently high volatility that significant losses may occur in concentration steps if care is not exercised. It is important to maintain a constant gentle evaporation rate and not to allow the liquid volume to fall below 1–2 ml before removing the K-D from the hot water bath.

9.6 Momentarily remove the Snyder column, add 50 ml hexane and a new boiling chip and replace the column. Raise the temperature of the water bath to 85–90° C. Concentrate the extract as in 9.5, except using hexane to prewet the column. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml of hexane. A 5-ml syringe is recommended for this operation. Stopper the concentrator tube and store refrigerated if further processing will not be performed immediately.

9.7 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1000 ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5 ml.

9.8 Unless the sample is known to require cleanup, proceed to analysis by gas chromatography.

10. *Cleanup and Separation.*

10.1 Florisil column cleanup for chlorinated Hydro-carbons.

10.1.1 Adjust the sample extract to 10 ml.

10.1.2 Place a 12 gram charge of activated Florisil (see 6.3) in a 10 mm ID chromatography column. After settling the Florisil by tapping the column, add a 1–2 cm layer of anhydrous granular sodium sulfate to the top.

10.1.3 Pre-elute the column, after cooling, with 100 ml of petroleum ether. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air, quantitatively transfer the sample extract into the column by decantation and subsequent petroleum ether washings. Discard the eluate. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air, begin eluting the column with 200 ml petroleum ether and collect the eluate in a 500 ml K–D flask equipped with a 10 ml concentrator tube. This fraction should contain all of the chlorinated hydrocarbons.

10.1.4 Concentrate the fraction by K–D as in 9.5 except prewet the column with hexane. When the apparatus is cool, remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1–2 ml hexane. Analyze by gas chromatography.

11. *Gas Chromatography.*

11.1 Table I summarizes the recommended gas chromatographic column materials and operating conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. Examples of the separations achieved by this column are shown in Figures 1 and 2. Calibrate the system daily with a minimum of three injections of calibration standards.

11.2 Inject 2–5 ul of the sample extract using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can

be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ul, and the resulting peak size, in area units.

11.3 If the peak area exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

11.4 If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

12. *Calculations.*

12.1 Determine the concentration of individual compounds according to the formula:

$$\text{Concentration, } \mu g/l = \frac{(A)(B)(V_t)}{(V_i)(V_s)}$$

Where:

A = Calibration factor for chromatographic system, in nanograms material per area unit.

B = Peak size in injection of sample extract, in area units

V_i = Volume of extract injected (ul)

V_t = Volume of total extract (ul)

V_s = Volume of water extracted (ml)

12.2 Report results in micrograms per liter without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

13. *Accuracy and Precision.* The U.S. EPA Environmental Monitoring and Support Laboratory in Cincinnati is in the process of conducting an interlaboratory method study to determine the accuracy and precision of this test procedure.

Table I.—*Gas Chromatography of Chlorinated Hydrocarbons*

Compound	Retention time (min.) col. 1 [1]	Detection limit (μg/l) [2]
1,3-dichlorobenzene	4.0	0.008
1,4-dichlorobenzene	4.3	0.018
Hexachloroethane	4.8	0.001
1,2-dichlorobenzene	5.3	0.012
Hexachlorobutadiene	11.8	0.001
1,2,4-trichlorobenzene	12.4	0.006
Hexachlorocyclopentadiene	*1.5	0.001
2-chloronaphthalene	*2.5	0.015
Hexachlorobenzene	*7.0	0.001

[1] Gas Chrom-Q 80/100 mesh coated with 1.5% OV-1/1.5% OV-225 packed in a 1.8 m long x 2 mm ID glass column with 5% Methane/95% Argon carrier gas at 30 ml/min flow rate. Column temperature is 75° C except where * indicates 160° C. Under these conditions R.T. of Aldrin is 18.8 minutes at 160° C.

[2] Detection limit is calculated from the minimum detectable GC response of the electron capture detector being equal to five times the GC background noise, assuming a 10 ml final volume of the 1 liter sample extract, and assuming a GC injection of 5 microliters.

BILLING CODE 6560-01-M

Bibliography

1. "Development and Application of Test Procedures for Specific Organic Toxic Substances in Wastewaters. Category 3—Chlorinated Hydrocarbons and Category 8—Phenols." Report for EPA Contract 68-03-2625 (In preparation).

2. Mills, P. A., "Variation of Florisil Activity: Simple Method for Measuring Absorbent Capacity and Its Use in Standardizing Florisil Columns." Journal of the Association of Official Analytical Chemists, 51, *29* (1968).

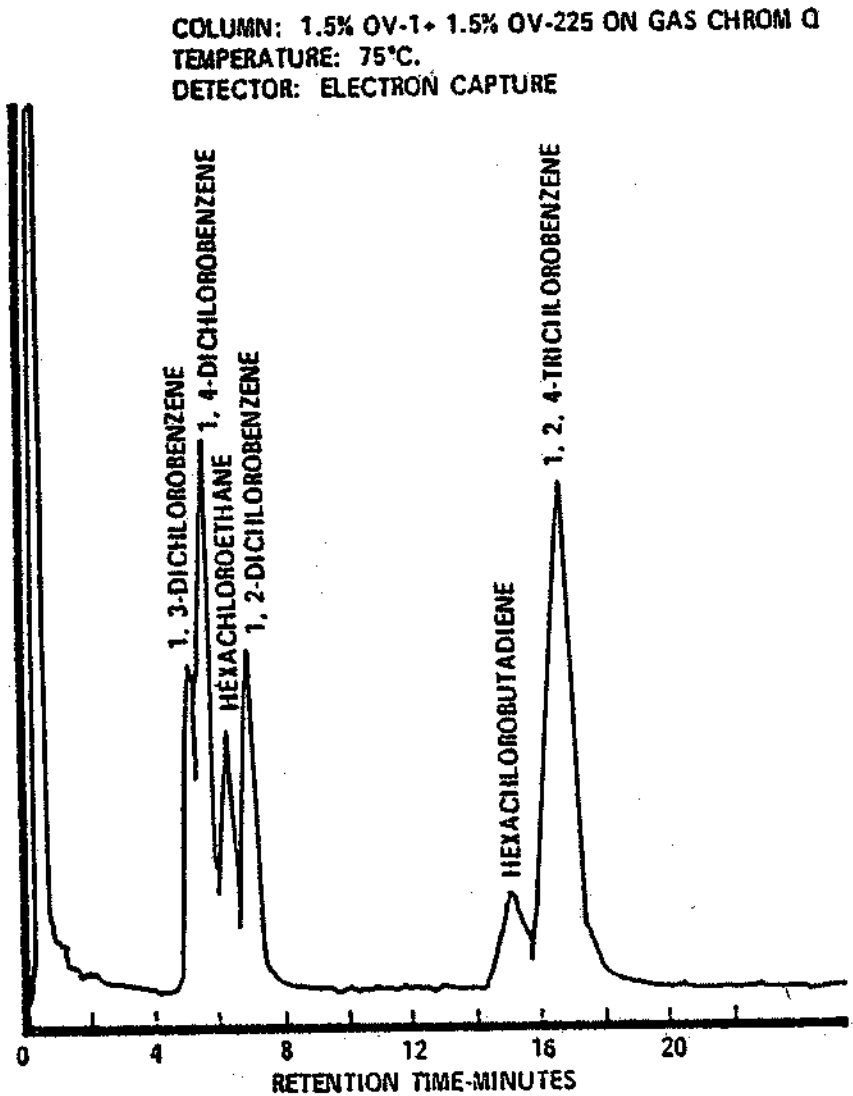


Figure 1. Gas chromatogram of chlorinated hydrocarbons

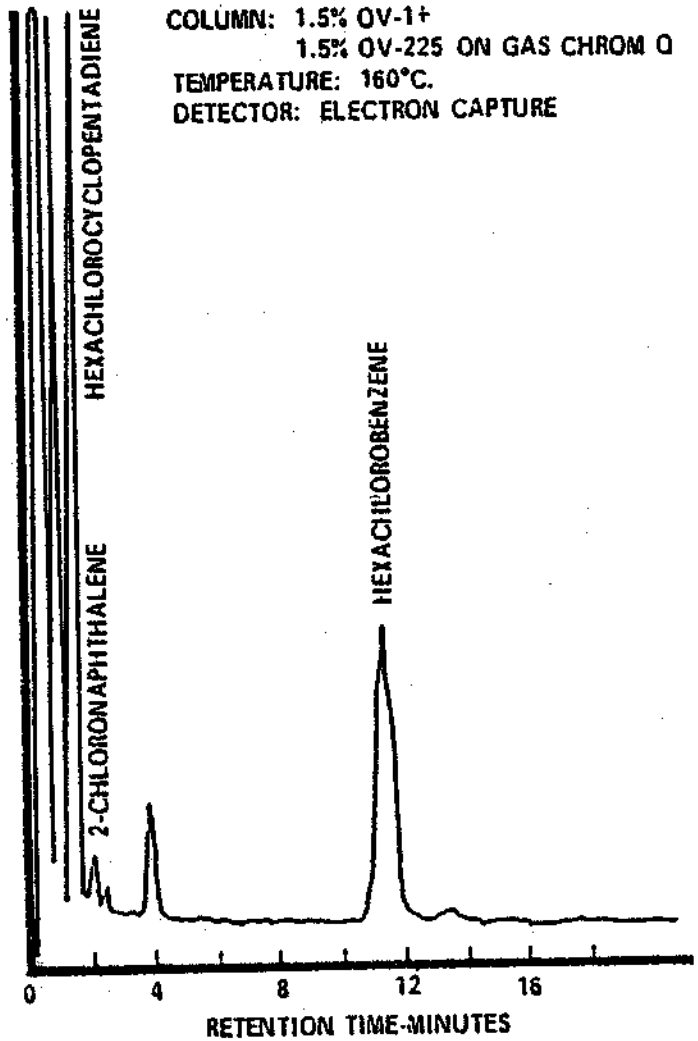


Figure 2. Gas chromatogram of chlorinated hydrocarbons

Purgeables—Method 624

1. *Scope and Application.*

1.1 This method is designed to determine volatile organic materials that are amenable to the purge and trap method. The parameters listed in Table 1 may be determined by this method.

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutants Discharge Elimination System (NPDES).

1.3 The detection limit of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits listed in Table 2 represent sensitivities that can be achieved in wastewaters.

1.4 The GC/MS parts of this method are recommended for use only by persons experienced in GC/MS analysis or under the close supervision of such qualified persons.

1.5 The trapping and chromatographic procedures described do not apply to the very volatile pollutant, dichlorodifluoromethane. An alternative three stage trap containing charcoal is to be used if this compound is to be analyzed. See EPA Method 601 and Reference 1. Primary ion for quantitative analysis of this compound is 101. The secondary ions are 85, 87, and 103.

1.6 Although this method can be used for measuring acrolein and acrylonitrile, the purging efficiencies are low and erratic. For a more reliable quantitative analysis of these compounds, use direct aqueous injection (Ref. 4–6) or EPA Method 603, Acrolein and Acrylonitrile, EMSL, Cincinnati, Ohio.

2. *Summary of Method.*

21. A sample of wastewater is purged with a stream of inert gas. The gas is bubbled through a 5 ml water sample contained in a specially designed purging chamber. The volatile organics are efficiently transferred from the aqueous phase into the gaseous phase where they are passed through a sorbent bed designed to trap out the organic volatiles. After purging is complete, the trap is backflushed while being rapidly heated in order to thermally desorb the components into the inlet of a gas chromatograph. The components are separated via the gas chromatograph and detected using a mass spectrometer which is used to provide both qualitative and quantitative information. The chromatographic conditions as well as typical mass spectrometer operating parameters are given.

3. *Interferences.*

3.1 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled. Impurities in the purge gas and organic compounds out-gassing from the plumbing ahead of the trap account for the majority of contamination problems. The analytical system must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Method blanks are run by charging the purging device with organic-free water and analyzing it in a normal manner. The use of non-TFE plastic tubing, non-TFE thread sealants, or flow controllers with rubber components in the purging device should be avoided.

3.2 Samples can be contaminated by diffusion of volatile organics (particularly methylene chloride) through the septum seal into the sample during shipment and storage. A field blank prepared from organic-free water and carried through the sampling and handling protocol can serve as a check on such contamination.

3.3 Cross contamination can occur whenever high level and low level samples are sequentially analyzed. To reduce cross contamination, it is recommended that the purging device and sample syringe be rinsed out twice, between samples, with organic-free water. Whenever an unusually concentrated sample is encountered, it should be followed by an analysis of organic-free water to check for cross-contamination. For samples containing large amounts of water soluble materials, suspended solids, high boiling compounds, or high organohalide levels, it may be necessary to wash out the purging device with a soap solution, rinse with distilled water, and then dry in a 105°C oven between analyses.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1. Sampling equipment, for discrete sampling.

4.1.1 Vial, with cap—40 ml capacity screw cap (Pierce #13075 or equivalent). Detergent wash and dry vial at 105°C for one hour before use.

4.1.2 Septum—Teflon-faced silicone (Pierce #12722 or equivalent). Detergent wash and dry at 105°C for one hour before use.

4.2 Purge and trap device—The purge and trap equipment consists of three separate pieces of apparatus: a purging device, a trap, and a desorber. The complete device is available commercially from several vendors or can be constructed in the laboratory according to the specifications of Bellar and Lichtenberg (Ref. 2,3). The sorbent trap consists of ⅛ in. O.D. (0.105 in. I.D.) x 25 cm long stainless steel tubing packed with 15 cm of Tenax-GC (60–80 mesh) and 8 cm of Davison Type-15 silica gel (35–60 mesh). See figures 1 through 4. Ten centimeter traps may be used providing that the recoveries are comparable to the 25 cm traps.

4.3 Gas chromatograph—Analytical system complete with a temperature programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories including an analytical column.

4.3.1 Column 1—An 8 ft. stainless steel column (⅛ in. OD x 0.90 to 0.105 in. ID) packed with 1% SP–1000 coated on 60/80 mesh Carbopack B preceded by a 5-cm precolumn packed with 1% SP–1000 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. A glass column (¼ in OD x 2 mm ID) may be substituted. The precolumn is necessary only during conditioning.

4.3.2 Column 2—An 8 ft. stainless steel column (⅛ in OD x 0.09 to 0.105 in. ID) packed with 0.2% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Carbopack C preceded by a 1 ft. stainless steel column (⅛ in. OD x 0.09 to 0.105 in. ID) packed with 3% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. A glass column (¼ in. OD x 2 mm ID) may be substituted. The precolumn is necessary only during conditioning.

4.4 Syringes—glass, 5-ml hypodermic with Luer-Lok tip (3 each).

4.5 Micro syringes—10, 25, 100 µl.

4.6 2-way syringe valve with Luer ends (3 each; Teflon or Kel-F).

4.7 Syringe—5 ml gas-tight with shut-off valve.

4.8 8-inch, 20-gauge syringe needle—One per each 5-ml syringe.

4.9 Mass Spectrometer—capable of scanning from 20–260 in six seconds or less at 70 volts (nominal), and producing a recognizable mass spectrum at unit resolution from 50 ng of DFTPP when injected through the GC inlet. The mass spectrometer must be interfaced with a gas chromatograph equipped with an all-glass, on-column injector system designed for packed column analysis. All sections of the transfer lines must be glass or glass-lined and deactivated. Use Sylon-CT, Supelco, (or equivalent) to deactivate. The GC/MS interface can utilize any separator that gives recognizable mass spectra (background corrected) and acceptable calibration points at the limit of detection specified for each compound in Table 2.

4.10 A computer system should be interfaced to the mass spectrometer to allow acquisition of continuous mass scans for the duration of the chromatographic program. The computer system should also be equipped with mass storage devices for saving all data from GC–MS runs. There must be

computer software available to allow searching any GC/MS run for specific ions and plotting the intensity of the ions with respect to time or scan number. The ability to integrate the area under a specific ion plot peak is essential for quantification.

5. *Reagents.*

5.1 Sodium thiosulfate—(ACS) Granular.

5.2 Trap Materials

5.2.1 Porous polymer packing 60/80 mesh chromatographic grade Tenax GC (2,6-diphenylene oxide).

5.2.3 Silica gel-(35–60 mesh)—

5.2.2 Three percent OV–1 on Chromosorb-W 60/80 mesh. Davison, grade-15 or equivalent.

5.3 Activated carbon—Filtrasorb-200 (Calgon Corp.) or equivalent.

5.4 Organic-free water

5.4.1 Organic-free water is defined as water free of interference when employed in the purge and trap procedure described herein. It is generated by passing tap water or well water through a carbon filter bed containing about 1 lb. of activated carbon.

5.4.2 A water system (Millipore Super-Q or equivalent) may be used to generate organic-free deionized water.

5.4.3 Organic-free water may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the temperature at 90°C, bubble a contaminant-free inert gas through the water for one hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw cap bottle equipped with a Teflon seal.

5.5 Stock standards (2 mg/ml)—Prepare stock standard solutions in methanol using assayed liquids or gases as appropriate. Because of the toxicity of some of the organohalides, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood. A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be worn when the analyst handles high concentrations of such materials.

5.5.1 Place about 9.8 ml of methanol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow the flask to stand, unstoppered, for about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Tare the flask to the nearest 0.1 mg.

5.5.2 Add the assayed reference material:

5.5.2.1 Liquids—using a 100 μl syringe, immediately add 2 to 3 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

5.5.2.2 Gases—To prepare standards of bromomethane, chloroethane, chloromethane, and vinyl chloride, fill a 5-ml valved gas-tight syringe with the reference standard to the 5.0-ml mark. Lower the needle to 5 mm above the methyl alcohol menicus. Slowly inject the reference standard into the neck of the flask (the heavy gas will rapidly dissolve into the methyl alcohol).

5.5.3 Reweigh the flask, dilute to volume, stopper, then mix by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15-ml screw-cap bottle equipped with a Teflon cap liner.

5.5.4 Calculate the concentration in mg per ml (equivalent to μg per μl) from the net gain in weight.

5.5.5 Store stock standards at 4° C. Prepare fresh standards every second day for the four gases and 2-chloroethylvinyl ether. All other standards must be replaced with fresh standards each week.

5.6 Surrogate Standard Dosing Solution—From stock standard solutions prepared as above, add a volume to give 1000 μg each of bromochloromethane, 2-bromo-1-chloropropane, and 1,4-dichlorobutane to 40 ml of organic-free water contained in a 50-ml volumetric flask, mix and dilute to volume. Prepare a fresh surrogate standard dosing solution weekly. Dose the surrogate standard mixture into every 5-ml sample and reference standard analyzed.

6. *Calibration.*

6.1 Using the stock standards, prepare secondary dilution standards of the compounds of interest, either singly or mixed together in methanol. The standards should be at concentrations such that the aqueous standards prepared in 6.2 will bracket the working range of the chromatographic system. If the limit of detection listed in Table 2 is 10 μg/l, for example, prepare secondary methanolic standards at 100 μg/l, and 500 μg/l, so that aqueous standards prepared from thee secondary calibration standards, and the primary standards, will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Using both the primary and secondary dilution standards, prepare calibration standards by carefully adding 20.0 μl of the standard in methanol to 100, 500, or 1000 ml of organic-free water. A 25 μl syringe (Hamilton 702N or equivalent) should be used for this operation. These aqueous standards must be prepared fresh daily.

6.3 Assemble the necessary gas chromatographic and mass spectrometer apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Table 2. By injecting secondary dilution standards, establish the linear range of the analytical system for each compound and demonstrate that the analytical system meets the limit of detection requirements in Table 2.

6.4 Assemble the necessary purge and trap device. Pack the trap as shown in Figure 2 and condition overnight at a nominal 180° C by backflushing with an inert gas flow of at least 20 ml/min. Daily, prior to use, condition the traps for 10 minutes by backflushing at 180° C. Analyze aqueous calibration standards (6.2) according to the purge and trap procedure in Section 9. Compare the responses to those obtained by injection of standards (6.3), to determine the analytical precision. The analytical precision of the analysis of aqueous standards must be comparable to data presented by Bellar and Lichtenberg (1978, Ref. 1) before reliable sample analysis may begin.

6.5 Internal Standard Method—The internal standard approach is acceptable for the purgeable organics. The utilization of the internal standard method requires the periodic determination of response factors (RF) which are defined in equation 1.

Eq. (1) $RF = (A_s C_{is})/(A_{is} C_s)$

Where:

A_s is the integrated area or peak height of the characteristic ion for the priority pollutant standard.

A_{is} is the integrated area or peak height of the characteristic ion for the internal standard.

C_{is} is the amount of the internal standard in μg.

C_s is the amount of the pollutant standard in μg.

The relative response ratio for each pollutant should be known for at least two concentration values—50 ng injected to approximate 10 μg/l and 500 ng to approximate the 100 μg/l level. Those compounds that do not respond at either of these levels may be run at concentrations appropriate to their response. The response factor (RF) must be determined over all concentration ranges of standard (C_s) which are being determined. (Generally, the amount of internal standard added to each extract is the same so that C_{is} remains constant.) This should be done by preparing a calibration curve where the response factor (RF) is plotted against the standard concentration (C_s). Use a minimum of three concentrations over the range of interest. Once this calibration curve has been determined, it should be verified daily by injecting at least one standard solution containing internal standard. If significant drift has occurred, a new calibration curve must be constructed.

Note.—EPA, through its contractors and certain of its Regional Laboratories, is currently evaluating selected compounds for

use as internal standards in the analysis of organics by purge and trap.

6.6 The external standard method can also be used at the discretion of the analyst. Prepare a master calibration curve using a minimum of three standard solutions of each of the compounds that are to be measured. Plot concentrations versus integrated areas or peak heights (selected characteristic ion for GC/MS). One point on each curve should approach the method detection limit. After the master set of instrument calibration curves have been established, they should be verified daily by injecting at least one standard solution. If significant drift has occurred, a new calibration curve must be constructed.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, the analyst should daily demonstrate, through the analysis of an organic-free water method blank, that the entire analytical system is interference-free.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to validate the accuracy of the analysis.

7.3 The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of the method in dealing with each sample matrix by determining the precision of the method in blank water and spiking each 5-ml sample, standard, and blank with surrogate halocarbons.

7.3.1 Determine the precision of the method by dosing blank water with the compounds selected as surrogate standards—bromochloromethane, 2-bromo-1-chloropropane, and 1,4-dichlorobutane—and running replicate analyses. Calculate the recovery and its standard deviation. These compounds represent early, middle, and late eluters over the range of the pollutant compounds.

7.3.2 The sample matrix can affect the purging efficiencies of individual compounds; therefore, each sample must be dosed with the surrogate standards and analyzed in a manner identical to the internal standards in blank water. If the recovery of the surrogate standard shows a deviation greater than two standard deviations (7.3.1), repeat the dosed sample analyses. If the deviation is again greater than two standard deviations, dose another aliquot of the same sample with the compounds of interest at approximately two times the measured values and analyze. Calculate the recovery for the individual compounds using these data.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers having a total volume greater than 20 ml. Fill the sample bottles in such a manner that no air bubbles pass through the sample as the bottle is being filled. Seal the bottles so that no air bubbles are entrapped in it. Maintain the hermetic seal on the sample bottle until time of analysis.

8.2 The sample must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. If the sample contains residual chlorine, add sodium thiosulfate preservative (10 μg/40 ml) to the empty sample bottles just prior to shipping to the sample site, fill with sample just to overflowing, seal the bottle, and shake vigorously for 1 minute.

8.3 All samples must be analyzed within 7 days of collection.

9. *Sample Extraction and Gas Chromatography.*

9.1 Remove standards and samples from cold storage (approximately an hour prior to an analysis) and bring to room temperature by placing in a warm water bath at 20–25°C.

9.2 Adjust the purge gas (nitrogen or helium) flow rate to 40 ml/min. Attach the trap inlet to the purging device, and set the device to the purge mode. Open the syringe valve located on the purging device sample introduction needle.

9.3 Remove the plunger from a 5 ml syringe and attach a closed syringe valve. Open the sample bottle (or standard) and carefully pour the sample into the syringe barrel until it overflows. Replace the syringe plunger and compress the sample. Open the syringe valve and vent any residual air while adjusting the sample volume to 5.0 ml. Since this process of taking an aliquot destroys the validity of the sample for future analysis, the analyst should fill a second syringe at this time to protect against possible loss of data. Add 5.0 μl of the surrogate spiking solution (7.3) through the valve bore, then close the valve.

9.4 Attach the syringe-valve assembly to the syringe valve on the purging device. Open the syringe valve and inject the sample into the purging chamber.

9.5 Close both valves and purge the sample for 12.0 ± .05 minutes.

9.6 After the 12-minute purge time, attach the trap to the chromatograph, and adjust the device to the desorb mode. Introduce the trapped materials to the GC column by rapidly heating the trap to 180°C while backflushing the trap, with an inert gas, at 20 to 60 ml/min for 4 minutes. If rapid heating cannot be achieved, the gas chromatographic column must be used as a secondary trap by cooling it to 30°C (or subambient, if problems persist) instead of the initial program temperature of 45°C.

9.7 While the trap is being desorbed into the gas chromatograph, empty the purging chamber using the sample introduction syringe. Wash the chamber with two 5-ml flushes of organic-free water. After the purging device has been emptied, continue to allow the purge gas to vent through the chamber until the frit is dry, and ready for the next sample.

9.8 After desorbing the sample for four minutes, recondition the trap by returning the purge and trap device to the purge mode. Wait 15 seconds then close the syringe valve on the purging device to begin gas flow through the trap. Maintain the trap temperature at 180°C. After approximately seven minutes, turn off the trap heater and open the syringe valve to stop the gas flow through the trap. When cool, the trap is ready for the next sample. (Note: If this bake out step is omitted, the amount of water entering the GC/MS system will progressively increase causing deterioration of and potential shut down of the system.)

9.9 The analysis of blanks is most important in the purge and trap technique since the purging device and the trap can be contaminated by residues from very concentrated samples or by vapors in the laboratory. Prepare blanks by filling a sample bottle with organic-free water that has been prepared by passing distilled water through a pretested activated carbon column. Blanks should be sealed, stored at 4°C, and analyzed with each group of samples.

10. *Gas Chromatography—Mass Spectrometry.*

10.1 Table 2 summarizes the recommended gas chromatographic column materials and operting conditions for the instrument. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that should be achieved by this method. An example of the separation achieved by Column 1 is shown in Figure 5.

10.2 GC–MS Determination—Suggested analytical conditions for determination of the pollutants amenable to purge and trap, using the Tekmar LCS–1 and GC/MS are given below. Operating conditions vary from one system to another; therefore, each analyst must optimize the conditions for each purge and trap and GC/MS system.

10.3 Purge Parameters.

Sample size—5.0 ml.
Purge gas—Helium, high purity grade.
Purge time—12 minutes.
Purge flow—40 ml/min.
Trap dimensions—⅛ in. O.D. (0.105 in. I.D.)x25 cm long.
Trap sorbent—Tenax–GC, 60/80 mesh (15 cm), plus Type 15 silica gel, 35/60 mesh (8 cm).
Desorption flow—20 ml/min.
Desorption time—4 min.
Desorption temperature—180° C.

10.4 Mass Spectrometer Parameters.

Electron energy—70 volts (nominal).
Mass range—20–27, 33–260 amu.
Scan time—6 seconds or less.

10.5 Calibration of the gas chromatography-mass spectrometry (GC–MS system—Evaluate the system performance each day that it is to be used for the analysis of samples or blanks by examining the mass spectrum of DFTPP or BFB.

10.5.1 To use DFTPP, remove the analytical column and substitute a column more appropriate to the boiling point of the reference compound (e.g. 3% SP–2250 on Supelcoport). Inject a solution containing 50 ng DFTPP and check to insure that the performance criteria listed in Table 3 are met.

10.5.2 To use BFB, inject a solution containing 20 ng BFB and check to insure that the performance criteria listed in Table 4 are met.

10.5.3 If the system performance criteria are not met for either test, the analyst must retune the spectrometer and repeat the performance check. The performance criteria must be met before any samples or standards may be analyzed.

10.6 Analyze an internal or external calibration standard to develop response factors for each compound.

11. *Qualitative and Quantitative Determination.*

11.1 To qualitatively identify a compound, obtain an Extracted Ion Current Profile (EICP) for the primary ion and at least two other ions (if available) listed in Table 5. The criteria below must be met for a qualitative identification.

11.1.1 The characteristic ions for the compound must be found to maximize in the same or within one spectrum of each other.

11.1.2 The retention time at the experimental mass spectrum must be within ±60 seconds of the retention time of the authentic compound.

11.1.3 The ratios of the three EICP peak heights must agree within ±20% with the ratios of the relative intensities for these ions in a reference mass spectrum. The reference mass spectrum can be obtained from either a standard analyzed through the GC-MS system or from a reference library.

11.1.4 Structural isomers that have very similar mass spectra can be explicitly identified only if the resolution between the isomers in a standard mix is acceptable. Acceptable resolution is achieved if the valley height between isomers is less than 25% of the sum of the two peak heights. Otherwise, structural isomers are identified as isomeric pairs.

11.2 The primary ion listed in Table 5 is to be used to quantify each compound. If the sample produces an interference for the primary ion, use a secondary ion to quantify.

11.3 For low concentrations, or direct aqueous injection of acrylonitrile and acrolein, the characteristic masses listed for the compounds in Table 5 may be used for selected ion monitoring (SIM). SIM is the use of a mass spectrometer as a substance selective detector by measuring the mass spectrometric response at one or several characteristic masses in real time.

11.4 Internal Standard Method Calculations—By adding a constant known amount of internal standard (C_{is} in μg) to every sample extract, the concentration of the pollutant (C_s) in $\mu g/l$ in the sample is calculated using equation 2,

$$\text{Eq. (2)} C_s = \frac{(A_s)(C_{is})}{(A_{is})(RF)(V_o)}$$

Where:

V_o is the volume of the original sample in liters, and the other terms are defined as in Section 6.5. To quantify, add the internal standard to the 5.0 ml sample no more than a few minutes before purging to minimize the possibility of losses due to evaporation, adsorption, or chemical reaction. Calculate the concentration by using the previous equations with the appropriate response factor taken from the calibration curve.

11.5 Extenral Standard Method Calculations—The concentration of the unknown can be calculated from the slope and intercept of the multiple point calibration curve. The unknown concentration can be determined using equation 3.

$$\text{Eq. (3) micrograms per liter} = \text{ng/ml} = \frac{(A)}{(V_o)}$$

Where:

A = Mass of compound from calibration curve (ng/5 ml).
V_o = volume of water purged (5 ml).

11.6 An alternate external standard approach for purgeables utilizes a single point calibration. Prepare and analyze a reference standard that closely approximates the response for each component in a sample. Calculate the concentration in the sample using Equation 4.

$$\text{Eq. 4 micrograms per liter} = \frac{(A)(B)}{(C)}$$

Where:

A = area of the unknown
B = concentration of standard ($\mu g/l$)
C = area of the standard.

11.7 Report all results to two significant figures. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported. Report results in micrograms per liter without correction for recovery data.

12. *References.*

1. "The Analysis of Halogenated Chemical Indicators of Industrial Contamination in Water by the Purge and Trap Method," U.S. EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH, 45268, Dec. 1978.

2. "Symposium on Measurement of Organic Pollutants in Water and Wastewater," ASTM Special Publication, 1979 (In Press).

3. "Determining Volatile Organics at Microgram-per-Liter Levels by Gas Chromatography," T. A. Bellar and J. J. Lichtenberg, *Jour. AWWA, 66,* 739–744, Dec. 1974.

4. ASTM Annual Standards—Water, part 31, Method D2908 "Standard Recommended Practice for Measuring Water by Aqueous-Injection Gas Chromatography."

5. ASTM Annual Standards—Water, part 31, Method D3371 "Tentative Method of Test for Nitriles in Aqueous Solution of Gas Liquid Chromatograph."

6. "Direct Analysis of Water Samples for Organic Pollutants with Gas Chromatography-Mass Spectrometry," Harris, L. E., Budde, W. L., and Eichelberger, J. W. *Anal. Chem., 46,* 1912 (1974).

Bibliography

1. "Sampling and Analysis Procedures for Screening of Industrial Effluents for Priority Pollutants," March 1977 (revised April 1977), USEPA, Effluent Guidelines Division, Washington, D.C. 20460.

2. "Proceedings: Seminar on Analytical Methods for Priority Pollutants," Volume 1—Denver, Colorado, November 1977; Volume 2—Savannah, Georgia, May 1978; Volume 3—Norfolk, Virginia, March 1979; USEPA, Effluent Guidelines Division, Washington, D.C. 20460.

Table 1

Parameter	STORET No.
Acrolein	34210
Acrylonitrile	34215
Benzene	34236
Bromomethane	34413
Bromodichloromethane	32101
Bromoform	32104
Carbon Tetrachloride	32102
Chlorobenzene	34301
Chloroethane	34311
2-Chloroethylvinyl ether	34576
Chloroform	32106
Chloromethane	34418
Dibromochloromethane	34106
1,1-Dichloroethane	34496

Table 1—Continued

Parameter	STORET No.
1,2-Dichloroethane	34531
1,1-Dichloroethene	34501
trans-1,2-Dichloroethene	34546
1,2-Dichloropropane	34541
cis-1,3-Dichloropropene	34561
trans-1,3-Dichloropropene	34561
Ethylbenzene	34371
Methylene chloride	34423
1,1,2,2-Tetrachloroethane	34516
Tetrachloroethene	34475
1,1,1-Trichloroethane	34506
1,1,2-Trichloroethane	34511
Trichloroethene	39180
Trichlorofluoromethane	34488
Toluene	34010
Vinyl chloride	39175

Table 2.—*Gas Chromatography of Organics by Purge and Trap* [a]

Compound	Retention time (minutes)		Limit of detection [d] (µg/l)
	Col. 1 [b]	Col. 2 [c]	
chloromethane	1.50	2.10	10
bromomethane	2.17	2.50	10
vinyl chloride	2.67	2.57	10
chloroethane	3.33	2.82	10
methylene chloride	5.25	4.03	10
trichlorofluoromethane	7.18	5.14	10
1,1-dichloroethene	7.92	5.25	10
bromochloromethane (SS)	8.48	6.31	———
1,1-dichloroethane	9.30	6.46	10
trans-1,2-dichloroethene	10.08	6.81	10
chloroform	10.68	7.70	10
1,2-dichloroethane	11.40	8.28	10
1,1,1-trichloroethane	12.60	9.28	10
carbon tetrachloride	13.02	9.45	10
bromodichloromethane	13.55	10.36	10
1,2-dichloropropane	14.92	11.30	10
trans-1,3-dichloropropene	15.22	11.70	10
trichloroethene	15.60	11.98	10
dibromochloromethane	16.48	12.88	10
1,1,2-trichloroethane	16.52	12.86	10
cis-1,3-dichloropropene	16.53	12.86	10
benzene	———	12.95	10
2-chloroethylvinyl ether	18.00	13.71	10
2-bromo-1-chloropropane (SS)	———	13.82	———
bromoform	18.23	15.41	10
1,1,2,2-tetrachloroethane	21.62	17.70	10
tetrachloroethene	21.67	17.44	10
1,4-dichlorobutane (SS)	———	18.13	———
toluene	———	18.53	10
chlorobenzene	24.18	20.57	10
ethylbenzene	———	25.06	10
acrolein	———	———	[e]100
acrylonitrile	———	———	[e]100

[a] Eight ft. stainless steel column (1/8 in ODx0.1 in. ID) packed with 1% SP-1000 coated on 60/80 mesh Carbopack B preceded by a 1 ft. stainless steel column (1/8 in. ODx0.1 in. ID) packed with 1% SP-1000 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. (A glass column (1/4 in. ODx2 mm ID) may be substituted). Carrier gas helium at 40 ml/min. Temperature program: 3 min isothermal at 45° C, then 8°/min to 220°, hold at 220° for 15 minutes.

[b] Eight ft. stainless steel column (1/8 in. ODx0.1 in. ID) packed with 0.2% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Carbopack C preceded by a 1 ft. stainless steel column (1/8 in. ODx0.1 in. ID) packed with 3% Carbowax 1500 coated on 60/80 mesh Chromosorb W. A glass column (1/4 in. ODx2 mm ID) may be substituted. Carrier gas: helium at 40 ml/min. Temperature program: 3 min. isothermal at 60° C then 8°/min to 160°, hold at 160 until all compounds elute.

[c] This is a minimum level at which the entire system must give recognizable mass spectra and acceptable calibration points.

[d] Sensitivity refers to either this method or direct aqueous injection GC–FID (Ref. 4.5.6).

Table 3.—*DFTPP Key Ions and Ion Abundance Criteria*

Mass	Ion abundance criteria
51	30 to 60 pct of mass 198.
68	Less than 2 pct of mass 69.
70	Less than 2 pct of mass 69.
127	40 to 60 pct of mass 198.
197	Less than 1 pct of mass 198.
198	Base peak, 100 pct relative abundance.
199	5 to 9 pct of mass 198.
275	10 to 30 pct of mass 198.
365	Greater than 1 pct of mass 198.
441	Present but less than mass 443.
442	Greater than 40 pct of mass 198.
443	17 to 23 pct of mass 442.

Table 4.—*BFB Keyt Ions and Ion Abundance Criteria*

Mass	Ion abundance criteria
50	20 to 40 pct of mass 95.
75	50 to 70 pct of mass 95.
95	Base peak, 100 pct relative abundance.
96	5 to 9 pct of mass 95.
173	Less than 1 pct of mass 95.
174	70 to 90 pct of mass 95.
175	5 to 9 pct of mass 95.
176	70 to 90 pct of mass 95.
177	5 to 9 pct of mass 95.

Table 5.—*Characteristic Ions of Volatile Organics*

Compound	EI ions				Primary ion
chloromethane	50	52	———	———	50
bromomethane	94	96	———	———	94
vinyl chloride	62	64	———	———	62
chloroethane	64	66	———	———	64
methylene chloride	49	51	84	86	84
trichlorofluoromethane	101	103	———	———	101
1,1-dichloroethene	61	96	98	———	96
bromochloromethane (SS)	49	130	128	51	128
1,1-dichloroethane	63	65	63	———	63
	85	98	100	———	———
trans-1,2-dichloroethene	61	96	98	———	96
chloroform	83	85	———	———	83
1,2-dichloroethane	62	64	98	100	98
1,1,1-trichloroethane	97	99	117	119	97
carbon tetrachloride	117	119	121	———	117
bromodichloromethane	83	85	127	129	127
1,2-dichloropropane	63	65	112	114	112
trans-1,3-dichloropropene	75	77	———	———	75
trichloroethene	95	97	130	132	130
dibromochloromethane	129	127	208	206	127
cis-1,3-dichloropropene	75	77	———	———	75
1,1,2-trichloroethane	83	85	97	———	———
	99	132	134	———	97
benzene	78	———	———	———	78
2-chloroethylvinyl ether	63	65	106	———	106
2-bromo-1-chloropropane (SS)	77	79	156	———	77
bromoform	171	173	175	250	173
	252	254	256	———	———
tetrachloroethene	129	131	164	166	164
1,1,2,2-tetrachloroethane	83	85	131	133	———
	166	168	———	———	166
1,4-dichlorobutane (SS)	55	90	92	———	55
toluene	91	92	———	———	92
chlorobenzene	112	114	———	———	112
ethylbenzene	91	106	———	———	106
acrolein	26	27	55	56	56
acrylonitrile	26	51	52	53	53

BILLING CODE 6560-01-M

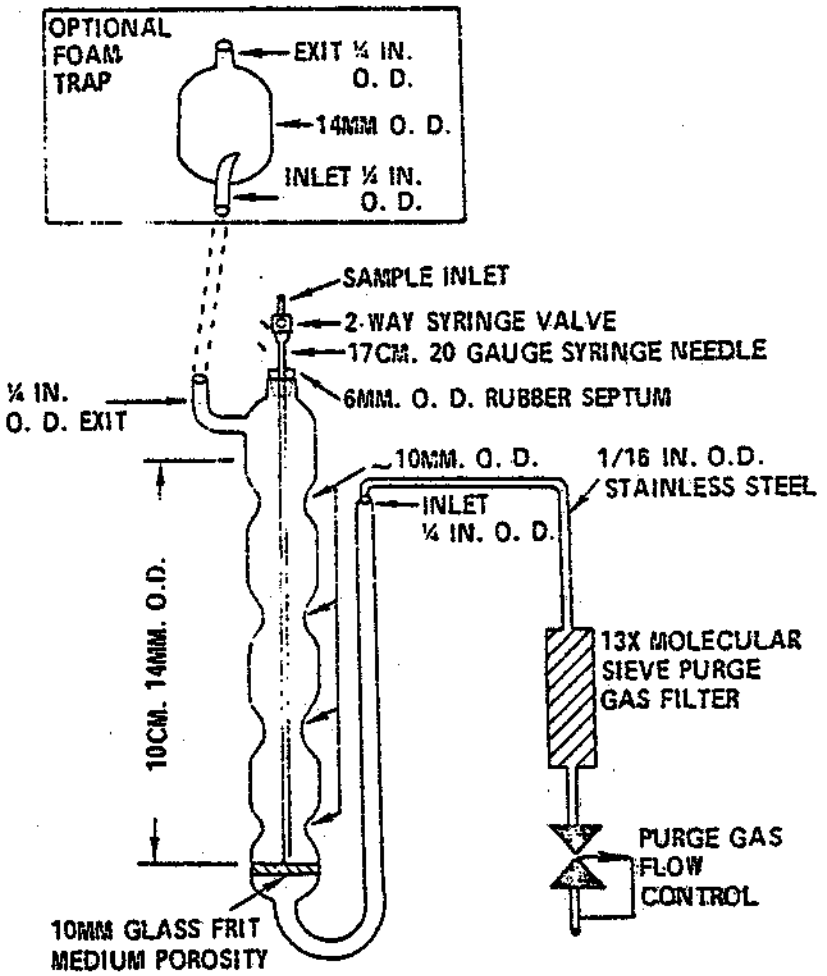


Figure 1. Purging device

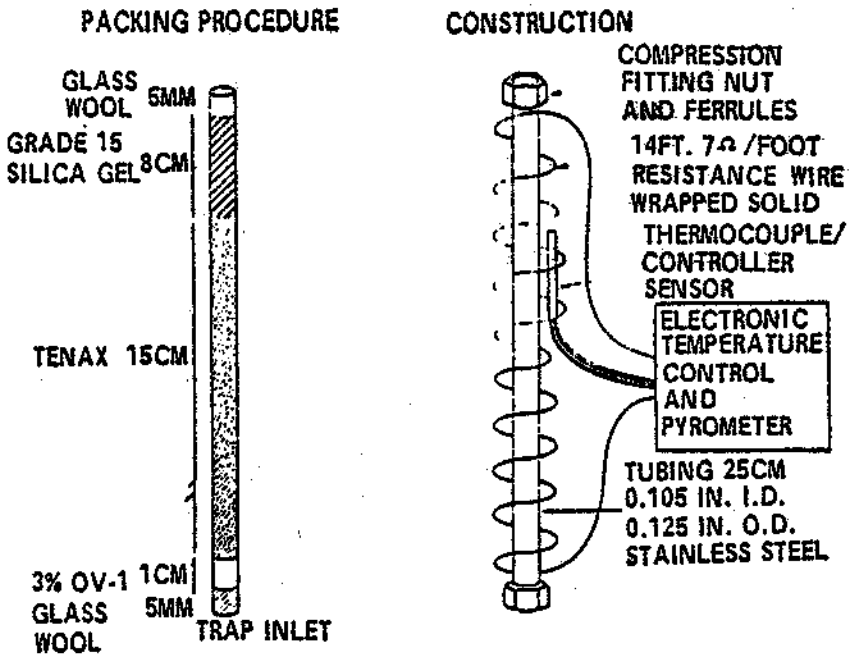


Figure 2. Trap packings and construction to include desorb capability

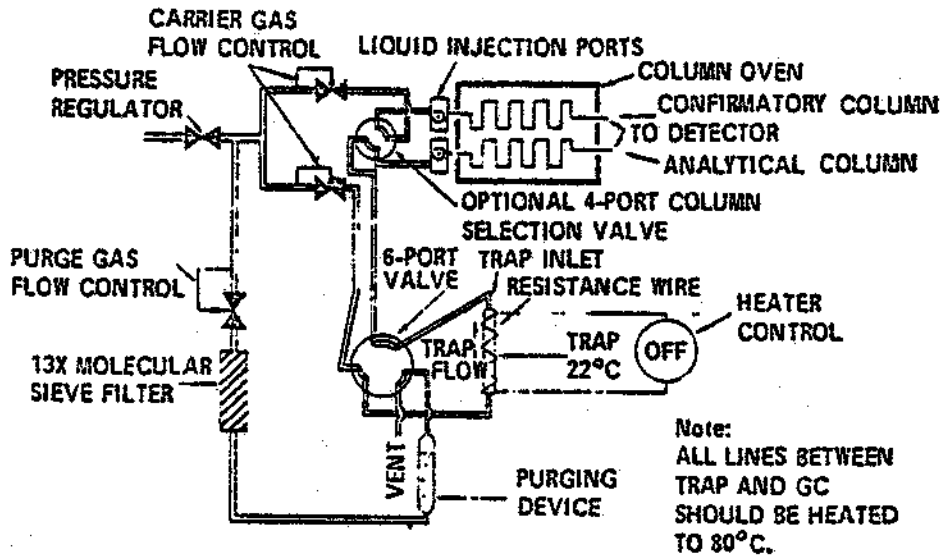


Figure 3. Schematic of purge and trap device - purge mode

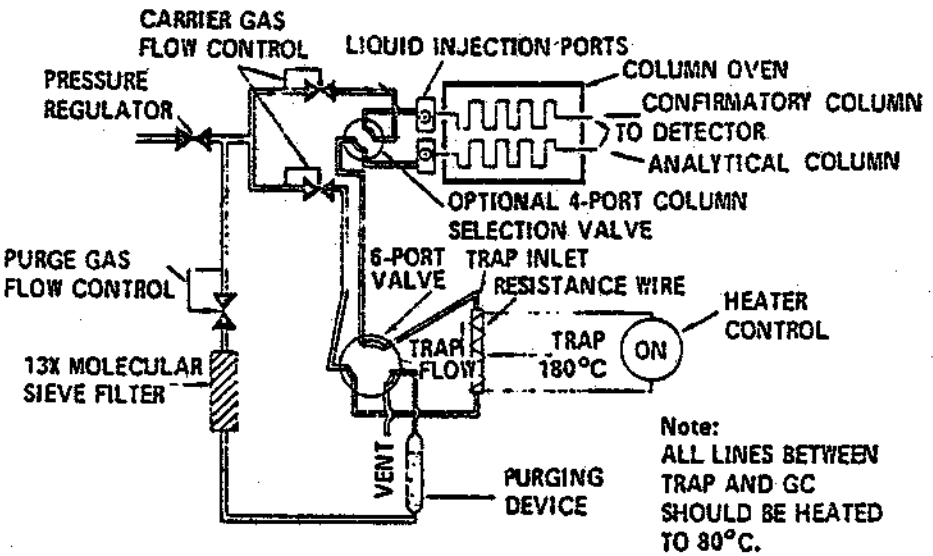


Figure 4. Schematic of purge and trap device - desorb mode

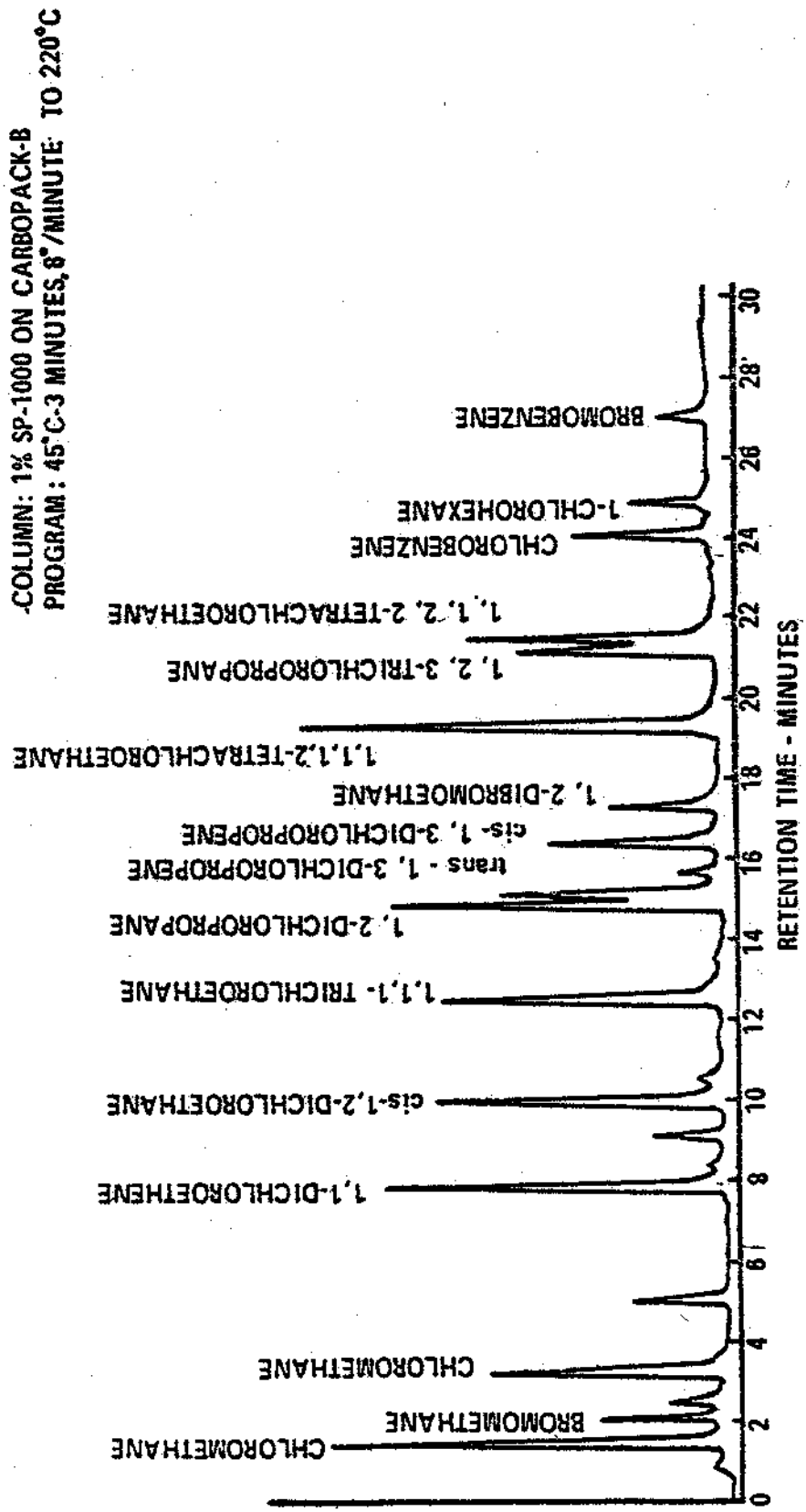


Figure 5. Gas chromatogram of volatile organics by purge and trap

BILLING CODE 6560-01-C

Base/Neutrals, Acids, and Pesticides—Method 625

1. *Scope and Application.*

1.1 This method covers the determination of a number of organic compounds that are solvent extractable and amenable to gas chromatography. The parameters listed in Tables 1, 2 and 3 may be determined by this method.

1.2 This method is applicable to the determination of these compounds in municipal and industrial discharges. It is designed to be used to meet the monitoring requirements of the National Pollutants Discharge Elimination System (NPDES).

1.3 The detection limit of this method is usually dependent upon the level of interferences rather than instrumental limitations. The limits listed in Tables 4, 5, and 6 represent the minimum quantity that must be injected into the system to get confirmation by the mass spectrometric method described below.

1.4 The GC/MS parts of this method are recommended for use only by analysts experienced with GC/MS or under the close supervision of such qualified persons.

2. *Summary of Method.*

2.1 A 1 to 2 liter sample of wastewater is extracted with methylene chloride using separatory funnel or continuous extraction techniques. If emulsions are a problem, continuous extraction techniques should be used. The extract is dried over sodium sulfate and concentrated to a volume of 1 ml using a Kuderna-Danish (K–D) evaporator. Chromatographic conditions are described which allow for the separation of the compounds in the extract.

2.2 Quantitative analysis is performed by GC/MS using either the internal standard or external standard technique.

3. *Interferences.*

3.1 Solvents, reagents, glassware, and other sample processing hardware may yield discrete artifacts and/or elevated baselines causing misinterpretation of chromatograms. All of these materials must be demonstrated to be free from interferences under the conditions of the analysis by running method blanks. Specific selection of reagents and purification of solvents by distillation in all-glass systems may be required.

3.2 Interferences coextracted from the samples will vary considerably from source to source, depending upon the diversity of the industrial complex or municipality being sampled.

3.3 The recommended analytical procedure may not have sufficient resolution to differentiate between certain isomeric pairs. These are anthracene and phenanthrene, chrysene and benzo(a)anthracene, and benzo(b)fluoranthene and benzo(k)fluoranthene. The GC retention time and mass spectral data are not sufficiently unique to make an unambiguous distinction between these compounds. Alternative techniques should be used to identify and quantify these specific compounds. See Reference 1.

4. *Apparatus and Materials.*

4.1 Sampling equipment, for discrete or composite sampling.

4.1.1 Grab sample bottle—amber glass, 1-liter to 1-gallon volume. French or Boston Round design is recommended. The container must be washed and solvent rinsed before use to minimize interferences.

4.1.2 Bottle caps—Threaded to fit sample bottles. Caps must be lined with Teflon. Aluminum foil may be substituted if sample is not corrosive.

4.1.3 Compositing equipment—Automatic or manual compositing system. Must incorporate glass sample containers for the collection of a minimum of 1000 ml. Sample containers must be kept refrigerated during sampling. No plastic or rubber tubing other than Teflon may be used in the system.

4.2 Separatory funnel—2000 ml, with Teflon stopcock (Ace Glass 7228–T–72 or equivalent).

4.3 Drying column—A 20 mm ID pyrex chromatographic column equipped with coarse glass frit or glass wool plug.

4.4 Kuderna-Danish (K–D) Apparatus

4.4.1 Concentrator tube—10 ml, graduated (Kontes K–570050–1025 or equivalent). Calibration must be checked. Ground glass stopper (size 19/22 joint) is used to prevent evaporation of extracts.

4.4.2 Evaporative flask—500 ml (Kontes K–57001–0500 or equivalent). Attach to concentrator tube with springs. (Kontes K–662750–0012).

4.4.3 Snyder column—three-ball macro (Kontes K503000–0232 or equivalent).

4.4.4 Snyder column—two-ball micro (Kontes K–569002–0219 or equivalent).

4.4.5 Boiling chips-extracted, approximately 10/40 mesh.

4.5 Water bath—Heated, with concentric ring cover, capable of temperature control (±2° C). The bath should be used in a hood.

4.6 Gas chromatograph—Analytical system complete with gas chromatograph capable of on-column injection and all required accessories including column supplies, gases, etc.

4.6.1 Column 1—For Base/Neutral and Pesticides a 6-foot glass column (¼ in OD x 2 mm ID) packed with 3% SP–2250 coated on 100/120 Supelcoport (or equivalent).

4.6.2 Column 2—For Acids, a 6-foot glass column (¼ in OD x 2 mm ID) packed with 1% SP–1240 DA coated on 100/120 mesh Supelcoport (or equivalent).

4.7 Mass Spectrometer—Capable of scanning from 35 to 450 a.m.u. every 7 seconds or less at 70 volts (nominal) and producing a recognizable mass spectrum at unit resolution from 50 ng of DFTPP when the sample is introduced through the GC inlet (Reference 2). The mass spectrometer must be interfaced with a gas chromatograph equipped with an injector system designed for splitless injection and glass capillary columns or an injector system designed for on-column injection with all-glass packed columns. All sections of the transfer lines must be glass or glass-lined and must be deactivated. (Use Sylon-CT, Supelco, Inc., or equivalent to deactivate.)

Note.—Systems utilizing a jet separator for the GC effluent are recommended since membrane separators may lose sensitivity for light molecules and glass frit separators may inhibit the elution of polynuclear aromatics. Any of these separators may be used provided that it gives recognizable mass spectra and acceptable calibration points at the limit of detection specified for each individual compound listed in Tables 4, 5, and 6.

4.8 A computer system must be interfaced to the mass spectrometer to allow acquisition of continuous mass scans for the duration of the chromatographic program. The computer system should also be equipped with mass storage devices for saving all data from GC–MS runs. There must be computer software available to allow searching any GC–MS run for specific ions and plotting the intensity of the ions with respect to time or scan number. The ability to integrate the area under any specific ion plot peak is essential for quantification.

4.9 Continuous liquid-liquid extractors—Teflon or glass connecting joints and stopcocks, no lubrication. (Hershberg-Wolf Extractor—Ace Glass Co., Vineland, N.J. P/N 6841–10 or equivalent).

5. *Reagents.*

5.1 Sodium hydroxide—(ACS) 6N in distilled water.

5.2 Sulfuric acid—(ACS) 6N in distilled water.

5.3 Sodium sulfate—(ACS) granular anhydrous (rinsed with methylene chloride (20 ml/g) and conditioned at 400° C for 4 hrs.).

5.4 Methylene chloride—Pesticide quality or equivalent.

5.5 Stock standards—Obtain stock standard solutions at a concentration of 1.00 μg/μl. For example, dissolve 0.100 grams of assayed reference material in pesticide quality isooctane or other appropriate solvent and dilute to volume in a 100 ml ground glass stoppered volumetric flask. The stock solution is transferred to 15 ml Teflon lined screw cap vials, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them. Protect PNA standards from light.

6. *Calibration.*

6.1 Prepare calibration standards that contain the compounds of interest, either singly or mixed together. The standards should be prepared at concentrations that will bracket the working range of the chromatographic system (two or more orders of magnitude are suggested). If the limit of detection (Tables 4, 5, or 6) can be calculated as 20 ng injected, for example, prepare standards at 1 μg/ml, 10 μg/ml, 100 μg/ml, etc. so that injections of 1–5 μl of the calibration standards will define the linearity of the detector in the working range.

6.2 Assemble the necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in Tables 4, 5, and 6. By injecting calibration standards, establish the linear range of the analytical system and demonstrate that the analytical system meets the limits of detection requirements of Tables 4, 5, and 6. If the sample gives peak areas above the working range, dilute and reanalyze.

6.3 Internal Standard Method—The internal standard approach is acceptable for all of the semivolatile organics. The utilization of the internal standard method requires the periodic determination of response factors (RF) which are defined in equation 1.

Eq. 1 $RF = (A_s C_{is})/(A_{is} C_s)$

Where:

A_s is the integrated area or peak height of the characteristic ion for the pollutant standard.

A_{is} is the integrated area or peak height of the characteristic ion for the internal standard.

C_{is} is the amount (μg) of the internal standard.

C_s is the amount (μg) of the pollutant standard.

6.3 The relative response ratio for the pollutants should be known for at least two concentration values—20 ng injected to approximate 10 μg/l and 200 ng injected to approximate the 100 μg/l level. (Assuming 1 ml final volume and a 2 μl injection). Those compounds that do not respond at either of these levels may be run at concentrations appropriate to their response.

The response factor (RF) should be determined over all concentration ranges of standard (C_s) which are being determined. (Generally, the amount of internal standard added to each extract is the same (20 μg) so that C_{is} remains constant.) This should be done by preparing a calibration curve where the response factor (RE) is plotted against the standard concentration (C_s), using a minimum of three concentrations over the range of interest. Once this calibration curve has been determined, it should be verified daily by injecting at least one standard solution containing internal standard. If significant drift has occurred, a new calibration curve must be constructed. To quantify, add the internal standard to the concentrated sample extract no more than a few minutes before injecting into the GC/MS to minimize the possibility of losses due to evaporation, adsorption, or chemical reaction. Calculate the concentration by using the previous equations with the appropriate response factor taken from the calibration curve. Either deuterated or fluorinated compounds can be used as internal standards and surrogate standards. Naphthalene-d_8, anthracene-d_{10}, pyridine-d_5, aniline-d_5, nitrobenzene-d_5, 1-fluoronaphthalene, 2-fluoronaphthalene, 2-fluorobiphenyl, 2,2'-difluorobiphenyl, and 1,2,3,4,5-pentafluorobiphenyl have been used or suggested as appropriate internal standards/surrogates for the base-neutral compounds. Phenol-d_6, pentafluorophenol, 2-perfluoromethyl phenol, and 2-fluorophenol have been used or suggested for the acid compounds. Compounds used as internal standards are not to be used as surrogate standards. The internal standard must be different from the surrogate standards.

6.5 The external standard method can also be used at the discretion of the analyst. Prepare a master calibration curve using a minimum of three standard solutions of each of the compounds that are to be measured. Plot concentrations versus integrated areas or peak heights (selected characteristic ion for GC/MS). One point on each curve should approach the limit of detection (Tables 4, 5, and 6). After the master set of instrument calibration curves have been established, they should be verified daily by injecting at least one standard solution. If significant drift has occurred, a new calibration curve must be constructed.

7. *Quality Control.*

7.1 Before processing any samples, demonstrate through the analysis of a method blank, that all glassware and reagents are interference-free. Each time a set of samples is extracted or there is a change in reagents, a method blank should be processed as a safeguard against chronic laboratory contamination.

7.2 Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected and analyzed to determine the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to determine the precision of the analysis. Fortified samples should be analyzed to determine the accuracy of the analysis. Field blanks should be analyzed to check for contamination introduced during sampling and transportation.

8. *Sample Collection, Preservation, and Handling.*

8.1 Grab samples must be collected in glass containers. Conventional sampling practices should be followed, except that the bottle must not be prerinsed with sample before collection. Composite samples should be collected in refrigerated glass containers in accordance with the requirements of the program. Automatic sampling equipment must be free of tygon and other potential sources of contamination.

8.2 The samples must be iced or refrigerated from the time of collection until extraction. Chemical preservatives should not be used in the field unless more than 24 hours will elapse before delivery to the laboratory. If the samples will not be extracted within 48 hours of collection, they must be preserved as follows:

8.2.1 If the sample contains residual chlorine, add 35 mg of sodium thiosulfate per 1 ppm of free chlorine per liter of sample.

8.2.2 Adjust the pH of the water sample to a pH of 7 to 10 using sodium hydroxide or sulfuric acid. Record the volume of acid or base used.

8.3 All samples must be extracted within 7 days and completely analyzed within 30 days of collection.

9. *Sample Extraction (Base/Neutrals, Acids, and Pesticides).*

9.1 Samples may be extracted by separatory funnel techniques or with a continuous extractor as described in Section 10. Where emulsions prevent acceptable solvent recovery with the separatory funnel technique, the analyst must use the continuous extractor.

9.2 The details of the extraction technique should be adjusted according to the sample volume. The technique described below assumes a sample

volume of 1000 ml. For volumes approximating 2-liters, the volume of extraction solvent should be adjusted to 250, 100, and 100 ml for the serial extraction of the base neutrals, and 200, 100, and 100 ml for the acids.

9.3 Mark the water meniscus on the side of the sample bottle for later determination of sample volume. Pour the entire sample into a two-liter separatory funnel. Adjust the pH of the sample with 6N NaOH to 11 or greater. Use multirange pH paper for the measurements. Proceed to Section 10 if continuous extraction is used.

9.4 Add 60 ml methylene chloride to the sample bottle, cap, and shake 30 seconds to rinse the walls. Transfer the solvent into the separatory funnel, and extract the sample by shaking the funnel for two minutes with periodic venting to release excess vapor pressure. Allow the organic layer to separate from the water phase for a minimum of ten minutes. If the emulsion interface between layers is more than one-third the size of the solvent layer, the analyst must employ mechanical techniques to complete the phase separation. The optimum technique depends upon the sample, but may include stirring, filtration of the emulsion through glass wool, or centrifugation. (If the emulsion cannot be broken, that is, recovery is less than 80% of the added solvent corrected for the water solubility of methylene chloride, transfer the sample, solvent, and emulsion into a continuous extractor and proceed as described in Section 10). Collect the methylene chloride extract in a 250-ml Erlenmeyer flask.

9.5 Add a second 60-ml volume of methylene chloride to the sample bottle and complete the extraction procedure a second time, combining the extracts in the Erlenmeyer flask.

9.6 Perform a third extraction in the same manner. Pour the combined extract through a drying column containing 3–4 inches of anhydrous sodium sulfate, and collect it in a 500 ml K–D flask equipped with 10 ml concentrator tube. Rinse the Erlenmeyer with 20 to 40 ml of methylene chloride. Pour this through the drying column. Seal, label as base/neutral fraction, and proceed with the acid extraction. If the extract must be stored overnight before analysis by GC/MS, it may be transferred to a 2 ml serum vial equipped with a Teflon-lined rubber septum and crimp cap.

9.7 Acid (Phenols) Extraction—Adjust the pH of the water, previously extracted for base-neutrals, with 6N H_2SO_4 to 2 or below. Serially extract with 60, 60 and 60 ml portions of distilled-in-glass methylene chloride. Collect and combine the extracts in a 250-ml Erlenmeyer flask then dry by passing through a column of anhydrous sodium sulfate. Rinse the Erlenmeyer with 20 to 40 ml of methylene chloride and pour through the drying column. Seal, label acid fraction and prepare for concentration.

9.8 Concentrate the extracts (Base/Neutrals and Acids) in a 500 ml K–D flask equipped with a 10 ml concentrator tube.

9.9 Add 1 to 2 clean boiling chips to the flask and attach a three-ball macro-Snyder column. Prewet the Snyder column by adding about 1 ml methylene chloride through the top. Place the K–D apparatus on a warm water bath (60 to 65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the water, and the entire lower rounded surface of the flask is bathed with water vapor. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 15 to 20 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column actively chatter but the chambers do not flood. When the liquid has reached an apparent volume 1 ml, remove the K–D apparatus and allow the solvent to drain for at least 10 minutes while cooling. Remove the Snyder column and rinse the flask and its lower joint into the concentrator tube with 1 to 2 ml of methylene chloride. A 5-ml syringe is recommended for this operation.

9.10 Add a clean boiling chip and attach a two-ball micro-Snyder column to the concentrator tube in 9.8. Prewet the column by adding about 0.5 ml methylene chloride through the top. Place the K–D apparatus on a warm water bath (60 to 65°C) so that the concentrator tube is partially immersed in the water. Adjust the vertical position of the apparatus and the water temperature as required to complete the concentration in 5–10 minutes. At the proper rate of distillation the balls of the column actively chatter but the chambers do not flood. When the liquid reaches an apparent volume of about 0.5 ml, remove the K–D from the water bath and allow the solvent to drain and cool for at least 10 minutes. Remove the micro-Snyder column and rinse its lower joint into the concentrator tube with approximately 0.2 ml of methylene chloride. Adjust the final volume to 1.0 ml, seal, and label as acid fraction.

9.11 Determine the original sample volume by refilling the sample bottle to the mark and transferring the liquid to a 1,000-ml graduated cylinder. Record the sample volume to the nearest 5 ml.

10. *Emulsions/Continuous Extraction.*

10.1 Place 100 to 150 ml of methylene chloride in the extractor and 200–500 ml methylene chloride in the distilling flask.

10.2 Add the aqueous sample (pH 11 or greater) to the extractor. Add blank water as necessary to operate the extractor and extract for 24 hours. Remove the distilling flask and pour the contents through a drying column containing 7 to 10 cm of anhydrous sodium sulfate. Collect the methylene chloride in a 500 ml K–D evaporator flask quipped with a 10 ml concentrator tube. Seal, label as the base/neutral fraction, and concentrate as per sections 9.8 to 9.10.

10.3 Adjust the pH of the sample in the continuous extractor to 2 or below using 6N sulfuric acid. Charge a clean distilling flask with 500 ml of methylene chloride. Extract for 24 hours. Remove the distilling flask and pour the contents through a drying column containing 7 to 10 cm of anhydrous sodium sulfate. Collect the methylene chloride layer on a K–D evaporator flask equipped with a 10 ml concentrator tube. Label as the acid fraction. Concentrate as per sections 9.8 to 9.10.

11. *Calibration of the GC–MS System.*

11.1 At the beginning of each day, the mass calibration of the GC–MS system must be checked and adjusted if necessary to meet DFTPP specifications (11.3). Each day base-neutrals are measured, the column performance specification (12.1) with benzidine must be met. Each day the acids are measured, the column performance specification (13.1) with pentachlorophenol must be met. DFTPP can be mixed in solution with either of these compounds to complete two specifications with one injection, if desired.

11.2 To perform the mass calibration test of the GC–MS system, the following instrumental parameters are required:

Electron energy—70 volts (nominal).
Mass range—35 to 450 a.m.u.
Scan time—7 seconds or less.

11.3 GC–MS system calibration—Evaluate the system performance each day that it is to be used for the analysis of samples or blanks by examining the mass spectrum of DFTPP. Inject a solution containing 50 ug DFTPP and check to insure that performance criteria listed in Table 10 are met. If the system performance criteria are not met, the analyst must retune the spectrometer and repeat the performance check. The performance criteria must be met before any samples or standards may be analyzed.

12. *Gas Chromatography-Mass Spectrometry of Base/Neutral Fraction.*

12.1 At the beginning of each day that base/neutral analyses are to be performed, inject 100 nanograms of benzidine either separately or as part of a standard mixture that may also contain 50 ng of DFTPP. The tailing factor for benzidine should be less than 3. Calculation of the tailing factor is given in Reference 2 and described in Figure 8.

12.2 Establish chromatographic conditions equivalent to those in Tables 4 and 5. Included in these tables are estimated retention times and sensitivities that can be achieved by this method. Examples of the separatioins achieved by these columns are shown in Figures 1 and 3 through 7.

12.3 Program the GC/MS to operate in the Extracted Ion Current Profile (EICP) mode, and collect EICP for the three ions listed in Tables 7 and 8 for each compound being measured. Operating in this mode, calibrate the system response for each compound as described in Section 6, using either the internal or external standard procedure.

12.4 If the internal standard approach is being used, the analyst may not add the standard to sample extracts until immediately before injection into the instrument. Mix thoroughly.

12.5 Inject 2 to 5 μl of the sample extract. The solvent-flush technique is preferred. If external calibration is employed, record the volume injected to the nearest 0.05 μl. If the response for any ion exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

12.6 Qualitative and quantitative measurements are made as described in Section 14. When the extracts are not being used for analysis, store them in vials with unpierced septa in the dark at 14° C.

13. *Gas Chromatography/Mass Spectrometry of Acid Fraction.*

13.1 At the beginning of each day that acid fraction analyses are to be performed, inject 50 nanograms of pentachlorophenol either separately or as part of a standard mixture that may also contain DFTPP. The tailing factor for pentachlorophenol should be less than 5. Calculation of the tailing factor is given in Reference 2 and described in Figure 8.

13.2 Establish chromatographic conditions equivalent to those in Table 6. Included in this table are estimated retention times and sensitivities that can be achieved by this method. An example of the separation achieved by the column is shown in Figure 2.

13.3 Program the GC/MS to operate in the Extracted Ion Current Profile mode, and collect EICP for the three ions listed in Table 9 for each phenol being measured. Operating in this mode, calibrate the system response for each compound as described in Section 6 using either the internal or external standard procedure.

13.4 If the internal standard approach is being used, the analyst may not add the standard to sample extracts until immediately before injection into the instrument. Mix thoroughly.

13.5 Inject 2 to 5 μl of the sample extract. The solvent-flush technique is preferred. If external standard calibration is employed, record the volume injected to the nearest 0.05 μl. If the response for any ion exceeds the linear range of the system, dilute the extract and reanalyze.

13.6 Qualitative and quantitative measurements are made as described in Section 14. When the extracts are not being used for analysis, store them in vials with unpierced septa in the dark at 4° C.

14. *Qualitative and Quantitative Determination.*

14.1 To qualitatively identify a compound, obtain an Extracted Ion Current Profile (EICP) for the primary ion and the two other ions listed in Tables 7, 8, or 9. The criteria below must be met for a qualitative identification.

14.1.1 The characteristic ions for the compound must be found to maximize in the same or within one spectrum of each other.

14.1.2 The retention time at the experimental mass spectrum must be within ±60 seconds of the retention time of the authentic compound.

14.1.3 The ratios of the three EICP peak heights must agree within ±20% with the ratios of the relative intensities for these ions in a reference mass spectrum. The reference mass spectrum can be obtained from either a standard analyzed through the GC–MS system or from a reference library.

14.1.4 Structural isomers that have very similar mass spectra can be explicitly identified only if the resolution between the isomers in a standard mix is acceptable. Acceptable resolution is achieved if the valley height between isomers is less than 25% of the sum of the two peak heights. Otherwise, structural isomers are identified as isomeric pairs.

14.2 In samples that contain an inordinate number of interferences the chemical ionization (CI) mass spectrum may make identification easier. In Tables 7 and 8 characteristic CI ions for most of the compounds are given. The use of chemical ionization MS to support EI is encouraged but not required.

14.3 When a compound has been identified, the quantification of that compound will be based on the integrated area from the specific ion plot of the first listed characteristic ion in Tables 7, 8 and 9. If the sample produces an interference for the first listed ion, use a secondary ion to quantify. Quantification will be done by the external or internal standard method.

14.4 Internal Standard—By adding a constant known amount of internal standard (C_{is} in μg) to every sample extract, the concentration of pollutant (C_o) is μg/l in the sample is calculated using equation 2.

$$\text{Eq. 2} \qquad C_o = \frac{(A_x)\ (C_{is})}{(A_{is})\ (RF)\ (Vo)}$$

Where: V_o is the volume of the original sample in liters, and the other terms are defined as in Section 6.3.

14.5 External Standard—The concentration of the unknown can be calculated from the slope and intercept of the calibration curve. The unknown concentration can be determined using equation 3.

Eq. 3

$$\text{Micrograms/liter} = \text{ng/ml} = \frac{(A)(V_t)}{(V_i)(V_o)}$$

where:

A = mass of compound from calibration curve (ng).
V_i = volume of extract injected (μl).
V_t = volume of total extract (μl).
V_o = volume of water extracted (ml).

14.6 Report all results to two significant figures. Report results in micrograms per liter (Base/Neutrals and Acids) without correction for recovery data. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.

14.7 In order to minimize unnecessary GC–MS analysis of method blanks and field blanks, the field blank may be screened on a FID–GC equipped with the appropriate SP–2250 or SP–1240 DA columns.

15. References

1. Method 610, Polynuclear Aromatic Hydrocarbons, EMSL, Cincinnati, Ohio 45268, 1979.
2. "Reference Compound to Calibrate Ion Abundance Measurement in Gas Chromatography—Mass Spectrometry Systems," J. W. Eichelberger, L. E. Harris and W. L. Budde, *Anal. Chem. 47*, 995–1000 (1975).

Bibliography

1. "Sampling and Analysis Procedures for Screening of Industrial Effluents for Priority Pollutants," March 1977 (revised April 1977), USEPA, Effluent Guidelines Division, Washington, D.C. 20460.
2. "Proceedings.—Seminar on Analytical Methods for Priority Pollutants":
   Volume 1—Denver, Colorado, November 1977
   Volume 2—Savannah, Georgia, May 1978
   Volume 3—Norfolk, Virginia, March 1979
   USEPA, Effluent Guidelines Division, Washington, D.C. 20460.

Table 1.—Base-Neutral Extractables

Compound	STORET No.
Acenaphthene	34205
Acenaphthylene	34200
Anthracene	34220
Benzo(a)anthracene	34526
Benzo(b)fluoranthene	34230
Benzo(k)fluoranthene	34242
Benzo(a)pyrene	34247
Benzo(g,h,i)perylene	34521
Benzidine	39120
Bis(2-chloroethyl)ether	34273
Bis(2-chloroethoxy)methane	34278
Bis(2-ethylhexyl)phthalate	39100
Bis(2-chloroisopropyl)ether	34283
4-Bromophenyl phenyl ether	34636
Butyl benzyl phthalate	34292
2-Chloronaphthalene	34581
4-Chlorophenyl phenyl ether	34641
Chrysene	34320
Dibenzo(a,h)anthracene	34556
Di-n-butylphthalate	39110
1,3-Dichlorobenzene	34566
1,4-Dichlorobenzene	34571
1,2-Dichlorobenzene	34536
3,3'-Dichlorobenzidine	34631
Diethylphthalate	34336
Dimethylphthalate	34341
2,4-Dinitrotoluene	34611
2,6-Dinitrotoluene	34626
Dioctylphthalate	34596
1,2-Diphenylhydrazine	34346
Fluoranthene	34376
Fluorene	34381
Hexachlorobenzene	39700
Hexachlorobutadiene	34391
Hexachloroethane	34396
Hexachlorocyclopentadiene	34386
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	34403
Isophorone	34408
Naphthalene	39250
Nitrobenzene	34447
N-Nitrosodimethylamine	34438
N-Nitrosodi-n-propylamine	34428
N-Nitrosodiphenylamine	34433
Phenanthrene	34461
Pyrene	34469
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-dioxin	34675
1,2,4-Trichlorobenzene	34551

Table 2.—Acid Extractables

Compound	STORET No.
4-Chloro-3-methylphenol	34452
2-Chlorophenol	34586
2,4-Dichlorophenol	34601
2,4-Dimethylphenol	34606
2,4-Dinitrophenol	34616
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	34657
2-Nitrophenol	34591
4-Nitrophenol	34646
Pentachlorophenol	39094
Phenol	34694
2,4,6-Trichlorophenol	34621

Table 3.—Pesticide Extractables

Compound	STORET No.
Aldrin	39330
a-BHC	39337
b-BHC	39338
d-BHC	39340
g-BHC	34259
Chlordane	39350
4,4'-DDD	39310
4,4'DDE	39320
4,4'DDT	39300
Dieldrin	39390
Endosulfan I	34361
Endosulfan II	34356
Endosulfan Sulfate	34351
Endrin	39390
Endrin Aldehyde	34366
Heptachlor	39410
Heptachlor Epoxide	39420
Toxaphene	39400
PCB-1016	34671
PCB-1221	39488
PCB-1232	39492
PCB-1242	39496
PCB-1248	39500
PCB-1254	39504
PCB-1260	39508

Table 4.—Gas Chromatography of Base/Neutral Extractables

Compound	Retention time # (min.)	Limit of detection ## ng injected	ng/l
1,3-Dichlorobenzene	7.4	20	10
1,4-Dichlorobenzene	7.8	20	10
Hexachloroethane	8.4	20	10
Bis(2-chloroethyl)ether	8.4	20	10
1,2-Dichlorobenzene	8.4	20	10
Bis(2-chloroisopropyl)ether	9.3	20	10
N-nitroso-di-n-propyl amine		20	10
Nitrobenzene	11.1	20	10
Hexachlorobutadiene	11.4	20	10
1,2,4-Trichlorobenzene	11.8	20	10
Isophorone	11.9	20	10
Naphthalene	12.1	20	10
Bis(2-chloroethoxy) methane	12.2	20	10
Hexachlorocyclopentadiene	13.9	20	10
2-Chloronaphthalene	15.8	20	10
Acenaphthylene	17.4	20	10
Acenaphthene	17.8	20	10
Dimethyl phthalate	18.3	20	10
2,6-Dinitrotoluene	18.7	20	10
Fluorene	19.5	20	10
4-Chlorophenyl phenyl ether	19.5	20	10
2,4-Dinitrotoluene	19.8	20	10
1,2-Diphenyl hydrazine*	20.1	20	10
Diethyl phthalate	20.1	20	10
N-nitrosodiphenyl amine**	20.5	20	10
Hexachlorobenzene	21.0	20	10
4-Bromophenyl phenyl ether	21.2	20	10
Phenanthrene	22.8	20	10
Anthracene	22.8	20	10
Di-n-butyl phthalate	24.7	20	10
Fluoranthene	26.5	20	10
Pyrene	27.3	20	10
Benzidine	28.8	20	10
Butyl benzyl phthalate	29.9	20	10
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	30.6	20	10
Chrysene	31.5	20	10

Table 4.—Gas Chromatography of Base/Neutral Extractables—Continued

Compound	Retention time # (min.)	Limit of detection ## ng injected	ng/l
Benzo(a)anthracene	31.5	20	10
3,3'-Dichlorobenzidine	32.2	20	10
Di-n-octyl phthalate	32.5	20	10
Benzo(b)fluoranthene	34.9	20	10
Benzo(k)fluoranthene	34.9	20	10
Benzo(a)pyrene	36.4	20	10
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene	42.7	50	25
Dibenzo(a,h)anthracene	43.2	50	25
Benzo(g,h,i)perylene	45.1	50	25
N-Nitrosodimethylamine			
Bis(chloromethyl)ether			
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-dioxin			

#Six foot glass column (¼ in. OD x 2 mm ID) packed with 3% SP–2250 coated on 100/120 mesh Supelcoport. Carrier gas: helium at 30 ml per min. Temperature program: Isothermal for 4 minutes at 50° C, then 8° per min to 270° C. Hold at 270° C for 30 minutes. If desired, capillary or SCOT columns may be used.

##This is a minimum level at which the entire analytical system must give mass spectral confirmation. (Nanograms injected is based on a 2 µl injection of a one-liter sample that has been extracted and concentrated to a volume of 1.0 mL)

*Detected as azobenzene.

**Detected as diphenylamine.

Table 5.—Gas Chromatography of Pesticide Extractables

Compound	Retention time (min)*	Limit of detection# ng injected	µg/l
a-bhc	21.1	40	10
g-bhc	22.4	40	10
b-bhc	23.4	40	10
Heptachlor	23.4	40	10
d-bhc	23.7	40	10
Aldrin	24.0	40	10
Heptachlor epoxide	25.6	40	10
Endosulfan I	26.4	40	10
Dieldrin	27.2	40	10
4,4'-DDE	27.2	40	10
Endrin	27.9	40	10
Endosulfan II	28.6	40	10
4,4'-DDD	28.6	40	10
4,4'-DDT	29.3	40	10
Endosulfan sulfate	29.8	40	10
Chlordane	19 to 30		
Toxaphene	25 to 34		
PCB-1242	20 to 32		
PCB-1254	23 to 32		

*6 foot glass column (¼ in. OD x 2 mm ID) packed with 3% SP-2250 coated on 100/120 mesh Supelcoport. Carrier gas: helium at 30 ml per min. Temperature program: Isothermal for 4 minutes at 50° C, then 8° per minute to 270°. Hold at 270° C for 30 minutes. If desired, capillary or SCOT columns may be used.

#This is a minimum level at which the entire analytical system must give mass spectral confirmation. (Nanograms injected is based on a 4 µl injection of a one-liter sample that has been extracted and concentrated to a volume of 1.0 mL

Table 6.—Gas Chromatography of Acid Extractables

Compound	Retention time* (min)	Limit of detection# ng injected	µg/l
2-Chlorophenol	5.9	50	25
2-Nitrophenol	6.4	50	25
Phenol	8.0	50	25
2,4-Dimethylphenol	9.4	50	25
2,4-Dichlorophenol	9.6	50	25
2,4,6-Trichlorophenol	11.8	50	25
4-Chloro-3-methylphenol	13.2	50	25
2,4-Dinitrophenol	15.9	500	250

Table 6.—*Gas Chromatography of Acid Extractables*—Continued

Compound	Retention time* (min)	Limit of detection# ng injected	Limit of detection# µg/l
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	16.2	500	250
Pentachlorophenol	17.5	50	25
4-Nitrophenol	20.3	50	25

*6 foot-glass column (¼ in. OD x 2 mm ID). Packed with 1% SP-1240 DA coated on 100/120 mesh Supelcoport. Carrier gas: helium at 30 ml per min. Temperature program: 2 min isothermal at 70°, then 8° per min to 200° C. If desired, capillary or SCOT columns may be used.

#This is a minimum level at which the entire analytical system must give mass spectral confirmation. (Nanograms injected is based on a 2 µl injection of a one liter sample that has been extracted and concentrated to 1.0 ml.)

Table 7.—*Base/Neutral Extractables Characteristic Ions*

Compound	Characteristic ions					
	Electron impact			Chemical ionization (methane)		
1,3-Dichlorobenzene	146	148	113	146	148	150
1,4-Dichlorobenzene	146	148	113	146	148	150
Hexachloroethane	117	201	199	199	201	203
Bis(2-chloroethyl) ether	93	63	95	63	107	109
1,2-Dichlorobenzene	146	148	113	146	148	150
Bis(2-chloroisopropyl) ether	45	77	79	77	135	137
N-Nitrosodipropyl amine	130	42	101			
Isophorone	82	95	138	139	167	179
Nitrobenzene	77	123	65	124	152	164
Hexachlorobutadiene	225	223	227	223	225	227
1,2,4-Trichlorobenzene	180	182	145	181	183	209
Naphthalene	128	129	127	129	157	159
Bis(2-chloroethoxy) methane	93	95	123	65	107	137
Hexachlorocyclopentadiene	237	235	272	235	237	239
2-Chloronaphthalene	162	164	127	163	191	203
Acenaphthylene	152	151	153	152	153	181
Acenaphthene	154	153	152	154	155	183
Dimethyl phthalate	63	194	164	151	163	164
2,6-Dinitrotoluene	165	63	121	63	211	223
Fluorene	166	165	167	166	167	195
4-Chlorophenyl phenyl ether	204	206	141			
2,4-Dinitrotoluene	165	89	183	183	211	223
1,2-Diphenylhydrazine[1]	77	93	105	185	213	225
Diethylphthalate	149	177	150	177	223	251
N-Nitrosodiphenylamine[2]	169	168	167	169	170	198
Hexachlorobenzene	284	142	249	284	286	288
4-Bromophenyl phenyl ether	248	250	141	249	251	277
Phenanthrene	178	179	176	178	179	207
Anthracene	178	179	176	178	179	207
Dibutyl phthalate	149	150	104	149	205	279
Fluoranthene	202	101	100	203	231	243
Pyrene	202	101	100	203	231	243
Benzidine	184	92	185	185	213	225
Butyl benzyl phthalate	149	91		149	299	327
Bis(2-ethyl hexyl) phthalate	149	167	279	149		
Chrysene	228	226	229	228	229	257
Benzo(a)anthracene	229	229	226	228	229	257
3,3'-Dichlorobenzidine	252	254	126			
Dioctyl phthalate	149					
Benzo(b)fluoranthene	252	253	125	252	253	281
Benzo(k)fluoranthene	252	253	125	252	253	281
Benzo(a)pyrene	252	253	125	252	253	281
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene	276	138	277	276	277	305
Dibenzo(a,h)anthracene	278	139	279	278	279	307
Benzo(g,h,i)perylene	276	138	277	276	277	305
N-nitrosodimethyl amine	42	74	44			
Bis(chloromethyl) ether	45	49	51			
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-dioxin		322	320	59		
Deuterated anthracene(d-10)[3]	188	94	80	189	217	

[1] Detected as azobenzene.
[2] Detected as diphenylamine.
[3] Suggested internal standard.

Table 8.—*Pesticides Characteristic Ions*

Compound	Characteristic ions electron impact		
a-BHC	183	181	109
g-BHC	183	181	109
b-BHC	181	183	109
heptachlor	100	272	274
d-BHC	183	109	181
aldrin	66	263	220
heptachlor epoxide	353	355	351
endosulfan I	201	253	278
dieldrin	79	263	279
4,4'-DDE	246	248	176
4,4'-DDD	235	165	237
endrin	81	263	82
endosulfan II	201	283	278
4,4'-DDT	235	237	165
endosulfan sulfate	272	387	422
chlordane [1]	373	375	377
toxaphene [2]	231	233	235
PCB-1242 [2]	224	260	294
PCB-1254 [2]	294	330	362

[1] Characteristic of alpha and gamma forms of chlordane.
[2] These compounds are mixtures of various isomers.

Table 9.—*Acid Extractable Characteristic Ions*

Compound	Characteristic ions					
	Electron impact			Chemical ionization (methane)		
2-Chlorophenol	128	64	130	129	131	157
2-Nitrophenol	139	65	109	140	166	122
Phenol	94	66	66	95	123	135
2,4-Dimethylphenol	122	107	121	123	151	163
2,4-Dichlorophenol	162	164	98	163	165	167
2,4,6-Trichlorophenol	196	198	200	197	199	201
4-Chloro-3-methyl phenol	142	107	144	143	171	183
2,4-Dinitrophenol	184	63	154	185	213	225
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	198	182	77	199	227	239
Pentachlorophenol	266	264	268	267	265	269
4-Nitrophenol	65	139	109	140	168	122
Anthracene (d-10) [1]	188	94	80	189	217	

[1] Suggested internal standard.

Table 10.—*DFTPP Key Ions and Ion Abundance Criteria*

	Ion abundance criteria
Mass:	
51	30 to 60 percent of mass 198.
68	Less than 2 percent of mass 69.
70	Less than 2 percent of mass 69.
127	40 to 60 percent of mass 198.
197	Less than 1 percent of mass 198.
198	Base peak, 100 percent relative abundance.
199	5 to 9 percent of mass 198.
275	10 to 30 percent of mass 198.
365	Greater than 1 percent of mass 198.
441	Present but less than mass 443.
442	Greater than 40 percent of mass 198.
443	17 to 23 percent of mass 442.

BILLING CODE 6560-01-M

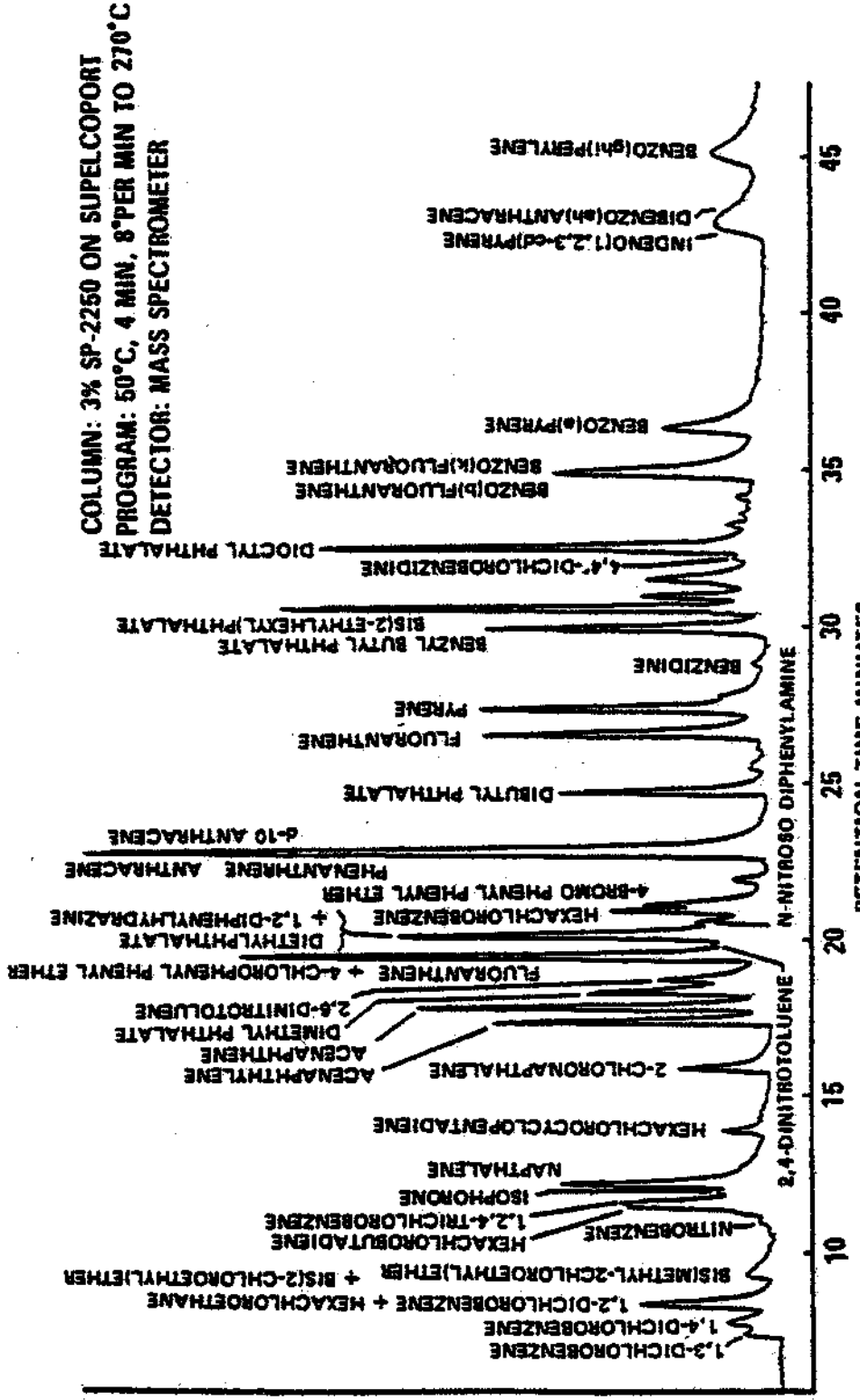


Figure 1. Gas chromatogram of base/neutral fraction

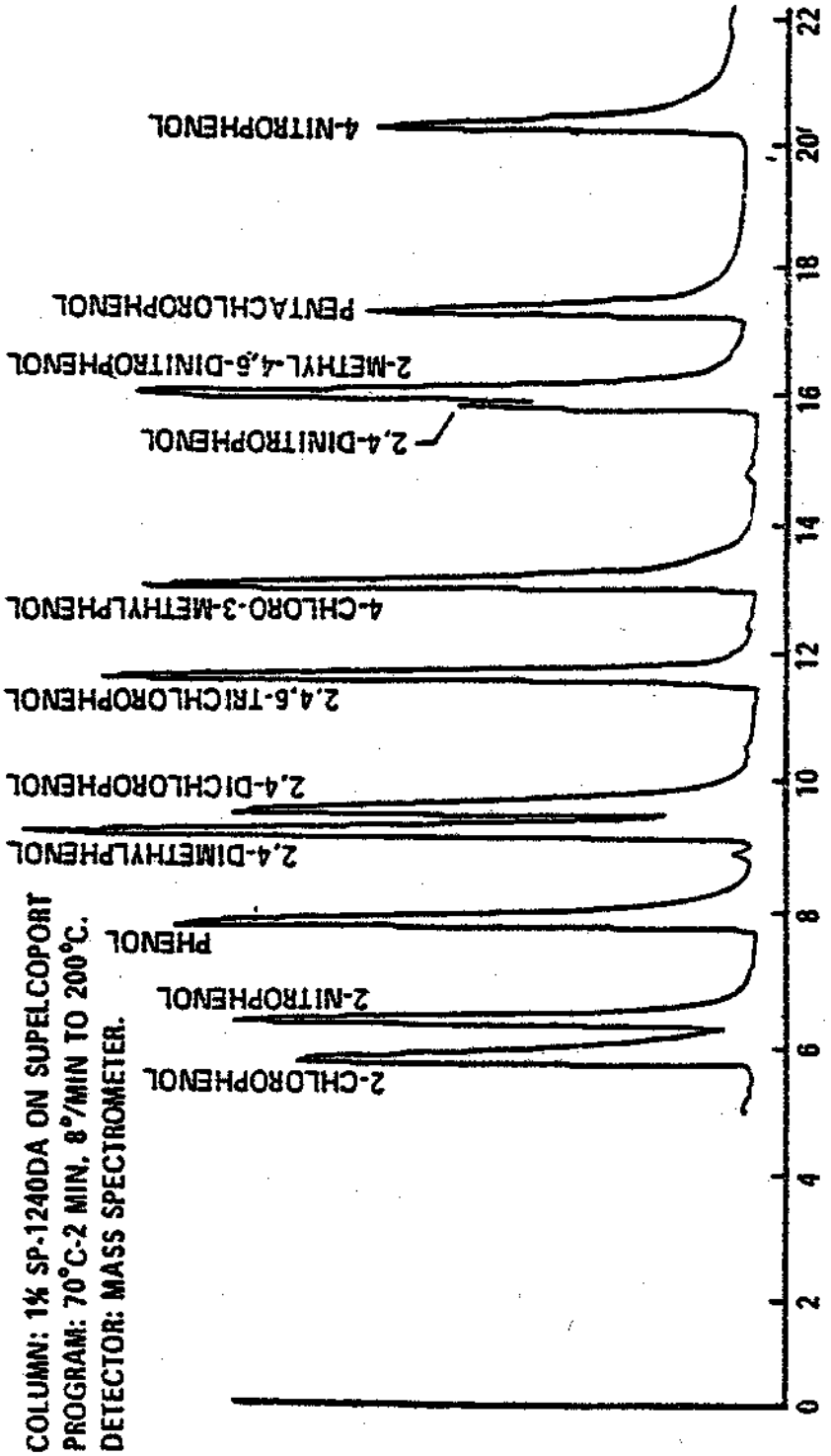


Figure 2. Gas chromatogram of acid fraction

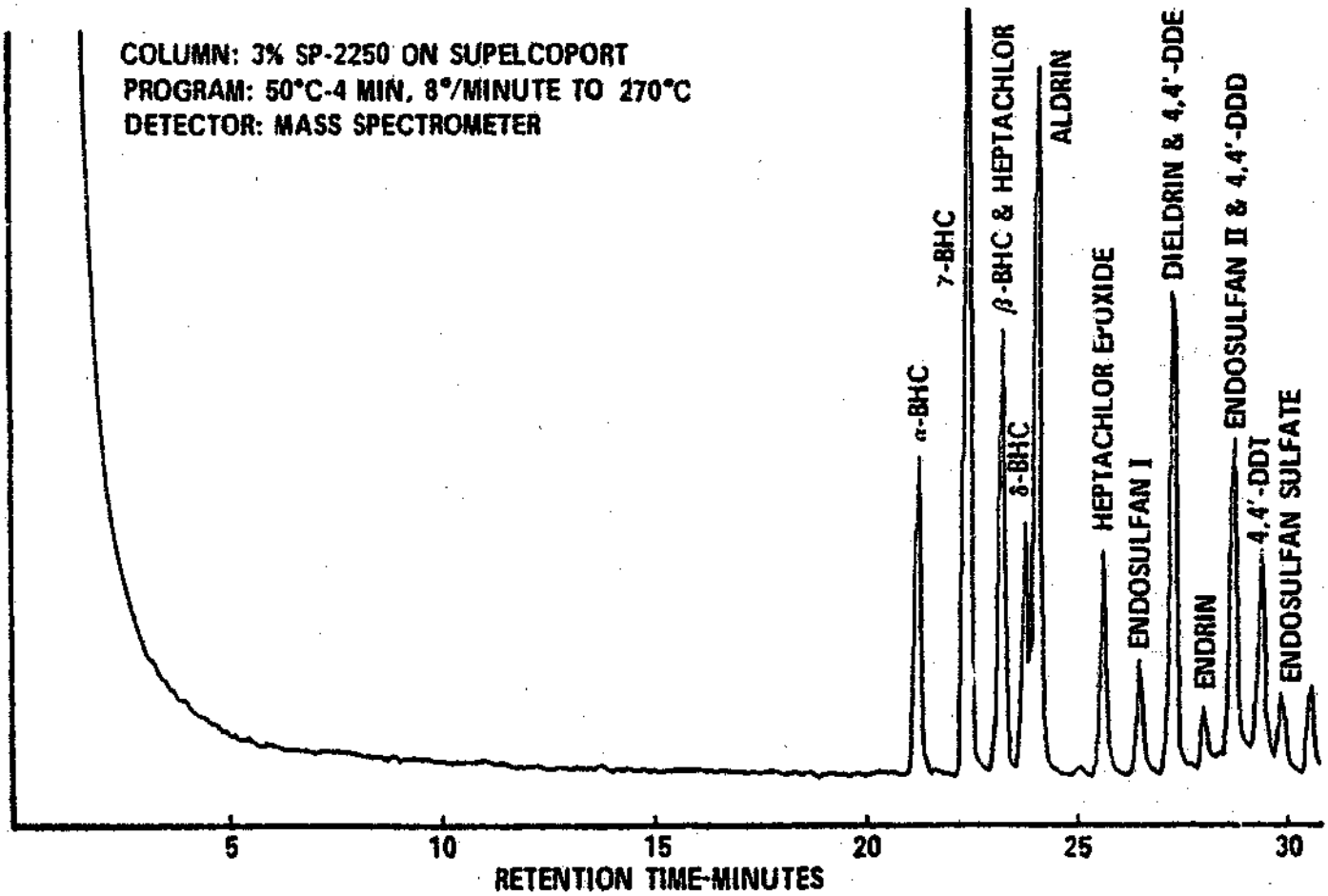


Figure 3. Gas chromatogram of pesticide fraction

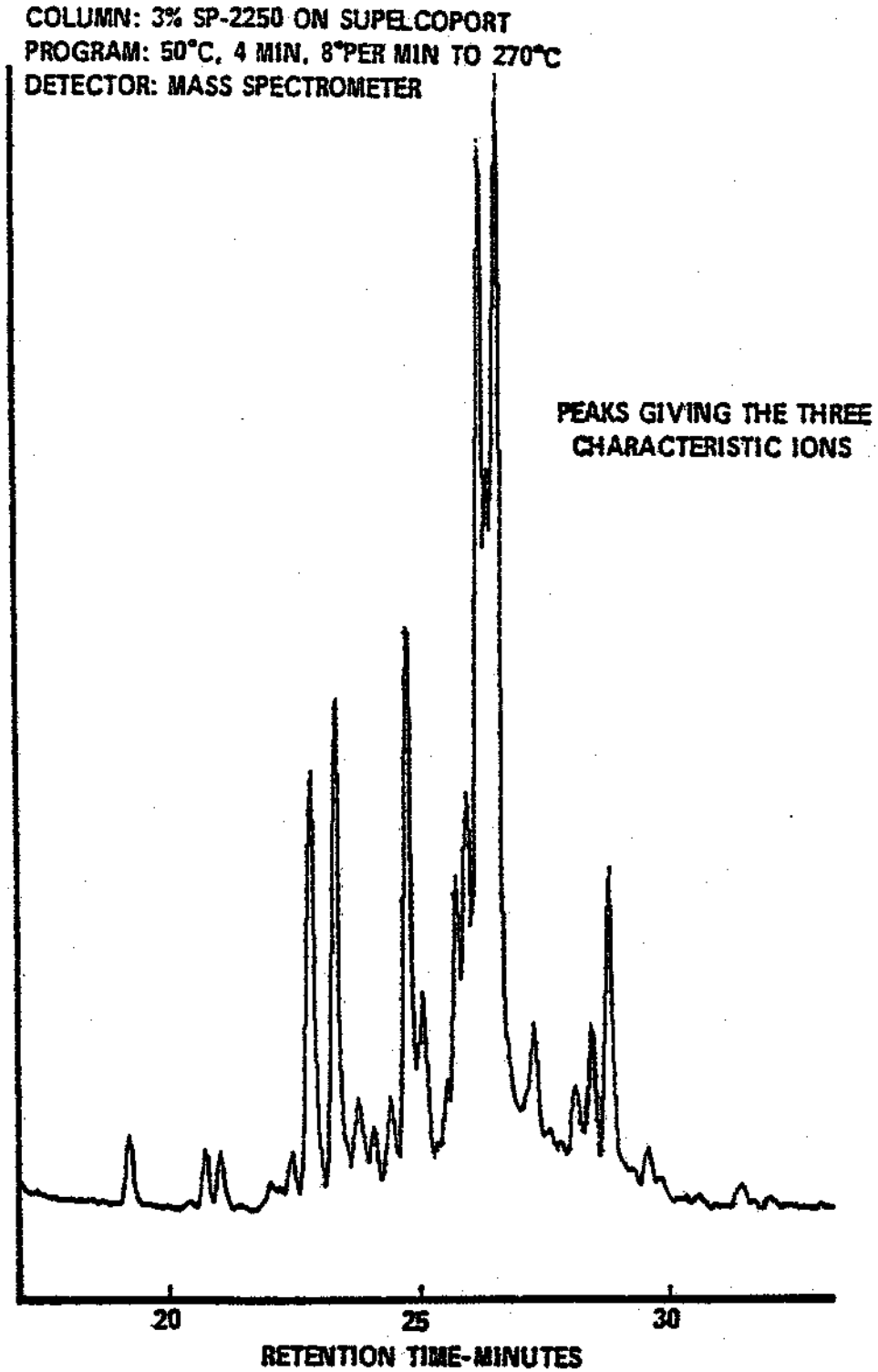


Figure 4. Gas chromatogram of chlordane

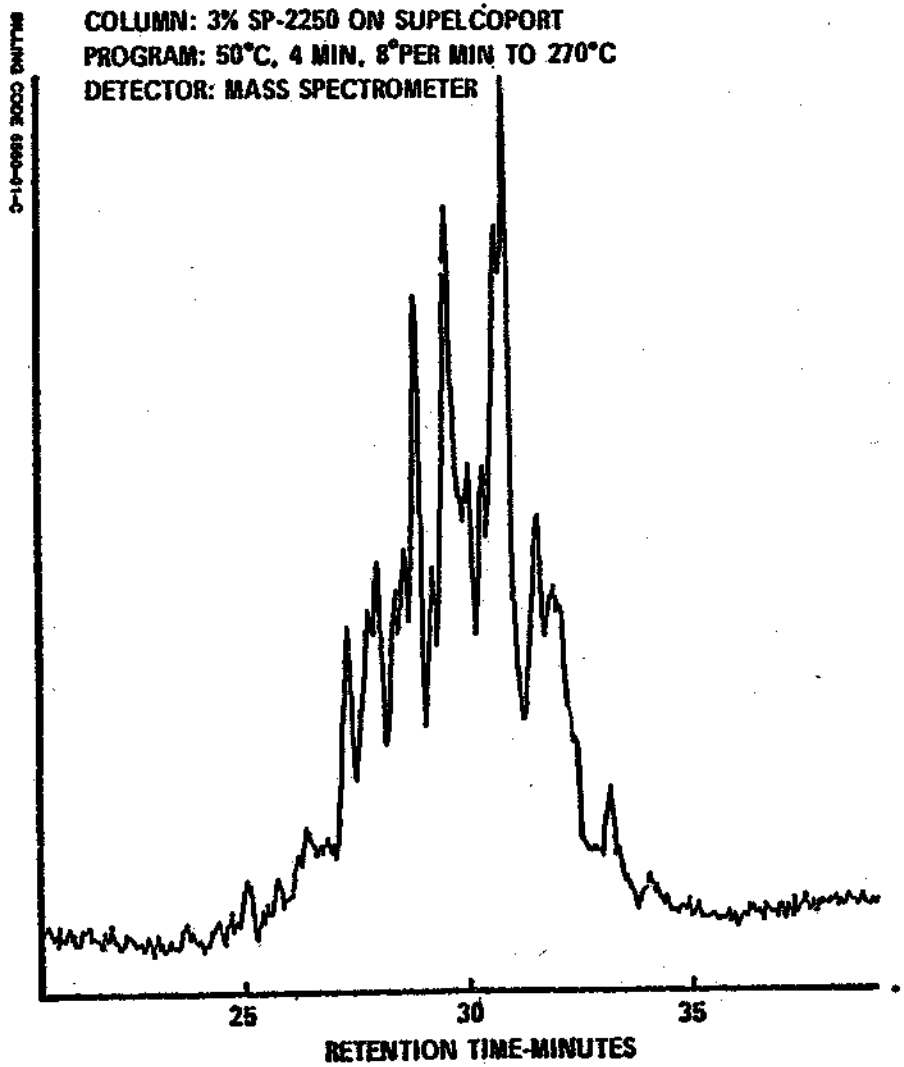


Figure 5. Gas chromatogram of toxaphene

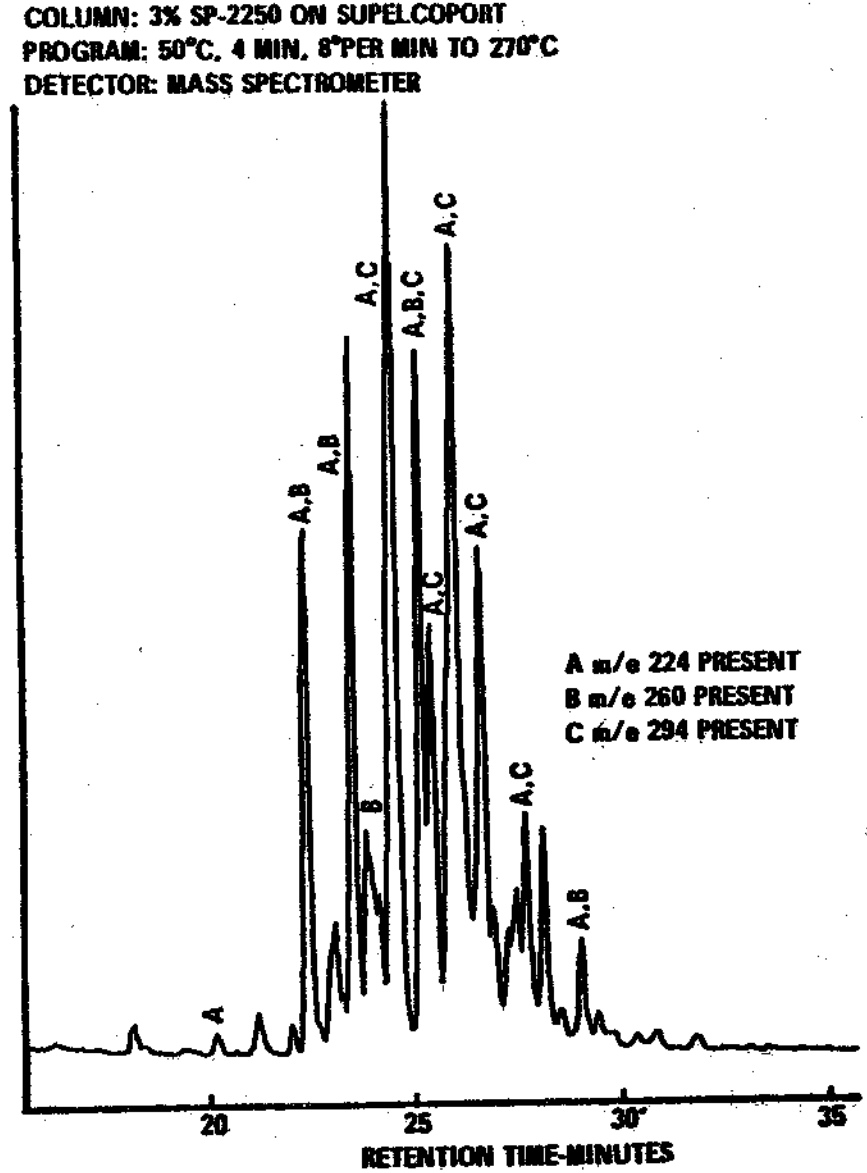


Figure 6. Gas chromatogram of Arochlor 1248

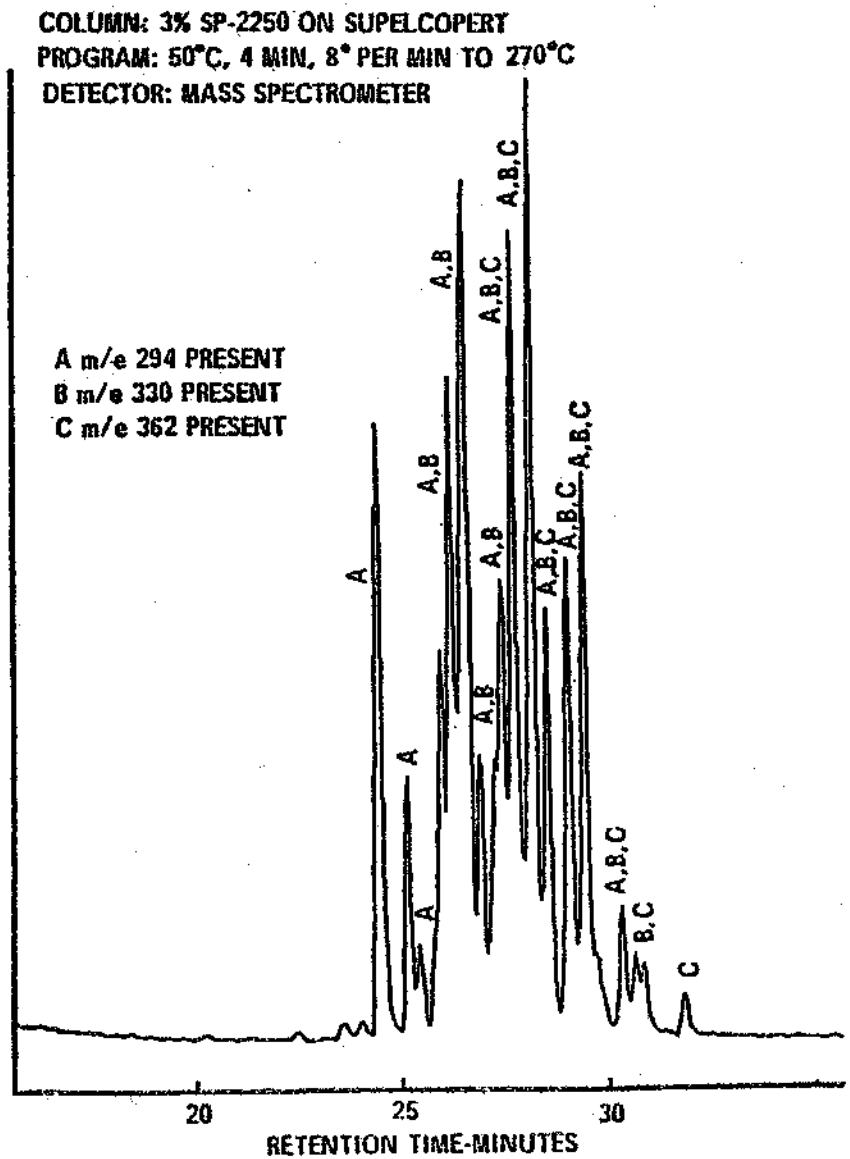
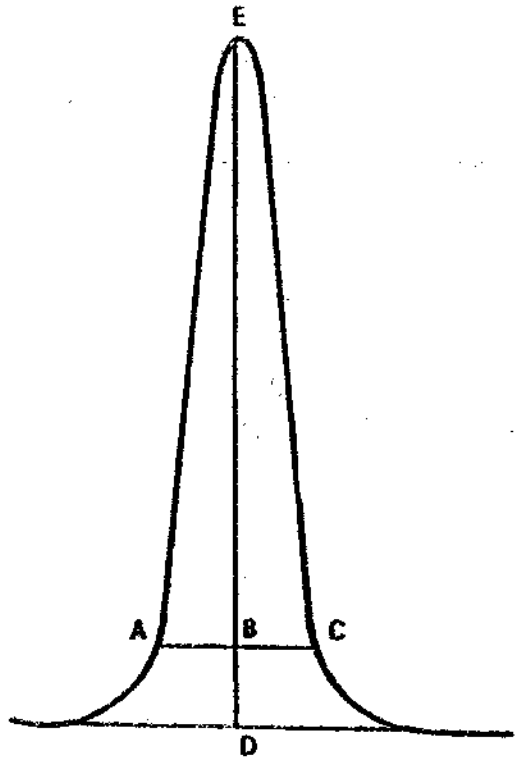


Figure 7. Gas chromatogram of Arochlor 1254

BILLING CODE 6560-01-C



$$\text{TAILING FACTOR} = \frac{BC}{AB}$$

Example calculation: Peak Height = DE = 100 mm
10% Peak Height = BD = 10 mm
Peak Width at 10% Peak Height = AC = 23 mm
AB = 11 mm
BC = 12 mm

$$\text{Therefore: Tailing Factor} = \frac{12}{11} = 1.1$$

Figure 1. Tailing factor calculation

United States
Environmental Protection
Agency

Office of Water and
Waste Management
Washington, DC 20460

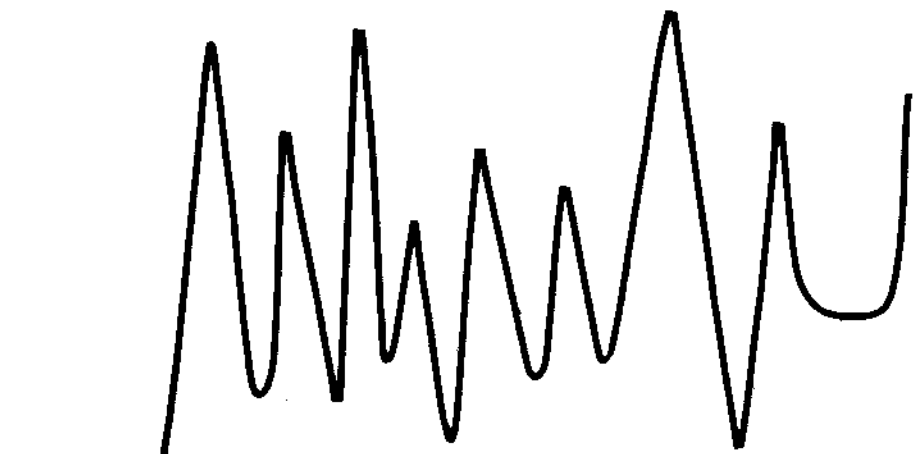
SW - 846
Revision A
August 8, 1980

Solid Waste

EPA

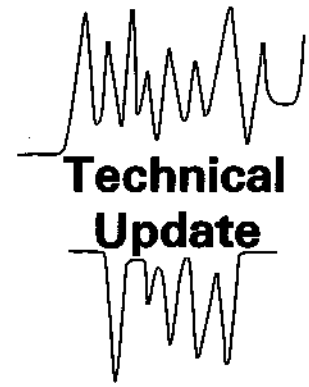
Test Methods for Evaluating Solid Waste

Physical/Chemical Methods



Technical Update





The enclosed material, SW-846.a, updates the manual "Test Methods for Evaluating Solid Waste" (SW-846). It is the first in a continuing series of "Technical Updates" to be issued as corrections, or additional methodologies and procedures become available.

Insert these pages in your manual to replace like-numbered pages or add as new pages where appropriate. The date of issue is printed in the upper righthand corner. Changes made on a page in that revision (but not those made in past revisions) are double-underlined. For easy and precise reference, the sequential number of each change is given in a footnote.

The Office of Solid Waste thanks those in both the public and private sectors who have made suggestions for improvement of this manual. We encourage additional comments and suggestions, which may be made by telephone or in writing. Comments should be sent to:

Manager, Waste Analysis Program
Office of Solid Waste
U.S. EPA (WH-565)
Washington, D.C. 20460
(202-755-9187)

seal, a thermowell and temperature regulating device , a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. A typical resin flask set up for this type test is shown in figure 1.

2. The supporting device and container should not be affected by or cause contamination of the waste under test.
3. The method of supporting the coupons will vary with the apparatus used for conducting the test but should be designed to insulate the coupons from each other physically and electrically and to insulate the coupons from any metallic container or other device used in the test. Some common support materials include: glass, fluorocarbon or coated metal.
4. The shape and form of the coupon support should assure free contact with the waste.

Test Procedure

1. Assemble the test apparatus as described the "Equipment" section above.
2. Fill the container with the appropriate amount of waste. (See #5 under the "Precautions and Comments" section.)
3. Begin agitation at a rate sufficient to insure that the liquid is kept well mixed and homogeneous.
4. Using the heating device bring the temperature of the waste to 55° C (130° F).
5. If the anticipated corrosion rate is moderate (i.e., <.254 mmpy)*, the test should be run for at leat 200 hours to insure adequate weight loss to permit accurate results to be obtained. If the corrosion rate is low (i.e., <.0254 mmpy)**,

* Change #1
** Change #2

then the test duration should be on the order of 2000 hours. in cases where the anticipated corrosion rate is completely unknown, initial testing should be performed using a 200 hour duration.

6. In order to accurately determine the amount of material lost to corrosion, the coupons have to be cleaned after immersion and prior to weighing. The cleaning procedure should remove all products of corrosion while removing a minimum of sound metal. Cleaning methods can be divided into three general categories: mechanical, chemical and electrolytic.

Mechanical cleaning includes scrubbing, scraping, brushing and ultrasonic procedures. Scrubbing with a bristle brush and mild abrasive is the most popular of these methods; the others are used in cases of heavy corrosion as a first step in removing heavily encrusted corrosion products prior to scrubbing. Care should be taken to avoid removing sound metal.

Chemical cleaning implies the removal of material from the surface of the coupon by dissolution in an appropriate solvent. Solvents such as acetone, dichloromethane, and alcohol are used to remove oil, grease or resinous materials, and are used prior to immersion to remove the products of corrosion. Solutions suitable for removing corrosion from the steel coupon are:

Solution	Soaking Time	Temperature
20% NaOH + 200g/l zinc dust	5 min	Boiling
or		
Conc. HCl + 50g/l $SnCl_2$ + 20g/l $SB^{-1}3$	Until clean	Cold

Electrolytic cleaning should be preceeded by scrubbing to remove loosely adhering corrosion products. One method of electrolytic cleaning that can be employed is:

Solution	50 g/l H_2SO_4
Anode	Carbon or lead
Cathode	Steel coupon
Cathode current density	20 amp/cm^2 (129 amp/in^2)
Inhibitor	2 cc organic inhibitor/liter
Temperature	74°C (165°F)
Exposure Period	3 minutes

Note: Precautions must be taken to insure good electrical contact with the coupon, to avoid contamination of the cleaning solution with easily reducible metal ions, and to insure that inhibitor decomposition has not occurred. Instead of using a proprietary inhibitor, 0.5 g/l or either diorthotolyl thiourea or quinolin ethiodide can be used.

Whatever treatment is employed to clean the coupons, its effect in removing sound metal should be determined using a blank (i.e., a coupon that has not been exposed to the waste). The blank should be cleaned along with the test coupon and its waste loss subtracted from that calculated for the test coupons.

7. After corroded specimens have been cleaned and dried, they are reweighed. The weight loss is employed as the principal measure of corrosion. Use of weight loss as a

measure of corrosion required making the assumption that all weight loss has been due to generalized corrosion and not localized pitting. In order to determine the corrosion rate for purpose of this requlation, the following formula is used:

$$\text{Corrosion Rate (mmpy)} = \frac{(\text{weight loss})\ (11.145)}{(\text{area})\ (\text{time})}*$$

where weight loss is in milligrams, area in square centimeters, time in hours, and corrosion rate in millimters per year (mmpy).

* Change #3

Table 7.2-1

APPROVED FILTER HOLDERS

Vacuum Filters

Manufacturer	Size	Model No.	Comments
Nalgene	500 ml	45-0045	Disposable plastic unit, includes prefilter and filter pads, and reservoir Should only be used when solution is to be analyzed for inorganic constituents
Nuclepore	47 mm	410400	
Millipore	47 mm	XX10 047 00	

Pressure Filters

Nuclepore	142 mm	420800	
Micro Filtration Systems	142 mm	302300	
Millipore	142 mm	YT30 142 HW	

Table 7.2-2

APPROVED FILTRATION MEDIA

Filter Type	Supplier	Filter To Be Used For Aqueous Systems*	Filter To Be Used For Organic Systems*
Coarse Prefilter	Gelman	†	†
	Nuclepore	210907 211707	210907 211707
	Millipore	AP25 042 00 AP25 127 50	AP25 042 00 AP25 127 00
Medium Prefilters	Nuclepore	210905†† 211705	210905†† 211705
	Millipore	AP20 042 00 AP20 124 50	AP20 042 00 AP20 124 50
Fine Prefilters	Nuclepore	210903 211703	210903 211703
	Millipore	AP15 042 00††† AP15 124 50	AP15 042 00††† AP15 124 50
Fine Filters (0.45um)	Gelman	60173 60177	60540 60544
	Pall	NX04750††† NX14225	
	Nuclepore	111107 112007	181107 182007
	Millipore	HAWP 047 00 HAWP 142 50	FHLP 047 00 FHLP 142 00
	Selas	83485-02 83486-02	83485-02 83486-02

† Change #4
†† Change #5
††† Chenge #6
†††† Change #7

3. Stock standards - prepare stock standard solutions in methyl alcohol using assayed liquids or gas cylinders as appropriate. Because of the toxicity of many of the compounds being analyzed, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood . A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

   a. Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

   b. Add the assayed reference material:

      i. Liquids

         Using a 100 ul syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

      ii. Gases

         To prepare standards from any of the organic compounds that boil below 30°C, fill a 5 ml valved gas-tight syringe with the reference standard to the 5 ml mark. Lower the needle to 5 mm above the methyl alcohol meniscus. Slowly inject the reference standard above the surface of the liquid (the heavy gas will rapidly dissolve into the methyl alcohol).

c. Reweigh, dilute to volume, stopper, then mix by by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw cap bottle with a teflon cap liner.

d. Calculate the concentration in mg/l from the net gain in weight.

e. Store stock standards at 4.0°C.* Prepare fresh standards weekly for the 4 compounds whose BP $\leq$ 30° C. All other standards must be replaced with fresh standards each month.

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in methyl alcohol that contains the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in the Procedure section. By injecting secondary standards, adjust the sensitivity of the analytical system for each compound being analyzed so as detect $\leq$ 1 ug.

Quality Controls

1. Before processing any samples, the analyst should daily demonstrate through the analysis of an organic-free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique.

---

* Change #8

4. Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories, including FID or HSD, column supplies, recorder and gases. A data system for measuring peak area is recommended.
5. Supelcoport 80/100 mesh coated with 1% SP-1240 DA in 1.8 meter long 2 mm ID glass column (Column 1) or Chromosorb W-AWDMCS 80/100 mesh coated with 5% OV-17 packed in a 1.8 meter long X mm ID glass column (Column 2).
6. Syringes - 5 ml glass hypodermic with Luerlok tip (2each).
7. Micro syringe - 10, 25, 100 ul.
8. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
9. Syringe - 5 ml gas tight with shut-off valve.
10. Bottle - 15 ml screw-cap, with teflon cap liner.
11. Kuderna-Danish apparatus (K-D) [Kontes K-570000 or equivalent] with 3 ball Snyder column.
12. Water bath - heated with concentric ring cover capable of temperature control (± 2°C). The bath should be used in a hood.
13. Chromatographic column - 10mm ID by 100mm length with teflon stopcock.
14. Reaction vial - 20 ml with teflon - lined cap.

Reagents

1. 2 - propanol - pesticide quality or equivalent
2. Stock standards - prepare stock standard solutions at a concentration of 1.0 ug/ul by dissolving 0.100 grams

of assayed reference material in pesticide quality 2-propanol and diluting to volume in a 100 ml ground glass stopped volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

3. PFB derivative reagents:
   a. Hexane and toluene - pesticide quality or equivalent
   b. Sodium sulfate - (ACS) granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hours in a shallow tray).
   c. Potassium carbonate - (ACS) powdered.
   d. Silica gel - (ACS) 100/200 mesh, grade 923; activated at 130°C and stored in a dessicator.
   e. Pentafluorobenzyl bromide - 97% minimum purity.
   f. 1,4,7,10,13,16-Hexaoxacylooctadecane (18 crown 6) - 98% minimum purity.
   g. Preparation of derivitizing reagent: Add 1 ml pentafluorobenzil bromide and 1 gm of the 18 crown 6 ether to a 50 ml volumetric flask and dilute to volume with 2-propanol. Prepare fresh weekly.*

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in 2-propanol that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those in the

* Change #9

"procedure section." By injecting secondary standards adjust the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound being analyzed for to a sensitivity of $\leq$ 1 ug (2X background).

Quality Control

1. Before processing any samples the analyst should demonstrate through the analysis of an organic - free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.
3. The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of this method in dealing with each sample matrix by spiking each sample with known amounts of the compounds the waste is being analyzed for and using these spiked samples readjust the sensitivity of the instrument such that 1 ug/gm of sample can be readily detected (see Quality Control).

Flame Ionization Gas Chromatography Procedure

1. Assemble gas chromatograph with column 1 and Flame Ionization Detector (apparatus section).
2. Set nitrogen carrier gas at 30 ml/min flow rate.

3. Set column temperature at 80°C at injection and program to immediately rise at 8°C/min to 150°C.

Derivatization and Electron Capture Gas Chromatography Procedure

1. Pipet a 1.0 ml aliquot of the 2-propanol solution of standard or sample extract into a glass reaction vial. Add 1.0 ml derivatization reagent. This is a sufficient amount of reagent to derivatize a solution whose total phenolic content does not exceed 0.3 mg/ml.
2. Add about 3 mg of potassium carbonate to the solution and shake gently.
3. Cap the mixture and heat for 4 hours at 80°C in a hot water bath.
4. Remove the solution from the hot water bath and allow it to cool.
5. Add 10 ml hexane to the reaction vial and shake vigorously for one minute. Add 3.0 ml of distilled deionized water to the reaction vial and shake for two minutes.
6. Decant organic layer into a concentrator tube and cap with a glass stopper.
7. Pack a 10mm ID chromatographic column with 4.0 grams of activated silica gel. After settling the silica gel by tapping the column, add about two grams of anhydrous sodium sulfate to the top.
8. Pre-elute the column with 6 ml hexane. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air pipet onto the column 2.0 ml of the hexane solution that contains the derivatized sample or standard. Elute the

column with 10.0 ml of hexane (Fraction 1) and discard this fraction. Elute the column, in order with 10.0 ml 15% toluene in hexane (Fraction 2), 10.0 ml 40% toluene in hexane (Fraction 3), 10.0 ml 75% toluene in hexane (Fraction 4), and 10.0 ml 15% 2-propanol in toluene (Fraction 5). Elution patterns for the phenolic derivatives are shown in Table 8.04-2 Fractions may be combined as desired depending upon the specific phenols of interest or level of interferences. Collect the fractions in appropriate sized K-D apparatus and concentrate each fraction to 10 ml.

9. Assemble gas chromatograph with column 2 and HSD (apparatus section).
10. Using 5% methane/95% argon as the carrier gas adjust flow to 30 ml/min.
11. Set column temperature at 200°C.
12. Inject 2-5ml of the appropriate fraction using the solvent - flush technique. Smaller (1.0 ml) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record volume injected to the nearest 0.05 ml and the resulting peak size in area units. If the peak area exceeds the linear range of the system dilute the extract and reanalyze.

Calibrate the system immediately prior to conducting any analyses and recheck as in Quality Control for each type of waste. Calibration should be done no less frequently than at the beginning and end of each session.

Calculations

1. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2X background is noted, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm.
2. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.
3. If one desires to determine the actual concentration of the compound in the waste, the method of standard addition should be used.

d. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air add 40 ml hexane and continue the elution at the rate of 2 ml/minute. This eluate is Fraction 1. Concentrate the fraction by standard K-D technque. No solvent exchange is necessary. After concentration and cooling, transfer to a* 10 ml volumetric flask, dilute to 10 ml and analyze by gas chromatography.

e. Next elute the Florisil with 100 ml of 5 percent ethyl ether/95% hexane (v/v) and concentrate as in step d. [Fraction 2].

f. Next, elute with 100 ml of 15% ethyl ether/85% hexane (v/v) and concentrate Fraction 3 as in step d.

g. Elute with 100 ml of 50% ethyl ether/50% hexane (v/v), and concentrate, Fraction 4 as in step d.

h. Finally, elute with 100 ml of ethyl ether, and concentrate, Fraction 5 as in step d.

Gas Chromatography

1. Assemble gas chromatograph with either Column 1 or 2 (see Apparatus).

Column 1 (Supelcoport 100/120 with 1.5% SP 2250 + 1.95% SP 2401)

a. Set carrier gas at 60 ml/minute flow rate.

b. Column temperatures will vary from 180°C to 220°C depending on the compound.

Column 2 (Supelcoport 100/120 with 3% OV-1)

a. Set carrier gas at 60 ml/min flow rate.

b. Column temperature will vary from 200°C to 220°C depending on the compound.

* Change #10

2. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with calibration standards.
3. Inject 2-5 ul of the sample extract or appropriate Florisil eluate using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ul, and the resulting peak size, in area units.
4. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the method sensitivity is $\leq$ 1 ug of compound per gm of sample.
5. If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

preparation and measurement steps. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

Cleanup and Separation

Cleanup procedures are used to extend the sensitivity of a method by minimizing or eliminating interferences that mask or otherwise disfigure the gas chromatographic response to the pesticides and PCB's. The Florisil column allows for a select fractionation of the compounds and will eliminate polar materials. Elemental sulfur interferes with the electron capture gas chromatography of certain pesticides but can be removed by the techniques described below.

Florisil Column Cleanup:

1. Add a weight of Florisil, (nominally 21g,) predetermined by calibration to a chromatographic column. Settle the Florisil by tapping the column. Add sodium sulfate to the top of the Florisil to form a layer 1-2 cm deep. Add 60 ml of hexane to wet and rinse the sodium sulfate and Florisil. Just prior to exposure of the sodium sulfate to air, stop the elution of the hexane by closing the stopcock on the chromatography column. Discard the eluate.
2. Adjust the sample extract volume to 10 ml and transfer it from the K-D concentrator tube to the Florisil column. Rinse the tube twice with 1-2 ml hexane, adding each rinse to the column.
3. Place a 500 ml K-D flask and clean concentrator tube under the chromatography column. Drain the column into the flask until the sodium sulfate layer is nearly exposed. Elute the column

with 200 ml of 6% ethyl ether in hexane (Fraction 1) using a drip rate of about 5 ml/min. Remove the K-D flask and set aside for later concentration.

4. Elute the column again, using 200 ml of 15% ethyl ether in hexane (Fraction 2), into a second K-D flask. Perform the third elution using 200 ml of 50% ethyl ether/hexane (V/V),* (Fraction 3). The elution patterns for the pesticides and PCB's are shown in Table 8.08-2.
5. Concentrate the eluates by standard K-D techniques, substituting hexane for the glassware rinses and using the water bath at about 85°C. Adjust final volume to 10 ml with hexane. Analyze by gas chromatography.
6. Elemental sulfur will usually elute entirely in Fraction 1. To remove sulfur interference from this fraction or the original extract, pipet 1.00 ml of the concentrated extract into a clean concentrator tube or Teflon-sealed vial. Add 1-3 drops of mercury and seal. Agitate the contents of the vial for 15-30 seconds. Place the vial in an upright position on a reciprocal laboratory shaker for 2 hours. Analyze by gas chromatography.

Gas Chromatography

Table 8.08.1 summarizes some recommended gas chromatographic column materials, operating conditions for the instrument, and some estimated retention times. Examples of the separations achieved by these columns are shown in Figures 8.08-1 through

* Change #11

Method of Standard Additions

In this method, equal volumes of sample are added to a deionized distilled water blank and to three standards containing different known amounts of the test element. The final volume of the blank and of the standards must be the same so that the interfering substance is present in the same amount. The absorbance of each solution is determined and then plotted on the vertical axis of a graph with the concentrations of the standard plotted on the horizontal axis. When the resulting line is extrapolated back to zero absorbance, the point of interception of the abscissa is the concentration of the unknown. The abscissa on the left of the ordinate is scaled the same as on right side, but in the opposite direction from the ordinate. An example of a plot so obtained is shown below:

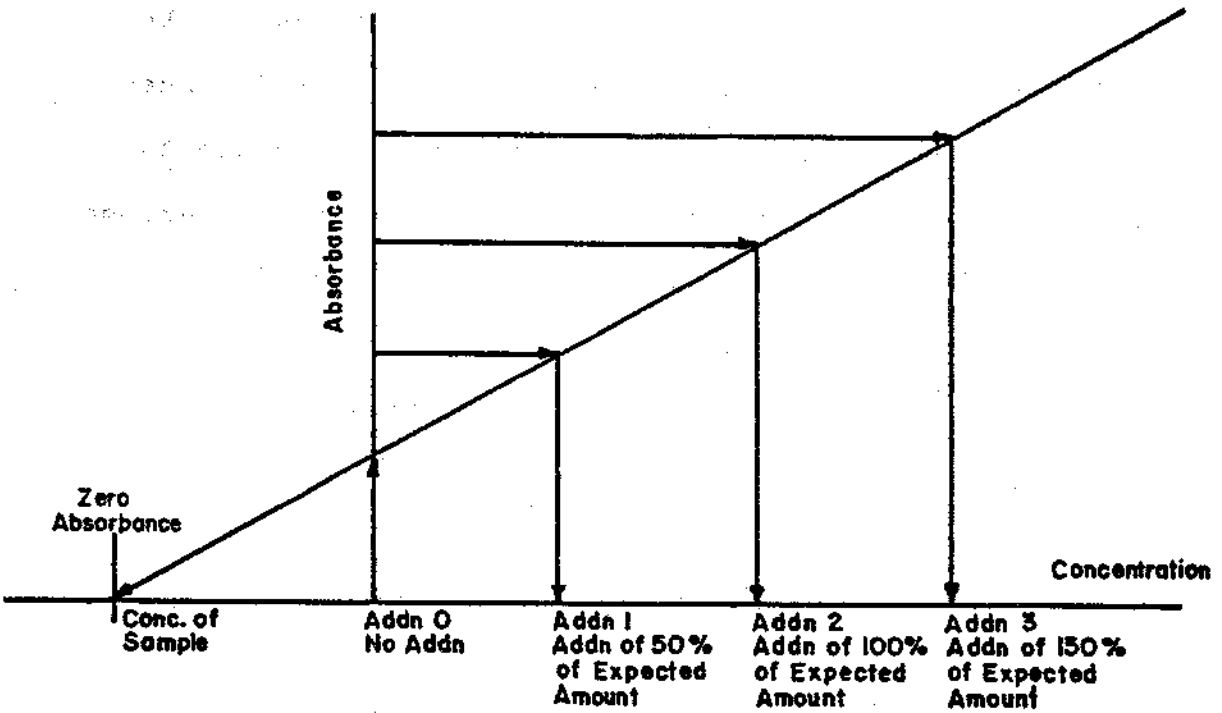


Figure 8.49-1
PLOT OF METHOD OF STANDARD ADDITIONS

Note: For this method to be valid, the plot must be linear. The slope of this line should not differ by more than 20% from the slope of the standard solutions. The effect of the assumed interference must not change as the proportion of sample to standard changes.

Solids, Sludges and Slurries

Solids, sludges and slurries may be analyzed by these methods by weighing out suitable portions and digesting as described for each metal. The material is then filtered through a 0.45 micron filter while washing down the sides of the beaker and rinsing the filter with distilled deionized water. The filtrate is then made up to a suitable volume and analyzed in the ususal manner. Results can be related back to the original sample weight and reported as mg/kg.

Samples Containing oils, greases, or waxes*

Samples of listed and non-listed wastes may contain substantial amounts of organic materials. These organics can be in the form of oils, greases, or waxes. The general HNO_3 digestion, as given in this manual, will not be vigorous enough to remove organics when analyzing for metals. In order to overcome this deficiency, the metals analysis may be performed in groups, when organics are present.

The first group: (Direct Aspiration Method)

Ba, Cd, Cr, Pb, and Ag

The second group: (Wet Digestion Method)

As, Hg, (Se), Cd, Cr, Ag, (Pb), and (Ba)

* Change # 15

Scope

Elements of the first group can be determined directly by by dissolving the organic portion of the waste in an apporpriate organic solvent and proceeding with atomic absorption using a direct aspiration technique. To determine the elements of the second group the waste is subjected to a wet digestion procedure, followed by subsequent analysis as specified in this manual.

There is some overlap between these two groups of metals and the analyst may chose either method for determining those elements common to both groups.

To analyze for metals in oil, grease, or wax containing wastes, the following methods apply:

I. Analysis of wastes containing oil, grease, or wax of the elemets Ba, Cd, Cr, Pb, and Ag.

A. Reagents

1. Cyclohexane — ultra high purity grade
2. Mthylisobutylketone — " "
3. p-Xylene — " "

B. Procedure

1. Weigh out a 100 gm representative sample of the waste or extract. Separate the phases, if more than one phase is present, and weigh eacn phase.
2. The metals in the organioc phase can be determined by diluting with a solvent (specified in the reagents section or other appropriate solvent) and proceding with atomic absorption by direct aspiration as given in this manual. Record metal concentrations taking any dilutions into account.

3. Metals in the aqueous phase are determined by the procedures in this manual. (Sections 8.50 thru 8.60)
4. Report concentrations for the metals as the weighted average for both the organic and aqueous phases.

II. Analysis of oil, grease or wax containing wastes for the elements As, Hg, (Se), Cd, Cr, Ag, (Pb), and (Ba)

A. Reagents

1. Concentrated Nitric Acid	ultra high purity
2. Concentrated Sulfuric Acid	" "
3. Hydrogen Peroxide (30%)	" "
4. Cnecentrated Hydrochloric Acid	" "

B. Apparatus

Digestion flask, 250 ml flat bottom boiling flask with ₹ 24/40 joint, 300 mm Allihin condenser filled to 50 mm with Rashing rings and glass beads, and heating mantle. Kjeldahl flask 300 ml, ground glass stoppered.

C. Procedure

1. weigh out a 100 gm representative sample of the waste or extract. Separate the phases, if more than one is present, and weigh each phase.
2. Weigh 2.0 gms of the organic phase into the digestion or Kjeldahl flask. Add 10 ml H_2SO_4 and a 6 mm glass bead. Swirl flask to mix the contents.
3. If using a Kjeldahl flask approximately 3/4 of the neck of the flask should be cooled by air by directing an air stream against the neck of the flask. If using the flask and condenser apparatus, connect the Allihin condenser and circulate cooling water.

4. Heat flask gently and continue heating until dense white fumes appear. While boiling, cousiously add 1 ml HNO_3 dropwise to oxidize the organic material. This may be done through the condenser. When the HNO_3 has boiled off and dense white fumes reappear repeat the treatment with an additional 1 ml of HNO_3. Continue the addition of HNO_3 in 1 ml incerments until the digestion mixture is no darker than a straw color, indicating that almost all the organic matter has been oxidized.
5. Cool the flask slightly and add 0.5 ml (dropwise) of H_2O_2. Heat until dense white fumes appear, and while boiling coutiously add 1 ml of HNO_3 dropwise. When the HNO_3 has boiled off and dense white fumes reappear repeat the treatment with H_2O_2 and HNO_3 until the digestion mixture is colorless, at which time the organic material will be completely oxidized. Four treatments will usually suffice. The total amount of H_2O_2 used should be noted.
6. When oxidation is complete, allow the flask to cool, wash down the mouth, neck/condenser with a small volume of distilled water (5 ml) and mix the contents. Continue heating to the appearence of dense white fumes.
7. Cool and dilute to a total volume of 25 ml. Procede with determination of metals as given in this manual.

Note: If a percipitate forms add 2ml of concentrated HCL before diluting to remove the precipitate. If the precipitate pesists filter or centrifuge the solution to remove the precipitate, and procede to determine As, Se, Hg, Cr, and Cd. Ba, Pb, and Ag may be determined either by the direct aspiration method or by digestion of a smaller sample.

8. Metals in the aqueous phase, if an aqueous phase was present, are determined by the procedures in this manual, sections 8.50 thru 8.60.
9. Report concentration for metals as the weighted average for both organic and aqueous phases.

Conclusion

The details of the following approved methods are examples of acceptable techniques. Dilutions and concentrations may have to be varied to suit the instrument being used. It is important not to overwhelm the instrument with very high concentrations above the optimum recommended range. Contamination can result which is difficult to remove. At the same time, many dilutions introduce error which can be avoided by some knowledge of the waste beforehand. If nothing is known, caution is advised.

For additional information the applicable sections of "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", EPA 600/4-79-020 (Appendix II of this manual) may be consulted.

Graphite Furnace*

Comments:

1. It has been reported that the addition of cyanogen iodide in this procedure does not interfere in the silver determination.
2. Samples should be analyzed immediately after collection.

Procedure

1. Standards are prepared by making dilutions to cover the range 1 - 25ug Ag/liter as described in the direct aspiration method.
2. Samples are prepared, standard additions made and analyses are performed as in the direct aspiration method.

Instrument Operation

Wavelength: 328.1 nanometers

Optimum Concentration Range: 1-25 ug/liter.

Lower detection limit: 0.2 ug/liter

Purge gas: Argon

Drying time and temp: 30 sec - 125°C

Ashing time and temp: 30 sec - 400°C

Atomizing time and temp: 10 sec - 2700°C

The conditions listed above are based on a 20 ul injection; continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

---

* Change #12

Method 8.82

HEADSPACE METHOD

Scope and Application

This method provides a procedure for the extraction of volatile organic compounds in pastes and solids. The static headspace technique is a simple method which allows large numbers of samples to be analyzed in a relatively short period of time. Because of the large variability and complicated matrices of waste samples in the solid and paste forms, detection limits for this method may vary widely among samples. The method works best for compounds with boiling points less than 125°C. Due to their low solubility, low molecular weight compounds can only be detected at high concentrations or at reduced pressure.

The sensitivity of this method will depend on the equilibria of the various compounds between the vapor and dissolved phases.

Static Headspace Technique

Summary of Method

The waste is collected in sealed glass containers and allowed to equilibrate at 90°C. A sample of the headspace gas is withdrawn with a gas tight syringe for analysis by the appropriate gas chromatographic method.

Apparatus

1. Gas-tight syringe - 5-cc.
2. Head space standard solutions - Prepare two standard solutions of the compounds being determined at the 50-ng/ul and

250-ng/ul concentrations. Standard solutions should be prepared using methanol, methane, or other appropriate solvent. The standard solutions should be stored at less than 0°C, then allowed to warm to room temperature before dosing. Fresh standards should be prepared weekly. Procedures for preparing standards are outlined in the Purge and Trap Procedure of this manual (Method 8.83).

3. Vials, 125 ml "Hypo-Vials" (Pierce Chemical Co., #12995), or equivalent.
4. Septa, "Tuf-Bond" (Pierce #12720), or equivalent.
5. Seals, aluminum, (Pierce #13214), or equivalent.
6. Crimper, hand, (Pierce #13212), or equivalent.

Procedure*

1. Place 10.0-g each of the well-mixed waste sample into three separate 125-ml septum seal vials.
2. Dose one sample vial through the septum with 200-ul of the 50-ng/ul standard methanol solution. Label this 1 ppm spike.
3. Dose a separate (empty) 125 ml septum seal vial with 200 ul of the 50 ng/ul standard methanol solution. Label this 1 ppm standard.
4. Place the sample, 1 ppm spike, and the 1 ppm standard vials into a 90°C water bath for 1 hour. Store the remaining sample vial at 4.0°C for possible future analysis.
5. While maintaining the vials at 90°C withdraw 2 ml of the headspace gas with a gas tight syringe and analyze by injecting into a GC, operating under the appropriate conditions for the GC measurement used. Analyze all three samples in exactly the same manner.

* Change #13

6. Analyze the 1 ppm standard and adjust instrument sensitivity to give a responce of at least 2x the background. Record retention time and peak area.
7. Analyze the 1 ppm spiked sample in the same manner. Record RT and peak area.
8. Analyze the undosed sample as in item 7.
9. If a positive responce is noted for the undosed sample, then the waste has not been demonstrated to be free of the contaminat of interest and is thus not fundamentally different than the listed waste. If no response is noted, reinject the 1 ppm standard to verify the required sensitivity.

Note: Standard quality assurance protocols should be employed, including blanks, duplicates, and dosed samples, as described in Section 10.

Bibliography

1. "Interim Methods for the Sampling and Analyses of Priority Pollutants in Sediments and Fish Tissue," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268 [1980].
2. "Master Scheme for the Analysis of Organic Compounds in Water, Part I: State-of-the-Art Review of Analytical Operations," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Research Laboratory, Athens, Georgia 30605.
3. "An EPA Manual for Organic Analysis Using Gas Chromatography - Mass Spectrometry," W.L. Budde and J.W. Eichelberger, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring Support Laboratory, Cincinnati, Ohio, 1979, EPA/600/8-79/006, Order Number PB-297164.

Method 8.83

PURGE AND TRAP METHOD

Scope and Application

This method covers a procedure for the extraction of purgeable organic compounds from aqueous liquids and free flowing paste samples prior to gas chromatographic analysis.

The success of the extraction depends on partitioning the compounds between the sample phase and gaseous headspace phases. This partitioning is a function of temperature, interfacial area, the volatility of the species being analyzed for, its solubility in the liquid being purged, and the volatility of the waste matrix. For highly volatile matrices, direct injection preceded by dilution, if necessary, should be used. For pastes, dilution of the sample until it becomes free flowing is used to insure adequate interfacial area. The success of this method also depends on the level of interferences in the sample; results may vary due to the large variability and complicated matrices of solid waste samples.

Summary of Method

An inert gas is bubbled through the sample contained in a specially-designed purging chamber. This purging transfers the volatile compounds from the liquid phase to the vapor phase. The gaseous effluent is then swept through a short sorbent tube where the organic compounds are trapped. After purging is completed, the trap is heated and backflushed to

EXTRACTION CONDITIONS cont. (4)

Compound	Extraction pH	Extraction Solvent
Tetrachloroethene	NA	NA
Tetrachlorophenol	12	Methylene Chloride
Toluene	NA	NA
Toluenediamine	> 11	Methylene Chloride
Toluene diisocyanate(s)	NA*	Methylene Chloride
Toxaphene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Trichloroethane	NA	NA
Trichloroethene(s)	NA	NA
Trichlorofluoromethane	NA	NA
Trichlorophenol(s)	12	Methylene Chloride
2,4,5-TP(Silvex)	<7 or > 11	Ethyl Ether or Methylene Chloride
Trichloropropane	NA	NA
Vinyl chloride	NA	NA
Vinylidene chloride	NA	NA
Xylene	NA	NA

* Change # 14

Method 8.85

SONICATION METHOD

Scope and Application

This method covers a procedure for the extraction of non-volatile and semi-volatile organic compounds from solids. The sonication produces solid disruption to ensure intimate contact of the sample matrix with the extraction solvent.[1]

Summary of Method

A weighed sample of the solid waste is ground, mixed with the extraction medium, then dispersed into the solvent using sonication. The resulting solution may then be cleaned up further or analyzed directly using the appropriate technique (Methods 8.24 through 8.25).

Apparatus

1. Apparatus for Grinding.*†

   The necessity for grinding and the choice of grinding apparatus will depend on the physical and chemical characteristics of the solid waste material in question. Any of

---

[1] The high energy vibrations produced by this method may produce artifacts and may drive off some semi-volatile compounds.

* Grinding is only necessary if the waste cannot either pass through a 1-mm standard seive or be extracted through a 1-mm diameter hole.

† Specific equipment listed in this method are for descriptive purposes only. Equivalent equipment is available from other manufactures and laboratory supply companies.

lates applicable legal requirements implementing an areawide or Statewide water quality management plan that has been approved by the Administrator under Section 208 of the Clean Water Act, as amended.

(d) Definitions of the terms "Discharge of dredged material", "Point source", "Pollutant", "Waters of the United States", and "Wetlands" can be found in the Clean Water Act, as amended, 33 U.S.C. 1251 et seq., and implementing regulations, specifically 33 CFR Part 323 (42 FR 37122, July 19, 1977).

[44 FR 53460, Sept. 13, 1979; 44 FR 54708, Sept. 21, 1979]

§ 257.3–4 Ground Water.

(a) A facility or practice shall not contaminate an underground drinking water source beyond the solid waste boundary or beyond an alternative boundary specified in accordance with paragraph (b) of this section.

(b) Only a State with a solid waste management plan approved by the Administrator pursuant to Section 4007 of the Act may establish an alternative boundary to be used in lieu of the solid waste boundary. A State may specify such a boundary only if it finds that such a change would not result in contamination of ground water which may be needed or used for human consumption. This finding shall be based on analysis and consideration of all of the following factors:

(1) The hydrogeological characteristics of the facility and surrounding land;

(2) The volume and physical and chemical characteristics of the leachate;

(3) The quantity, quality, and directions of flow of ground water;

(4) The proximity and withdrawal rates of ground-water users;

(5) The availability of alternative drinking water supplies;

(6) The existing quality of the ground water including other sources of contamination and their cumulative impacts on the ground water; and

(7) Public health, safety, and welfare effects.

(c) As used in this section:

(1) "Aquifer" means a geologic formation, group of formations, or portion of a formation capable of yielding usable quantities of ground water to wells or springs.

(2) "Contaminate" means introduce a substance that would cause:

(i) The concentration of that substance in the ground water to exceed the maximum contaminant level specified in Appendix I, or

(ii) An increase in the concentration of that substance in the ground water where the existing concentration of that substance exceeds the maximum contaminant level specified in Appendix I.

(3) "Ground water" means water below the land surface in the zone of saturation.

(4) "Underground drinking water source" means:

(i) An aquifer supplying drinking water for human consumption, or

(ii) An aquifer in which the ground water contains less than 10,000 mg/l total dissolved solids.

(5) "Solid waste boundary" means the outermost perimeter of the solid waste (projected in the horizontal plane) as it would exist at completion of the disposal activity.

§ 257.3–5 Application to land used for the production of food-chain crops (interim final).

(a) *Cadmium.* A facility or practice concerning application of solid waste to within one meter (three feet) of the surface of land used for the production of food-chain crops shall not exist or occur, unless in compliance with all requirements of paragraph (a)(1) (i) through (iii) of this section or all requirements of paragraph (a)(2) (i) through (iv) of this section.

(1)(i) The pH of the solid waste and soil mixture is 6.5 or greater at the time of each solid waste application, except for solid waste containing cadmium at concentrations of 2 mg/kg (dry weight) or less.

(ii) The annual application of cadmium from solid waste does not exceed 0.5 kilograms per hectare (kg/ha) on land used for production of tobacco, leafy vegetables or root crops grown for human consumption. For other food-chain crops, the annual cadmium application rate does not exceed:

Time period	Annual Cd application rate (kg/ha)
Present to June 30, 1984	2.0
July 1, 1984 to Dec. 31, 1986	1.25
Beginning Jan. 1, 1987	0.5

(iii) The cumulative application of cadmium from solid waste does not exceed the levels in either paragraph (a)(1)(iii)(A) of this section or paragraph (a)(1)(iii)(B) of this section.

(A)

Soil cation exchange capacity (meq/100g)	Maximum cumulative application (kg/ha)	
	Background soil pH <6.5	Background soil pH >6.5
<5	5	5
5–15	5	10
>15	5	20

(B) For soils with a background pH of less than 6.5, the cumulative cadmium application rate does not exceed the levels below: *Provided,* That the pH of the solid waste and soil mixture is adjusted to and maintained at 6.5 or greater whenever food-chain crops are grown.

Soil cation exchange capacity (meq/100g)	Maximum cumulative application (kg/ha)
<5	5
5–15	10
>15	20

(2)(i) The only food-chain crop produced is animal feed.

(ii) The pH of the solid waste and soil mixture is 6.5 or greater at the time of solid waste application or at the time the crop is planted, whichever occurs later, and this pH level is maintained whenever food-chain crops are grown.

(iii) There is a facility operating plan which demonstrates how the animal feed will be distributed to preclude ingestion by humans. The facility operating plan describes the measures to be taken to safeguard against possible health hazards from cadmium entering the food chain, which may result from alternative land uses.

(iv) Future property owners are notified by a stipulation in the land record or property deed which states that the property has received solid waste at high cadmium application rates and that food-chain crops should not be grown, due to a possible health hazard.

(b) *Polychlorinated Biphenyls (PCBs).* Solid waste containing concentrations of PCBs equal to or greater than 10 mg/kg (dry weight) is incorporated into the soil when applied to land used for producing animal feed, including pasture crops for animals raised for milk. Incorporation of the solid waste into the soil is not required if it is assured that the PCB content is less than 0.2 mg/kg (actual weight) in animal feed or less than 1.5 mg/kg (fat basis) in milk.

(c) As used in this section:

(1) "Animal feed" means any crop grown for consumption by animals, such as pasture crops, forage, and grain.

(2) "Background soil pH" means the pH of the soil prior to the addition of substances that alter the hydrogen ion concentration.

(3) "Cation exchange capacity" means the sum of exchangeable cations a soil can absorb expressed in milli-equivalents per 100 grams of soil as determined by sampling the soil to the depth of cultivation or solid waste placement, whichever is greater, and analyzing by the summation method for distinctly acid soils or the sodium acetate method for neutral, calcareous or saline soils ("Methods of Soil Analysis, Agronomy Monograph No. 9," C. A. Black, ed., American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin. pp 891–901, 1965).

(4) "Food-chain crops" means tobacco, crops grown for human consumption, and animal feed for animals whose products are consumed by humans.

(5) "Incorporated into the soil" means the injection of solid waste beneath the surface of the soil or the mixing of solid waste with the surface soil.

(6) "Pasture crops" means crops such as legumes, grasses, grain stubble and stover which are consumed by animals while grazing.



NACE Standard TM-01-69
(1972 Revision)

Test Method

Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries

Approved March, 1969
Revised August, 1972
National Association of Corrosion Engineers
2400 West Loop South
Houston, Texas 77027
713/622-8980

TEST METHOD

Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries

CONTENTS

1. General 2

2. Specimen Preparation 2

3. Equipment and Apparatus 3

4. Test Conditions 4

5. Methods of Cleaning Specimens After the Test 7

6. Evaluation of Results 8

7. Calculating Corrosion Rates 9

8. Reporting the Data 10

References 10

Additional copies of this NACE Standard are available at $2 per copy from NACE Headquarters, 2400 West Loop South, Houston, Texas 77027.

corrosion; however, the absence of cracking should not be interpreted as indicating resistance. Additional tests should be run to study specifically the effects of stress.

2.7 Final surface treatment of the specimens should include finishing with No. 120 abrasive paper or cloth, or the equivalent, unless the surface is to be used in the mill-finished condition. This resurfacing may cause some surface work-hardening to an extent which will be determined by the vigor of the surfacing operation but is not ordinarily significant.

2.7.1 Coupons of different alloy compositions should never be ground on the same cloth.

2.7.2 Wet grinding should be used on alloys which work harden quickly, such as the austenitic stainless steels.

2.8 The specimens should be finally degreased by scrubbing with bleach-free scouring powder, followed by thorough rinsing in water and in a suitable solvent (such as acetone, methanol, or a mixture of 50% methanol and 50% ether) and air dried. For relatively soft metals such as aluminum, magnesium, and copper, scrubbing with abrasive powder is not always needed and can mar the surface of the specimen. The use of towels for drying may introduce an error through contamination of the specimens with grease or lint.

2.9 The dried specimens should be weighed on an analytical balance to an accuracy of plus or minus 0.5 milligram.

2.10 The method of specimen preparation should be described when reporting tests results to facilitate interpretation of data by other persons.

2.10.1 Reports should include trade name or composition of specimens in the following order of preference: (a) chemical composition determined by analysis, (b) approximate or nominal chemical composition, and (c) trade name or grade and specification (if bought to MIL, ASTM, etc.)

2.10.2 Metallurgical condition of the specimens, including the degree of hot or cold working and heat treatment, should be described as completely as possible.

2.11 The use of welded specimens is often desirable because some welds may be cathodic or anodic to the base metal and may affect the corrosion.

2.11.1 The heat-affected zone is also of importance but should be studied separately because welds on coupons do not faithfully reproduce heat input or size effects of full-size vessels.

2.11.2 Corrosion of a welded coupon is best reported by description and thickness measurements rather than a mils-per-year rate because the attack is normally localized and not representative of the entire surface.

2.11.3 A complete discussion of corrosion testing of welded coupons or the effect of heat treatment on the corrosion resistance of a metal is not within the scope of this Standard.

3. Equipment and Apparatus

3.1 A versatile and convenient apparatus should be used, consisting of a kettle or flask of suitable size (usually 500 to 5000 milliliters), a reflux condenser with atmospheric seal, a sparger for controlling atmosphere or aeration, a thermowell and temperature regulating device, a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. If agitation is required, the apparatus can be modified to accept a suitable stirring mechanism such as a magnetic stirrer. A typical resin flask set up for this type test is shown in Figure 1.

3.2 These suggested components can be modified, simplified, or made more sophisticated to fit the needs of a particular investigation. The suggested apparatus is basic, and the apparatus is limited only by the judgment and ingenuity of the investigator.

3.2.1 A glass reaction kettle can be used where configuration and size of specimens will permit entry through the narrow kettle neck.

3.2.2 In some cases, a wide mouth jar with a suitable closure is sufficient when simple immersion tests at ambient temperatures are to be investigated.

3.2.3 Open beaker tests should not be used because of evaporation and contamination.

3.2.4 In more complex tests, provisions might be needed for continuous flow or replenishment of the corrosive liquid while simultaneously maintaining a controlled atmosphere.

4.6.2 If no specific temperature, such as boiling, is required or if a temperature range is to be investigated, the selected temperatures used in the test must be reported.

4.6.3 For tests at ambient temperatures, the tests should be conducted at the highest temperature anticipated for stagnant storage in summer months. This temperature may be as high as 40 to 45 C (104 to 113 F) in some areas. The variation in temperature should be reported also (e.g., 40 C ± 2 C).

4.7 Aeration of solution.

4.7.1 Unless specified, the solution should not be aerated. Most tests related to process equipment should be run with the natural atmosphere inherent in the process, such as the vapors of the boiling liquid.

4.7.2 If aeration is used, the specimens should not be located in the direct air stream from the sparger. Extraneous effects can be encountered if the air stream impinges on the specimens.

4.7.3 If complete exclusion of dissolved oxygen is necessary, specific techniques are required such as prior heating of the solution and sparging with an inert gas (usually nitrogen). A liquid atmospheric seal is required on the test vessel to prevent further contamination.

4.7.4 If oxygen saturation of the test solution is desired, this can best be achieved by sparging. For other degrees of aeration, the solution should be sparged with synthetic mixtures of air or oxygen with an inert gas.

4.8 Solution velocity

4.8.1 The effect of velocity is not usually determined in normal laboratory tests although specific tests have been designed for this purpose. However, for the sake of reproducibility, some velocity control is desirable.

4.8.2 Tests at the boiling point should be conducted with minimum possible heat input, and boiling chips should be used to avoid excessive turbulence and bubble impingement.

4.8.3 In tests conducted below the boiling point, thermal convection generally is the only source of liquid velocity.

4.8.4 In test solutions with high viscosities, supplemental controlled stirring is recommended.

4.9 Volume of test solution.

4.9.1 The volume of the test solution should be large enough to avoid any appreciable change in its corrosiveness either through exhaustion of corrosive constituents or accumulation of corrosion products that might affect further corrosion.

4.9.2 The preferred minimum volume-to-area ratio is 250 milliliters of solution per square inch of specimen surface as stipulated in ASTM Standard A-279-63 on "Total Immersion Corrosion Test of Stainless Steels."

4.9.3 When the test objective is to determine the effect of a metal or alloy on the characteristics of the test solution (for example, to determine the effects of metals on dyes), it is desirable to reproduce the ratio of solution volume to exposed metal surface that exists in practice. The actual time of contact of the metal with the solution also must be taken into account. Any necessary distortion of the test conditions must be considered when interpreting the results.

4.10 Method of supporting specimens.

4.10.1 The supporting device and container should not be affected by or cause contamination of the test solution.

4.10.2 The method of supporting specimens will vary with the apparatus used for conducting the test but should be designed to insulate the specimens from each other physically and electrically and to insulate the specimens from any metallic container or supporting device used with the apparatus.

4.10.3 Shape and form of the specimen support should assure free contact of the specimen with the corroding solution, the liquid line, or the vapor phase as shown in Figure 1. If clad alloys are exposed, special procedures will be required to insure that only the cladding is exposed unless the purpose is to test the ability of the cladding to protect cut edges in the test solution.

4.10.4 Some common supports are glass or ceramic rods, glass saddles, glass hooks, fluorocarbon plastic strings, and various insulated or coated metallic supports.

4.11 Duration of test.

4.11.1 Although duration of any test will be determined by the nature and purpose of the test, an

the solution after corrosion has occurred. The corrosion rate can be calculated from the concentration of the matrix metal found in the solution, and it can be compared to that determined from the weight loss of the specimens. However, some of the corrosion products usually adhere to the specimen as a scale, and the corrosion rate calculated from the metal content in the solution is not always correct.

5. Methods of Cleaning Specimens After the Test

5.1 Before specimens are cleaned, their appearance should be observed and recorded. Location of deposits, variations in types of deposits, or variations in corrosion products are extremely important in evaluating localized corrosion, such as pitting and concentration cell attack.

5.2 Cleaning specimens after the test is a vital step in the corrosion test procedure and, if not done properly, can cause misleading results.

5.2.1 Generally, the cleaning procedure should

TABLE 2—Methods for Chemical Cleaning of Corrosion Test Specimens After Exposure

Material	Chemical	Time	Temperature	Remarks
Aluminum and Aluminum Alloys	70% HNO_3	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
	or			
	2% CrO_3, 5% H_3PO_4, Soln.	10 min	175-185 F (79-85 C)	Used when oxide film resists HNO_3 treatment. Follow by 70% HNO_3 treatment previously described.
Copper and Copper Alloys	15-20% HCl	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
	or			
	5-10% H_2SO_4	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
Lead and Lead Alloys	1% acetic acid	10 min	Boiling	Follow by light scrub. Removes PbO.
	or			
	5% ammonium acetate	5 min	Hot	Follow by light scrub. Removes PbO and/or $PbSO_4$.
	or			
	80 g/l NaOH, 50 g/l mannitol, 0.62 g/l hydrazine sulfate	30 min, or until clean	Boiling	Follow by light scrub.
Iron and Steel	20% NaOH, 200 g/l zinc dust	5 min	Boiling	---
	or			
	conc. HCl, 50 g/l $SnCl_2$ + 20 g/l $SbCl_3$	Until clean	Cold	---
Magnesium and Magnesium Alloys	15% CrO_3, 1% $AgCrO_4$ Soln.	15 min	Boiling	---
Nickel and Nickel Alloys	15-20% HCl	Until clean	Room	---
	or			
	10% H_2SO_4	Until clean	Room	---
Stainless Steel	10% HNO_3	Until clean	140 F (60 C)	Avoid contamination with chlorides
Tin and Tin Alloys	15% Na_3PO_4	10 min	Boiling	Follow by scrubbing.
Zinc	10% NH_4Cl followed by 5% CrO_3, 1% $AgNO_3$ Soln.	5 min 20 sec	Room Boiling	Follow by light scrubbing.
	or			
	Saturated ammonium acetate	Until clean	Room	Follow by light scrub.
	or			
	100 g/l NaCN	15 min	Room	---

7. Calculating Corrosion Rates

7.1 The calculation of corrosion rates requires several pieces of information and several assumptions.

7.1.1 The use of corrosion rates implies that all weight loss has been due to general corrosion and not to localized corrosion, such as pitting or sensitized areas on welded coupons. Localized corrosion is reported separately.

7.1.2 The use of corrosion rates also implies that the material has not been internally attacked as by dezincification or intergranular corrosion.

7.1.3 Internal attack can be expressed as a corrosion rate if desired. However, the calculations must not be based on weight loss, which is usually small, but on microsections which show depth of attack.

7.2 Assuming that localized or internal corrosion is not present or are recorded separately in the report, the corrosion rate expressed as mils penetration per year (mpy) or millimeters per year (mmpy) can be calculated by the equations:

$$\text{mpy} = \frac{\text{wt loss} \times 534}{(\text{area})(\text{time})(\text{metal density})}$$

$$\text{mmpy} = \frac{\text{wt loss} \times 13.56}{(\text{area})(\text{time})(\text{metal density})}$$

where weight loss is in milligrams, area is square inches of metal surface exposed, and time is hours exposed.

Metal density of many common alloys (expressed in grams per cubic centimeter) is listed in Table 3. The density for new or unlisted alloys can be obtained from the producer or from various metal handbooks.

TABLE 3 — Density of Common Metals for Use in Corrosion Rate Calculations[9]

Alloy	Density, g/cc
Aluminum	
99.0 + Al	2.71
Al, 1.2 Mn	2.73
Al, 1.0 Mg, 0.6 Si, 0.25 Cr	2.70
Brass	
85 Cu, 15 Zn	8.75
71 Cu, 28 Zn, 1 Sn	8.53
65 Cu, 35 Zn	8.47
60 Cu, 39.25 Zn, 0.75 Sn	8.41
Bronze	
95 Cu, 5 Sn	8.86
90 Cu, 10 Sn	8.78
85 Cu, 5 Sn, 5 Zn, 5 Pb	8.80
94.8 Cu, 3 Si	8.53
95 Cu, 5 Al	8.17
85-90 Cu, 10 Al	7.58
Copper	
99.90 Cu, 0.01 P	8.91
Cupro-Nickel	
90 Cu, 10 Ni	8.93
70 Cu, 30 Ni	8.94
Iron	
94 Fe, 3.5 C, 2.5 Si	7.00
96 Fe, 3.0 C	7.60
99.94 Fe, 0.025 S, 0.017 Mn, 0.012 C, 0.005 P	7.86
84.3 Fe, 14.5 Si, 0.35 Mn, 0.85 C	7.00
Lead	
99.90 + Pb	11.34
Nickel	
99.4 Ni + Co	8.89
67 Ni, 30 Cu	8.84
62 Ni, 30 Mo, 5 Fe	9.24
58 Ni, 17 Mo, 15 Cr, 5 W, 5 Fe	8.94
80 Ni, 14 Cr, 6 Fe	8.51
Steel	
0.20 C, Mn, P, S	7.85
Stainless Steel	
11.50-13.50 Cr, 0.15 C	7.75
14.00-18.00 Cr, 0.12 C	7.70
18.00-20.00 Cr, 8.00-12.00 Ni, 0.08 C	7.93
16.00-18.00 Cr, 10.00-14.00 Ni, 2.00-3.00 Mo, 0.08 C	7.98
17.00-19.00 Cr, 9.00-12.00 Ni, 0.08 C, Ti	8.02
17.00-19.00 Cr, 9.00-12.00 Ni, 0.08 C, Cb	8.02
19.00-21.00 Cr, 24.00-30.00 Ni, 2.00-3.00 Mo, 3.00-4.00 Cu	8.02
Tantalum	16.60
Tin	7.30
Titanium	4.54
Zirconium	6.53

(2) Rebuilt cylinders shall be considered as new cylinders and shall conform to all the requirements of the specifications applying, including verification of material, examination, inspection, etc., and the rendering of the proper reports to the purchaser, cylinder rebuilder, and the Associate Director for OE. Report must show that cylinders were rebuilt.

(3) Information in sufficient detail regarding previous serial numbers and identification symbols must be filed with the Associate Director for OE.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53 and App. A to Part 1)

[29 FR 18671, Dec. 29, 1964. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967]

NOTE: For amendments to § 173.34 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

Subpart C—Explosives and Blasting Agents; Definitions and Preparation

SOURCE: 29 FR 18683, Dec. 29, 1964, unless otherwise noted. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967.

§ 173.50 An explosive.

(a) For the purpose of Parts 170–189 of this subchapter an explosive is defined as any chemical compound, mixture, or device, the primary or common purpose of which is to function by explosion, i.e., with substantially instantaneous release of gas and heat, unless such compound, mixture, or device is otherwise specifically classified in Parts 170–189 of this subchapter.

§ 173.51 Forbidden explosives.

Unless otherwise provided in this subchapter, the transportation of the following explosives is forbidden:

(a) Explosive compounds, mixtures or devices which ignite spontaneously or undergo marked decomposition when subjected to a temperature of 167° F. (75° C.) for 48 consecutive hours.

(b) New explosive compounds, mixtures or devices except as provided for in § 173.86.

(c) Explosive mixtures or devices containing an ammonium salt and a chlorate.

(d) Explosive mixtures or devices containing an acidic metal salt and a chlorate.

(e) Leaking or damaged packages of explosives.

(f) Nitroglycerin, diethylene glycol dinitrate or other liquid explosives not authorized by §173.53(e) or (h). (For shipment by motor vehicle other than by common carrier, see § 177.822(b) of this subchapter.)

(g) Loaded firearms.

(h) Fireworks that combine an explosive and a detonator or blasting cap.

(i) Fireworks containing yellow or white phosphorous.

(j) Toy torpedoes, the maximum outside dimension of which exceeds ⅝-inch, or toy torpedoes containing a mixture of potassium chlorate, black antimony, and sulfur with an average weight of explosive composition in each torpedo exceeding four grains.

[Amdt. 173-137, 45 FR 34703, May 22, 1980]

§ 173.52 Acceptable explosives.

(a) For the purposes of this subchapter, acceptable explosives are divided into three classes as follows (acceptable military explosives must be transported on board vessels in accordance with 46 CFR 146.29):

(1) Class A explosives; detonating or otherwise of maximum hazard.

(2) Class B explosives; flammable hazard.

(3) Class C explosives; minimum hazard.

[29 FR 18683, Dec. 29, 1964. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 173-94, 41 FR 16064, Apr. 15, 1976]

CLASS A EXPLOSIVES; DEFINITIONS

§ 173.53 Definition of class A explosives.

(a) *Type 1.* Solid explosives which can be caused to deflagrate by contact with sparks or flame such as produced by safety fuse or an electric squib, but cannot be detonated (see Note 1) by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2). Example: Black powder and low explosives.

(b) *Type 2.* Solid explosives which contain a liquid explosive ingredient, and which, when unconfined (see Note 3), can be detonated by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2); or

which can be exploded in at least 50 percent of the trials in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of 4 inches or more, but cannot be exploded in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: High explosives, commercial dynamite containing a liquid explosive ingredient.

(c) *Type 3.* Solid explosives which contain no liquid explosive ingredient and which can be detonated, when unconfined (see Note 3), by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2); or which can be exploded in at least 50 percent of the trials in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of 4 inches or more, but cannot be exploded in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: High explosives, commercial dynamite containing no liquid explosive ingredient, trinitrotoluene, amatol, tetryl, picric acid, urea nitrate, pentolite, and commercial boosters.

(d) *Type 4.* Solid explosives which can be caused to detonate when unconfined (see Note 3), by contact with sparks or flame such as produced by safety fuse or an electric squib; or which can be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4), in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: Initiating and priming explosives, lead azide, fulminate of mercury, etc., and high explosives.

(e) *Type 5.* Desensitized liquid explosives are explosives which may be detonated separately or when absorbed in sterile absorbent cotton, by a No. 8 test blasting cap (see Note 2); but which cannot be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4), by a drop of less than 10 inches. The desensitizer must not be significantly more volatile than nitroglycerine and the desensitized explosive must not freeze at temperatures above minus 10° F. Example: High explosives, desensitized nitroglycerine.

(f) *Type 6.* Liquid explosives that can be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of less than 10 inches. Example: Nitroglycerin. (See § 173.51(a)(3).)

(g) *Type 7.* An initiating device is a metal or plastic casing containing initiating or priming explosives. Class A-Type 4, either with or without other explosives. It is activated by any one of several means, including an electrical pulse, a flame, a shock or detonation wave, mechanical impact (percussion) pressurized gas, or high intensity light beam. It produces an explosive output that may be used to initiate another explosive or to perform work. A time delay may be incorporated in the means of applying the stimulus, or in the initiating device itself.

(1) A detonator (see Note 5) is an initiating device (other than one properly described as a detonating fuze) which contains no more than 10 grams of total explosives weight, excluding ignition and delay charges per unit. There are different kinds of detonators including the following:

(i) Blasting caps which are activated by safety fuse.

(ii) Blasting caps which are percussion activated.

(iii) Blasting caps which are activated by flexible detonating cord, including—

(A) Delay connectors in plastic sheaths which consist of a plastic sleeve that contains a suitable delay system with receptor and donor explosive charges in the center portion. Each end of the sleeve is made so that flexible detonating cord can be inserted into and locked to the connector;

(B) Delay connectors in metal tubes which consist of a system with a receptor and donor charge positioned between two detonators with the entire assembly placed in a metal tube having both ends open for the insertion of flexible detonating cord;

(C) Delay connectors with detonating cord pigtails which consist of delay connectors as described in paragraph (g)(1)(iii)(B) of this section that have short lenghts of detonating cord inserted into both ends and crimped in place; and

(D) Nonelectric instantaneous and delay caps which consist of blasting caps to which is assembled a length of detonating cord that may have a

transfer explosive charge at the opposite end.

(iv) Blasting caps which are activated by gas pressurization or reaction.

(v) Blasting caps which are activated by a shock tube.

(vi) Electric blasting caps which are activated by an electric current.

(2) A detonating primer (see Note 6) is an initiation device for commercial use which contains more than 10 grams of total explosives weight, excluding ignition and delay charges per unit.

(3) Detonating fuzes, class A, are used in the military service to detonate the high explosive bursting charges of projectiles, mines, bombs, torpedoes, and grenades. In addition to a powerful detonator, they may contain several ounces of a high explosive, such as tetryl or dry nitrocellulose, all assembled in a heavy steel envelope. They may also contain a small amount of radioactive component. Those that are so made and packed that they will not cause functioning of other fuzes, explosives, or explosive devices in the same or adjacent containers are classed as class C explosives.

(h) *Type 8.* Any solid or liquid compound, mixture or device which is not specifically included in any of the above types, and which under special conditions may be so designated and examined by the Bureau of Explosives and approved by the Associate Director for OE. Example: Shape charges, commercial.

(1) A shaped charge, commercial, consists of a plastic, paper, or other suitable container comprising a charge of not to exceed 8 ounces of a high explosive containing no liquid explosive ingredient and with a hollowed-out portion (cavity) lined with a rigid material. Detonators or other initiating elements may not be assembled in the device unless examined by the Bureau of Explosives and approved by the Associate Director for OE.

(i) *Ammunition for cannon.* Ammunition for cannon is fixed, semi-fixed or separate loading ammunition which is fired from a cannon, mortar, gun, howitzer or recoilless rifle.

(j) *Ammunition for cannon with projectiles.* Ammunition for cannon with explosive projectiles, gas projectiles, smoke projectiles, incendiary projectiles, illuminating projectiles, or shell is fixed ammunition assembled in a unit consisting of the cartridge case containing the propelling charge and primer, and the projectiles, or shell, fuzed or unfuzed. Detonating fuzes, tracer fuzes, explosive or ignition devices, or fuze parts with explosives contained therein may not be assembled in ammunition or included in the same outside package unless shipped by or for the Department of Defense (DOD) and in accordance with established practices and procedures specified by DOD.

(k) *Explosive projectiles.* Explosive projectiles are shells, projectiles, warheads, or rocket heads, loaded with explosives or bursting charges, with or without other materials, for use in cannons, guns, tubes, mortars or other firing or launching devices.

(l) *Grenades.* Grenades, hand or rifle, are small metal or other containers designed to be thrown by hand or projected from a rifle. They are filled with an explosive or a liquid, gas, or solid material such as a toxic or tear gas or an incendiary or smoke producing material and a bursting charge. When shipped without explosives or bursting charges, see §§ 173.100(y), 173.330, 173.350, and 173.385.

(m) *Explosive bombs.* Explosive bombs are metal or other containers filled with explosives. They are used in warfare and include aeroplane bombs and depth bombs.

(n) *Explosive mines.* Explosive mines are metal or composition containers filled with a high explosive.

(o) *Explosive torpedoes.* Explosive torpedoes, such as are used in warfare, are metal devices containing a means of propulsion and a quantity of high explosives.

(p) *Rocket ammunition.* Rocket ammunition (including guided missiles) is ammunition designed for launching from a tube, launcher, rails, trough, or other launching device, in which the propellant material is a solid propellant explosive. It consists of an igniter, rocket motor, and projectile (warhead) either fuzed or unfuzed, containing high explosives or chemicals. Rocket ammunition may be shipped complete-

ly assembled or may be shipped unassembled in one outside container.

(q) *Ammunition for small arms with explosive projectiles or incendiary projectiles.* Ammunition for small arms with explosive projectiles and ammunition for small arms with incendiary projectiles is fixed ammunition of caliber 20 millimeters to be used in machine guns or cannons, and consists of a metallic cartridge case, the primer and the propelling charge, with explosive projectile or incendiary projectile with or without detonating fuze; the component parts necessary for one firing being all in one assembly. Detonating fuzes, tracer fuzes, explosive or ignition devices or fuze parts with explosives contained therein must not be assembled in ammunition or included in the same outside package unless shipped by, for or to the Departments of the Army, Navy, and Air Force of the U.S. Government or unless of a type approved by the Department.

(r) *Chemical ammunition.* Chemical ammunition used in warfare is all kinds of explosive chemical projectiles, shells, bombs, grenades, etc., loaded with toxic, tear, or other gas, smoke or incendiary agent, also such miscellaneous apparatus as cloud-gas cylinders, smoke generators, etc., that may be utilized to project chemicals.

(s) *Boosters, bursters, and supplementary charges.* Boosters and supplementary charges consist of a casing containing a high explosive and are used to increase the intensity of explosion of the detonator of a detonating fuze. Bursters consist of a casing containing a high explosive and are used to rupture a projectile or bomb to permit release of its contents.

(t) *Jet thrust units (jato), class A explosives; rocket motors, class A explosives; igniters, jet thrust (jato), class A explosives; and igniters, rocket motor, class A explosives:*

(1) Jet thrust units (jato), class A explosives, are metal cylinders containing a mixture of chemicals capable of burning rapidly and producing considerable pressure. Under certain conditions the chemical fuel with which the unit is loaded may explode. Jet thrust units are designed to be ignited by an electric igniter. They are used to assist aeroplanes to take off.

(2) Rocket motor, class A explosives, is a device containing a propelling charge and consisting of one or more continuous type combustion unit(s) closed at one end (closure may be an igniter with a thrust plate) and with a nozzle(s) at the other end. (The rocket motor carries its own solid oxidizer-fuel combination.) The propelling charge consists of a mixture of chemicals and/or chemical compounds which when ignited is capable of burning rapidly and producing considerable pressure and which will sustain a detonation. Rocket motors, class A explosives, should be nonpropulsive in shipment (see paragraphs (t)(2) (i) and (ii) of this section). Rocket motors, class A explosives, are designed to be ignited by an electrically actuated device which may be an igniter, or by other means. They are used to propel and/or provide thrust for guided missiles, rockets, or spacecraft.

(i) A rocket motor to be considered "nonpropulsive" must be capable of unrestrained burning and will not move appreciably in any direction when ignited by any means. Blast deflectors, thrust neutralizers, or other similar devices must be proven adequate by test prior to authorization for use.

(ii) Rocket motors, class A explosives may be shipped in a propulsive state only under conditions approved by the Department of Defense.

(3) Igniters, jet thrust (jato), class A explosives, and igniters, rocket motor, class A explosives, are devices consisting of an electrically operated or remotely controlled ignition element and a charge of fast-burning composition meeting the definition prescribed for Type 1 class A explosives (see paragraph (a) of this section), assembled in a unit for use in igniting the propelling charge of jet thrust units or rocket motors.

(u) *Charged oil well jet perforating guns.* Charged oil well jet perforating guns are steel tubes or metallic strips into which are inserted shaped charges connected in series by primacord. Shaped charges must be of a type described in paragraph (h)(1) of this section, except that each shaped charge installed in the steel tube or metallic strip shall contain not over 4

80-159 O—81——23

ounces of high explosive. Charged oil well jet perforating guns must not be transported with blasting caps, electric blasting caps, or other firing devices affixed to or installed in the guns.

(v) *Type 9.* Propellant explosives, class A, are solid chemicals or solid chemical mixtures which are designed to function by rapid combustion of successive layers, generally with little or no smoke. The combustion is controlled by composition, size, and form of grain. Propellant explosives, class A, include some types of smokeless powder and some types of solid propellant explosives for jet thrust units, rockets, or other devices. Any propellant explosive is class A which detonates in any one out of five trials when tested in the packages in which it is offered for transportation. In conducting the test, one propellant container shall be surrounded by inert loaded containers of the same weight, including one inert container placed on top of the propellant container. The propellant shall be ignited by means of a commercial electric squib placed within 4 inches of the bottom of the container. The presence of a crater and absence of flame shall be considered as evidences of detonation.

NOTE 1: The detonation test is performed by placing the sample in an open-end fiber tube which is set on the end of a lead block approximately 1½ inches in diameter and 4 inches high which, in turn, is placed on a solid base. A steel plate may be placed between the fiber tube and the lead block.

NOTE 2: A No. 8 test blasting cap is one containing two grams of a mixture of 80 percent mercury fulminate and 20 percent potassium chlorate, or a cap of equivalent strength.

NOTE 3: "Unconfined" as used in this section does not exclude the use of a paper or soft fiber tube wrapping to facilitate tests.

NOTE 4: The Bureau of Explosives Impact Apparatus is a testing device designed so that a guided 8-pound weight may be dropped from predetermined heights so as to impact specific quantities of liquid or solid materials under fixed conditions. Detailed prints may be obtained from the Bureau of Explosives, 1920 L Street, N.W., Washington, D.C. 20036

NOTE 5:See § 173.100 (gg) for criteria that determine whether a particular type of detonator can be classed as a Class C explosive.

NOTE 6:See § 173.100 (hh) for criteria that determine whether a particular type of detonating primer can be classed as a Class C explosive.

[29 FR 18683, Dec. 29, 1964, as amended by Order 72, 31 FR 6423, Apr. 28, 1966; Order 71, 31 FR 9069, July 1, 1966. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967]

NOTE: For amendments to § 173.53 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 173.54 Ammunition for cannon.

(a) Ammunition for cannon with explosive projectiles, gas projectiles, smoke projectiles, incendiary projectiles, illuminating projectiles, or tear gas projectiles must be packed and properly secured in strong wooden or metal containers, or in plastic containers of approved military specifications complying with § 173.7(a).

(b) Each outside package must be plainly marked "AMMUNITION FOR CANNON WITH EXPLOSIVE PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH GAS PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH SMOKE PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH INCENDIARY PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH ILLUMINATING PROJECTILES," OR "AMMUNITION FOR CANNON WITH TEAR GAS PROJECTILES, CLASS A EXPLOSIVES," as appropriate.

[Amdt. 173-110, 42 FR 57965, Nov. 7, 1977]

§ 173.55 Ammunition, nonexplosive.

(a) Nonexplosive ammunition is defined as a device which contains no explosives or other dangerous articles, such as cartridge cases, dummy or drill cartridges; empty, sand loaded or solid projectiles with or without tracers (containing not in excess of one ounce of tracer composition), empty mines, empty bombs, solid projectiles, empty torpedoes, or practice bombs. It also includes devices containing no explosives, or other dangerous articles, except installed electric squibs, primers, propellants or thermal batteries required for the activation of the device, provided that it has been proven by test that when initiated the full energy release is contained within the outside shipping container. Such ammunition is exempt from Parts 170-189 of this chapter. Rotating bands

new explosive that has not been examined or approved may transport that new explosive from where it was produced to an explosive testing facility if:

(1) The new explosive is not a forbidden explosive or an initiating explosive according to this subchapter;

(2) The new explosive is a compound or mixture it must be described as high explosive or high explosive, liquid, as appropriate (other than when contained in a device) and packed, marked, labeled, and described on the shipping paper as required by this subchapter;

(3) The new explosive is a device it must be assigned a tentative description and class by the owner and packed, marked, labeled, and described on the shipping paper as required by this subchapter based on its tentative description and class;

(4) The new explosive is transported in a motor vehicle operated by the owner of the explosive, and

(5) The new explosive is accompanied by a person, in addition to the driver of the motor vehicle, who is qualified by training and experience to handle the explosive.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53 and paragraph (a) of App. A to Part 106)

[Amdt. 173-95, 41 FR 15013, Apr. 9, 1976]

NOTE: For amendments to § 173.86 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 173.87 Explosives in mixed packaging.

Unless specifically authorized by Parts 110-189 of this subchapter, explosives may not be packed in the same outside packaging with other articles. Inside packages of different explosives (except detonators and initiating explosives) may be packed in one outside packaging in accordance with the requirements of this subchapter if the gross weight of each inside package does not exceed 8 ounces and the gross weight of the completed package does not exceed 50 pounds.

[Amdt. 173-134, 44 FR 70731, Dec. 10, 1979]

CLASS B EXPLOSIVES; DEFINITIONS

§ 173.88 Definition of class B explosives.

(a) Explosives, class B, are defined as those explosives which in general function by rapid combustion rather than detonation and include some explosive devices such as special fireworks, flash powders, some pyrotechnic signal devices and liquid or solid propellant explosives which include some smokeless powders. These explosives are further specifically described in paragraphs (b) to (g) of this section.

(b) Ammunition for cannon with empty projectiles, inert-loaded projectiles, solid projectiles or without projectiles, or shell, and catapult charges exceeding 2 inches in diameter, is fixed ammunition assembled in a unit consisting of the cartridge case containing the propelling charge and primer with empty, inert-loaded, or solid projectiles, or without projectiles, which is fired from a cannon, mortar, gun, howitzer or recoilless rifle.

(c) Rocket ammunition is fixed ammunition which is fired from a tube, launcher, rails, trough, or other device as distinguished from cannon ammunition which is fired from a cannon, gun, or mortar. It consists of an igniter, a rocket motor, and empty projectile, inert-loaded projectile, or solid projectile.

(d) Special fireworks are manufactured articles designed primarily for the purpose of producing visible or audible pyrotechnic effects by combustion or explosion. (See § 173.100(r) for common fireworks.) Examples are toy torpedoes, railway torpedoes, some firecrackers and salutes, exhibition display pieces, aeroplane flares, illuminating projectiles, incendiary projectiles, incendiary bombs or incendiary grenades and smoke projectiles or smoke bombs fuzed or unfuzed and containing expelling charges but without bursting charges, flash powders in inner units not exceeding 2 ounces each, flash sheets in interior packages, flash powder or spreader cartridges containing not over 72 grains of flash powder each (see § 173.60 for shipments made as low explosives) and flash cartridges consisting of a paper cartridge shell, small-arms primer, and

flash composition, not exceeding 180 grains all assembled in one piece. Fireworks must be in a finished state, exclusive of mere ornamentation, as supplied to the retail trade and must be so constructed and packed that loose pyrotechnic composition will not be present in packages in transportation.

(e) Jet thrust units (jato), class B explosives; rocket motors, class B explosives; igniters, jet thrust (jato), class B explosives; and igniters, rocket motors, class B explosives:

(1) Jet thrust units (jato), class B explosives, are metal cylinders containing a mixture of chemicals capable of burning rapidly and producing considerable pressure. Jet thrust units are designed to be ignited by an electric igniter. They are used to assist aeroplanes to take off.

(2) Rocket motor, class B explosives, is a device containing a propelling charge and consisting of one or more continuous type combustion unit(s), closed at one end (closure may be an igniter with a thrust plate) and with a nozzle(s) at the other end. The propelling charge consists of a mixture of chemicals and/or chemical compounds which when ignited is capable of burning rapidly and producing considerable pressure and which will not sustain a detonation. (The rocket motor carries its own solid oxidizer-fuel combination.) Rocket motors, class B explosives, should be nonpropulsive in shipment (see paragraphs (e)(2) (i) and (ii) of this section) Rocket motors, class B explosives, are designed to be ignited by an electrically actuated device which may be an igniter, or by other means. They are used to propel and/or provide thrust for guided missiles, rockets, or spacecraft.

(i) A rocket motor to be considered "nonpropulsive" must be capable of unrestrained burning and will not move appreciably in any direction when ignited by any means. Blast deflectors, thrust neutralizers or other similar devices must be proven by test prior to authorization for use.

(ii) Rocket motors, Class B, explosives, may be shipped in a propulsive state only under conditions approved by the Department of Defense or the National Aeronautics and Space Administration.

(3) Igniters, jet thrust (jato), class B explosives, and igniters, rocket motor, class B explosives, are devices consisting of an electrically operated or remotely controlled ignition element and a fast burning composition which functions by rapid burning rather than detonation, assembled in a unit for use in igniting the propelling charge of jet thrust units, rocket motors, or rocket engines.

(f) *Propellant explosives, class B.* Propellant explosives, class B, are solid or liquid chemicals or chemical mixtures which function by combustion. The combustion is controlled by composition, size, form of grain, or other chemical or mechanical means. Any propellant is class B which fails to detonate in five trials when tested (see Note 2) in the package in which it is offered for shipment. Propellant explosives, class B, include smokeless powder for small arms (see Note 4), smokeless powder for cannon, liquid monopropellant fuel (see Note 3), smokeless powder, or solid propellant explosives for rockets, jet thrust units, or other devices. Black powder is not included in this classification and is defined specifically in § 173.53.

(g) Explosives power devices, Class B, are devices designed to operate ejecting apparatus or other mechanisms by means of a propellant explosive, Class B, and differ from explosive power devices, Class C, in that they contain larger or more powerful propellants. The devices must not rupture on functioning and must be of a type examined by the Bureau of Explosives and approved by the Associate Director for OE, except as otherwise provided in § 173.51(a)(16) and § 173.86(a).

NOTE 1: Fire-extinguisher charges containing not to exceed 50 grains of propellant explosives per unit are exempt from the regulations in Parts 170–189 of this chapter.

NOTE 2: In conducting the test, one propellant container shall be surrounded by inert loaded containers of the same weight, including one inert container placed on top of the propellant container. The propellant shall be ignited by means of a commercial electric squib placed within 4 inches of the bottom of the container. The presence of a crater and absence of flame shall be considered as evidences of detonation.

NOTE 3: A liquid monopropellant fuel is defined as any propellant in which the fuel

and the oxidizer are physically or chemically combined in one form.

NOTE 4: Smokeless powder for small arms in quantities not exceeding 100 pounds net weight in one car or motor vehicle, except shipments by, for, or to the Department of the Army, Navy, or Air Force of the United States Government, shall be classed as a flammable solid for purposes of transportation when packaged in accordance with § 173.197a.

(h) Starter cartridges, jet engine, class B explosives consist of plastic and/or rubber cases, each containing a pressed cylindrical block of propellant explosive and having in the top of the case a small compartment that incloses an electrical squib, small amounts of black powder, and smokeless powder, which constitutes an igniter. The starter cartridge is used to activate a mechanical starter for jet engines.

(i) Rocket engine (liquid), class B explosives is a complete, self-contained rocket propulsion unit which contains an oxidizer and a fuel, each separated by an aluminum or stainless steel wall of not less than 0.250 inch thickness. Double walls are permitted. Pressurization of the propellant tanks is by use of a gas generator. The ignition source must be in an unarmed position for shipment. Rocket engines (liquid) are used to propel or provide thrust for rockets, missiles or spacecraft.

[29 FR 18683, Dec. 29, 1964, as amended by Order 72, 31 FR 6424, Apr. 28, 1966. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 173-104, 42 FR 11239, Feb. 28, 1977; Amdt. 173-138, 45 FR 32694, May 19, 1980]

§ 173.89 Ammunition for cannon with empty projectiles, inert-loaded projectiles, solid projectiles, tear gas projectiles or without projectiles.

(a) Ammunition for cannon with empty projectiles, inert-loaded projectiles solid projectiles, tear gas projectiles, or without projectiles must be well packed and properly secured in strong wooden or metal containers or in plastic containers of approved military specifications complying with § 173.7(a).

(b) Each outside package must be plainly marked "AMMUNITION FOR CANNON WITH EMPTY PROJECTILES", "AMMUNITION FOR CANNON WITH INERT-LOADED PROJECTILES", "AMMUNITION FOR CANNON WITH SOLID PROJECTILES", "AMMUNITION FOR CANNON WITHOUT PROJECTILES", OR "AMMUNITION FOR CANNON WITH TEAR GAS PROJECTILES, CLASS B EXPLOSIVES," as appropriate.

[Amdt. 173-110, 42 FR 57965, Nov. 7, 1977]

§ 173.90 Rocket ammunition with empty, inert-loaded, or solid projectiles.

(a) Rocket ammunition with empty, inert-loaded, or solid projectiles must be well packed and properly secured in strong wooden or metal containers.

(b) Each package must be plainly marked "ROCKET AMMUNITION WITH EMPTY PROJECTILES," "ROCKET AMMUNITION WITH INERT-LOADED PROJECTILES," or "ROCKET AMMUNITION WITH SOLID PROJECTILES," as appropriate.

[Order 72, 31 FR 6424, Apr. 28, 1966. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 173-94, 41 FR 16066, Apr. 15, 1976]

§ 173.91 Special fireworks.

(a) Special fireworks, except as otherwise authorized, must be securely packed in containers complying with the following specifications:

(1) [Reserved]

(2) Spec. 15A, 15B, 16A, or 19A (§§ 178.168, 178.189, 178.185, or 178.190 of this subchapter). Wooden boxes. Gross weight not to exceed 500 pounds.

(3) Spec. 12B (§ 178.205 of this subchapter). Fiberboard boxes. Gross weight not to exceed 65 pounds except as provided in paragraph (a)(5) of this section. Not permitted for illuminating projectiles and aeroplane flares.

(4) Fireworks that can be exploded en masse, by dropping the completed shipping container from a height of six feet or by the impact of a rifle bullet, if found safe for transportation, may be shipped in accordance with the regulations in this Part applying to high explosives.

(5) Ship distress signals when packed in tight inside metal containers of not less than 24 gauge sheet iron or other

Hazardous waste No.	Substance [1]
U217	Thallium (I) nitrate
U218	Thioacetamide
U219	Thiourea
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U222	o-Toluidine hydrochloride
U223	Toluene diisocyanate
U224	Toxaphene
	2,4,5-TP see U233
U225	Tribromomethane
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane
U228	Trichloroethene
	Trichloroethylene see U228
U229	Trichlorofluoromethane
U230	2,4,5-Trichlorophenol
U231	2,4,6-Trichlorophenol
U232	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U233	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid alpha, alpha, alpha- Trichlorotoluene see U023
	TRI-CLENE see U228
U234	Trinitrobenzene (R,T)
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil mustard
U238	Urethane
	Vinyl chloride see U043
	Vinylidene chloride see U078
U239	Xylene

[1] The Agency included those trade names of which it was aware; an omission of a trade name does not imply that it is not hazardous. The material is hazardous if it is listed under its generic name.

Appendix I—Representative Sampling Methods

The methods and equipment used for sampling waste materials will vary with the form and consistency of the waste materials to be sampled. Samples collected using the sampling protocols listed below, for sampling waste with properties similar to the indicated materials, will be considered by the Agency to be representative of the waste.

Extremely viscous liquid—ASTM Standard D140-70 Crushed or powdered material—ASTM Standard D346-75 Soil or rock-like material—ASTM Standard D420-69 Soil-like material—ASTM Standard D1452-65

Fly Ash-like material—ASTM Standard D2234-76 [ASTM Standards are available from ASTM, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103]

Containerized liquid wastes—"COLIWASA" described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods." [1] U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460. [Copies may be obtained from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair St., Cincinnati, Ohio 45268]

Liquid waste in pits, ponds, lagoons, and similar reservoirs.—"Pond Sampler" described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods." [1]

This manual also contains additional information on application of these protocols.

[1] These methods are also described in "Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams," EPA 600/2-80-018, January 1980.

Appendix II—EP Toxicity Test Procedure

A. Extraction Procedure (EP)

1. A representative sample of the waste to be tested (minimum size 100 grams) should be obtained using the methods specified in Appendix I or any other methods capable of yielding a representative sample within the meaning of Part 260. [For detailed guidance on conducting the various aspects of the EP see "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," SW-846, U.S. Environmental Protection Agency Office of Solid Waste; Washington, D.C. 20460.[1]]

2. The sample should be separated into its component liquid and solid phases using the method described in "Separation Procedure" below. If the solid residue [2] obtained using this method totals less than 0.5% of the original weight of the waste, the residue can be discarded and the operator should treat the liquid phase as the extract and proceed immediately to Step 8.

3. The solid material obtained from the Separation Procedure should be evaluated for its particle size. If the solid material has a surface area per gram of material equal to, or greater

[1] Copies may be obtained from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268.

[2] The percent solids is determined by drying the filter pad at 80° C until it reaches constant weight and then calculating the percent solids using the following equation:

$$\frac{\text{(weight of pad + solid)} - \text{(tare weight of pad)}}{\text{initial weight of sample}} \times 100 = \% \text{ solids}$$

than, 3.1 cm^3 or passes through a 9.5 mm (0.375 inch) standard sieve, the operator should proceed to Step 4. If the surface area is smaller or the particle size larger than specified above, the solid material should be prepared for extraction by crushing, cutting or grinding the material so that it passes through a 9.5 mm (0.375 inch) sieve or, if the material is in a single piece, by subjecting the material to the "Structural Integrity Procedure" described below.

4. The solid material obtained in Step 3 should be weighed and placed in an extractor with 16 times its weight of deionized water. Do not allow the material to dry prior to weighing. For purposes of this test, an acceptable extractor is one which will impart sufficient agitation to the mixture to not only prevent stratification of the sample and extraction fluid but also insure that all sample surfaces are continously brought into contact with well mixed extraction fluid.

5. After the solid material and deionized water are placed in the extractor, the operator should begin agitation and measure the pH of the solution in the extractor. If the pH is greater than 5.0, the pH of the solution should be decreased to 5.0 ± 0.2 by adding 0.5 N acetic acid. If the pH is equal to or less than 5.0, no acetic acid should be added. The pH of the solution should be monitored, as described below, during the course of the extraction and if the pH rises above 5.2, 0.5N acetic acid should be added to bring the pH down to 5.0 ± 0.2. However, in no event shall the aggregate amount of acid added to the solution exceed 4 ml of acid per gram of solid. The mixture should be agitated for 24 hours and maintained at 20°–40° C (68°–104° F) during this time. It is recommended that the operator monitor and adjust the pH during the course of the extraction with a device such as the Type 45-A pH Controller manufactured by Chemtrix, Inc., Hillsboro, Oregon 97123 or its equivalent, in conjunction with a metering pump and reservoir of 0.5N acetic acid. If such a system is not available, the following manual procedure shall be employed:

(a) A pH meter should be calibrated in accordance with the manufacturer's specifications.

(b) The pH of the solution should be checked and, if necessary, 0.5N acetic acid should be manually added to the extractor until the pH reaches 5.0 ± 0.2. The pH of the solution should be adjusted at 15, 30 and 60 minute intervals, moving to the next longer interval if the pH does not have to be adjusted more than 0.5N pH units.

(c) The adjustment procedure should be continued for at least 6 hours.

(d) If at the end of the 24-hour extraction period, the pH of the solution is not below 5.2 and the maximum amount of acid (4 ml per gram of solids) has not been added, the pH should be adjusted to 5.0 ± 0.2 and the extraction continued for an additional four hours, during which the pH should be adjusted at one hour intervals.

6. At the end of the 24 hour extraction period, deionized water should be added to the extractor in an amount determined by the following equation:

$V = (20)(W) - 16(W) - A$

V = ml deionized water to be added
W = weight in grams of solid charged to extractor
A = ml of 0.5N acetic acid added during extraction

7. The material in the extractor should be separated into its component liquid and solid phases as described under "Separation Procedure."

8. The liquids resulting from Steps 2 and 7 should be combined. This combined liquid (or the waste itself if it has less than ½ percent solids, as noted in Step 2) is the extract and should be analyzed for the presence of any of the contaminants specified in Table I of § 261.24 using the Analytical Procedures designated below.

Separation Procedure

Equipment: A filter holder, designed for filtration media having a nominal pore size of 0.45 micrometers and capable of applying a 5.3 kg/cm^2 (75 psi) hydrostatic pressure to the solution being filtered shall be used. For mixtures containing nonabsorptive solids, where separation can be affected without imposing a 5.3 kg/cm^2 pressure differential, vacuum filters employing a 0.45 micrometers filter media can be used. (For further guidance on filtration equipment or procedures see "Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods.")

Procedure: [3]

(i) Following manufacturer's directions, the filter unit should be assembled with a filter bed consisting of a 0.45 micrometer filter membrane. For difficult or slow to filter mixtures a prefilter bed consisting of the following prefilters in increasing pore size (0.65 micrometer membrane, fine glass fiber prefilter, and coarse glass fiber prefilter) can be used.

(ii) The waste should be poured into the filtration unit.

(iii) The reservoir should be slowly pressurized until liquid begins to flow from the filtrate outlet at which point the pressure in the filter should be immediately lowered to 10–15 psig. Filtration should be continued until liquid flow ceases.

(iv) The pressure should be increased stepwise in 10 psi increments to 75 psig and filtration continued until flow ceases or the pressurizing gas begins to exit from the filtrate outlet.

(v) The filter unit should be depressurized, the solid material removed and weighed and then transferred to the extraction apparatus, or, in the case of final filtration prior to analysis, discarded. Do not allow the material retained on the filter pad to dry prior to weighing.

(vi) The liquid phase should be stored at 4°C for subsequent use in Step 8.

B. Structural Integrity Procedure

Equipment: A Structural Integrity Tester having a 3.18 cm (1.25 in.) diameter hammer weighing 0.33 kg (0.73 lbs.) and having a free fall of 15.24 cm (6 in.) shall be used. This device is available from Associated Design and Manufacturing Company, Alexandria, VA., 22314, as Part No. 125, or it may be fabricated to meet the specifications shown in Figure 1.

Procedure:

1. The sample holder should be filled with the material to be tested. If the sample of waste is a large monolithic block, a portion should be cut from the block having the dimensions of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder. For a fixated waste, samples may be cast in the form of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder for purposes of conducting this test. In such cases, the waste may be allowed to cure for 30 days prior to further testing.

2. The sample holder should be placed into the Structural Integrity Tester, then the hammer should be raised to its maximum height and dropped. This should be repeated fifteen times.

3. The material should be removed from the sample holder, weighed, and transferred to the extraction apparatus for extraction.

Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants

The test methods for analyzing the extract are as follows:

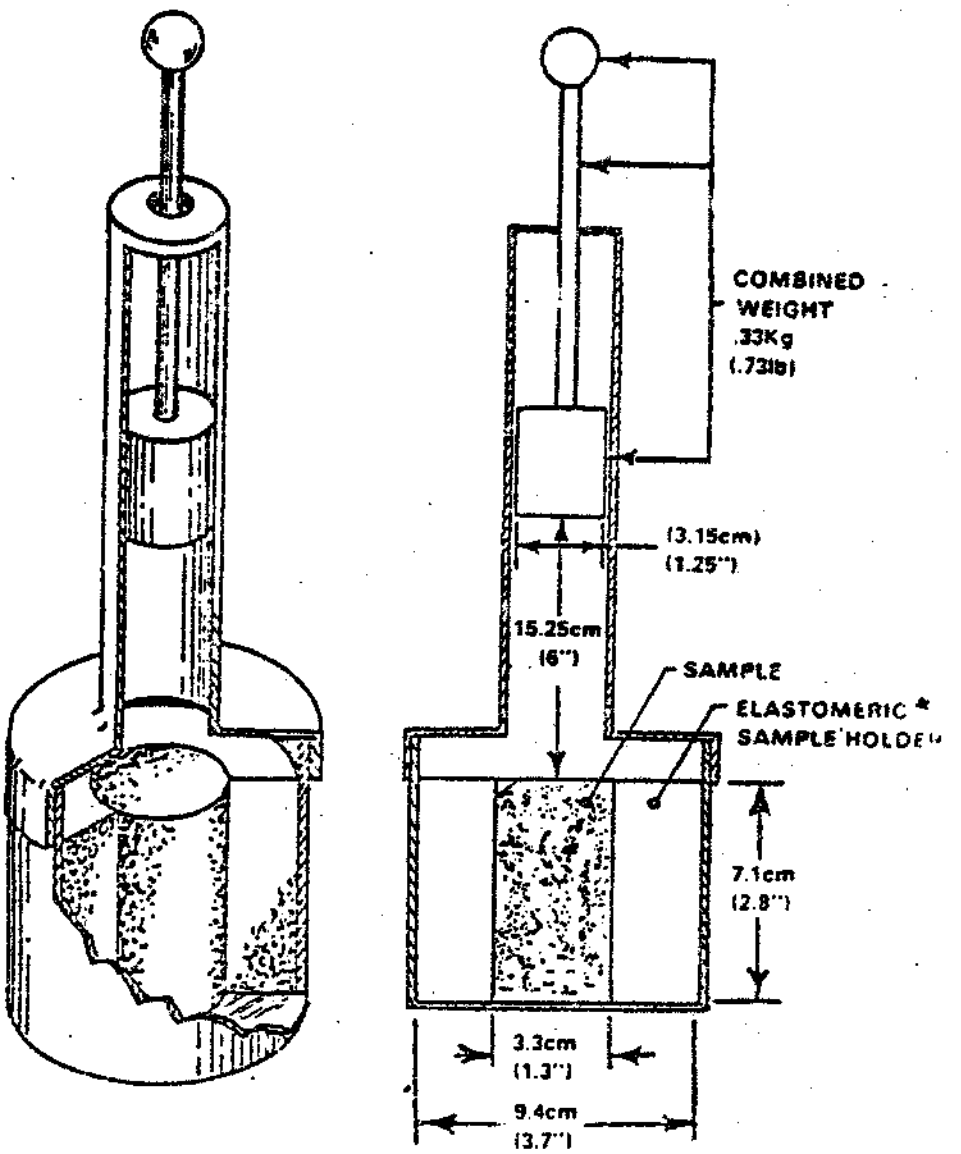
(1) For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium or silver: "Methods for Analysis of Water and Wastes," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA-600/4-79-020, March 1979).

(2) For Endrin; Lindane; Methoxychlor; Toxaphene; 2,4-D; 2,4,5-TP Silver: in "Methods for Benzidine, Chlorinated Organic Compounds, Pentachlorophenol and Pesticides in Water and Wastewater," September 1978, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 42568.

[3] This procedure is intended to result in separation of the "free" liquid portion of the waste from any solid matter having a particle size >0.45um. If the sample will not filter, various other separation techniques can be used to aid in the filtration. As described above, pressure filtration is employed to speed up the filtration process. This does not alter the nature of the separation. If liquid does not separate during filtration, the waste can be centrifuged. If separation occurs during centrifugation the liquid portion (centrifugate) is filtered through the 0.45um filter prior to becoming mixed with the liquid portion of the waste obtained from the initial filtration. Any material that will not pass through the filter after centrifugation is considered a solid and is extracted.

as standardized in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods."

For all analyses, the method of standard addition shall be used for the quantification of species concentration. This method is described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste." (It is also described in "Methods for Analysis of Water and Wastes.")



*ELASTOMERIC SAMPLE HOLDER FABRICATED OF MATERIAL FIRM ENOUGH TO SUPPORT THE SAMPLE

Figure 1

COMPACTION TESTER

ACTION: Final rule and

SUMMARY: The Resource Conservation and Recovery Act (RCRA) hazardous waste regulations promulgated May 19, 1980 (40 CFR 265.112(a) and 265.142(a)) require owners or operators of all hazardous waste facilities to have written closure plans, post-closure plans, and estimates of the costs of closure and post-closure by the effective date of these regulations (November 19, 1980). At the same time, owners or operators of hazardous waste disposal facilities are also required in 40 CFR 265.118(a) and 265.144(a) to have post-closure plans and associated cost estimates. The amendments to the regulations EPA is promulgating today modify these requirements.

The amended regulations allow the owner or operator of a hazardous waste facility up to May 19, 1981 (six months after the effective date of these regulations) to prepare a written closure plan, post-closure plan for a disposal facility, and cost estimates for closure and post-closure for a disposal facility. An owner or operator of a facility who decides to close his facility within this six-month period must nevertheless submit a closure plan and post-closure plan for a disposal facility at least 180 days before the date he expects to begin closure as required in 40 CFR Part 265, Subpart G, §§ 265.112(c) and 265.118(c).

The Agency is extending the period for preparing closure and post-closure plans for disposal facilities because planning for closure and post-closure at these facilities is an extremely important activity. Because these plans are so important, the Agency believes that it should provide owners or operators more time to prepare them so that they will be well thought out.

As a necessary consequence of extending the time for preparing closure and post-closure plans for facilities, EPA is extending the time for preparing closure and post-closure cost estimates for facilities. Cost estimates must be based on the closure and post-closure plans, so they cannot be prepared until the plans have been prepared.

The Office of Management and Budget recently approved EPA's Part 264 and 265 reporting requirements under the Federal Reports Act on the condition that EPA extend until May 19, 1981, the deadline by which disposal facilities (landfills, land treatment facilities, and surface impoundments which intend to close as landfills) must prepare closure and post-closure monitoring and maintenance plans. The Agency is convinced that owners or operators of *all* facilities, given an additional six months, will be able to prepare better plans and more accurate cost estimates. For this reason, and to avoid confusion as to when these plans are required, EPA is granting the time extension to all facilities.

Dated: October 27, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

For the reasons described above, Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended as follows:

§ 265.112 [Amended]

1. In § 265.112(a), in the first sentence, replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.118 [Amended]

2. In § 265.118(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.142 [Amended]

3. In § 265.142(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.144 [Amended]

4. In § 265.144(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

[FR Doc. 80-33670 Filed 10-29-80; 8:45 am]
BILLING CODE 6560-30-M

---

40 CFR Part 261

[WH-FRL 1648-4]

Hazardous Waste Management System: Identification and Listing of Hazardous Waste

AGENCY: Environmental Protection Agency (EPA).

ACTION: Technical amendment; final rule.

SUMMARY: In its regulations on the identification and listing of hazardous waste, the Environmental Protection Agency (EPA) is amending the section "Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants" in Appendix II of Part 261. This amendment merely clarifies confusing references to two sets of analytical methods, each of which delineates the same methods insofar as the applicability of the subject section of Appendix II. Therefore, this amendment does not change the substance of Appendix II.

EFFECTIVE DATE: This action is effective immediately.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: David Friedman, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460, (202) 755-9187.

SUPPLEMENTARY INFORMATION: The section on "Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants" in Appendix II of Part 261 promulgated on May 19, 1980 [45 FR at 33126] referenced certain water and wastewater analytical methods and implied that these methods should be used in analyzing EP Toxicity Procedure extracts. That section also referenced "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods" and implied that these methods should be used to analyze these same extracts. These

references to two sets of references have confused the regulated community and have generated many inquiries to the Agency for clarification. Because the latter reference incorporates and clarifies for use in analyzing EP extracts the methods described in the former references, EPA is today promulgating the following technical amendment to change the subject section of Appendix II so that only the latter reference is used.

Dated: October 24, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended by deleting the existing language under the section of Appendix II of Part 261 titled "*Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants*" and substituting the following language:

The test methods for analyzing the extract are as follows:

(1) For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium, silver, endrin, lindane, methoxychlor, toxaphene, 2,4-D[2,4-dichlorophenoxyacetic acid] or 2,4,5-TP [2,4,5-trichlorophenoxypropionic acid]: "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," [SW-846]. U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460.

(2) [Reserved]

For all analyses, the methods of standard addition shall be used for quantification of species concentration.

[FR Doc. 80-33871 Filed 10-29-80; 8:45 am]

BILLING CODE 6560-29-M

§ 261.33 Discarded commercial chemical products, off-specification species, containers, and spill residues thereof.

The following materials or items are hazardous wastes if and when they are discarded or intended to be discarded:

(a) Any commercial chemical product, or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(b) Any off-specification commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless:

(1) The container or inner liner has been triple rinsed using a solvent capable of removing the commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate;

(2) The container or inner liner has been cleaned by another method that has been shown in the scientific literature, or by tests conducted by the generator, to achieve equivalent removal; or

(3) In the case of a container, the inner liner that prevented contact of the commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate with the container, has been removed.

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(Comment: The phrase "commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in . . . " refers to a chemical substance which is manufactured or formulated for commercial or manufacturing use. It does not refer to a material, such as a manufacturing process waste, that contains any of the substances listed in paragraphs (e) or (f). Where a manufacturing process waste is deemed to be a hazardous waste because it contains a substance listed in paragraphs (e) or (f), such waste will be listed in either §§ 261.31 or 261.32 or will be identified as a hazardous waste by the characteristics set forth in Subpart C of this part.]

(e) The commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates, referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5(c). These wastes and their corresponding EPA Hazardous Waste Numbers are:

Hazardous waste No.	Substance [1]
	1080 see P058
	1081 see P057
	(Acetato)phenylmercury see P092
P001	3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts
P002	1-Acetyl-2-thiourea
P003	Acrolein
	Agarin see P007
	Agrosan GN 5 see P092
	Aldicarb see P069
	Aldifen see P048
P004	Aldrin
	Algimycin see P092
P005	Allyl alcohol
P006	Aluminum phosphide (R)
	ALVIT see P037
	Aminoethylene see P054
P007	5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol
P008	4-Aminopyridine
	Ammonium metavanadate see P119
P009	Ammonium picrate (R)
	ANTIMUCIN WDR see P092
	ANTURAT see P073
	AQUATHOL see P088
	ARETIT see P020
P010	Arsenic acid
P011	Arsenic pentoxide
P012	Arsenic trioxide
	Athrombin see P001
	AVITROL see P006
	Aziridine see P054
	AZOFOS see P081
	Azophos see P081
	BANTU see P072
P013	Barium cyanide
	BASENITE see P020
	BCME see P016
P014	Benzenethiol
	Benzoepin see P050
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
	BLADAN-M see P071
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P019	2-Butanone peroxide
	BUFEN see P092
	Butaphene see P020
P020	2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol
P021	Calcium cyanide
	CALDON see P020
P022	Carbon disulfide
	CERESAN see P092

F014—Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations.
F015—Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.

§ 261.32 [Amended]

9. Amend § 261.32 by removing the following waste streams:

K064—Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production.
K065—Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities.
K066—Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production.
K067—Electrolytic anode slimes/sludges from primary zinc production.
K068—Cadmium plant leachate residue (iron oxide) from primary zinc production.

10. Amend § 261.33 by revising the first sentence of paragraphs (c), (d), (e) and (f) to read as follows:

§ 261.33 Discarded commercial chemical products, off-specification species, containers, and spill residues thereof.

* * * * *

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic names listed in paragraph (e) of this section, or any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless: * * *

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill into or on any land or water of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section, or any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section. * * *

(e) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates or off-specification commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5(e). * * *

(f) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates, or off-specification commercial chemical products referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as toxic wastes (T) unless otherwise designated and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5 (a) and (f). * * *

* * * * *

11. Amend § 261.33(f) by removing the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U245	1-(p-Chlorobenzoyl)-5 methoxy-2-methylindole-3-acetic acid.
U245	Indomethacin.

12. Amend § 261.33(f) by adding the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U247	Methoxychlor.
U247	Ethane,1,1,1,-trichloro-2,2-bis(p-methoxyphenyl).

Appendix VII [Amended]

13. Amend Appendix VII of 40 CFR 261 by removing the following "Hazardous constituents for which listed" from the "Basis for Listing Hazardous Waste:"

F014—cyanide (complexed)
F015—cyanide (salts)
K064—lead, cadmium
K065—lead, cadmium
K066—lead, cadmium
K067—lead, cadmium
K068—lead, cadmium

14. Appendix VIII of 40 CFR 261 is revised to read as follows:

Appendix VIII

Hazardous Constituents

Acetonitrile (Ethanenitrile)
Acetophenone (Ethanone, 1-phenyl)
3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts (Warfarin)
2-Acetylaminofluorene (Acetamide, N-(9H-fluoren-2-yl)-)
Acetyl chloride (Ethanoyl chloride)
1-Acetyl-2-thiourea (Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-)
Acrolein (2-Propenal)
Acrylamide (2-Propenamide)
Acrylonitrile (2-Propenenitrile)
Aflatoxins
Aldrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a,8b-hexahydro-endo,exo-1,4:5,8-Dimethanonaphthalene)
Allyl alcohol (2-Propen-1-ol)
Aluminum phosphide
4-Aminobiphenyl ([1,1'-Biphenyl]-4-amine)
6-Amino-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8-(hydroxymethyl)-8a-methoxy-5-methyl-carbamate azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, (ester) (Mitomycin C)
(Azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, 6-amino-8-[((amino-carbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8amethoxy-5-methy-)
5-(Aminomethyl)-3-isoxazoiol (3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-)4-aminopyridine (4-Pyridinamine)
Amitrole (1H-1,2,4-Triazol-3-amine)
Aniline (Benzenamine)
Antimony and compounds, N.O.S.*
Aramite (Sulfurous acid, 2-chloroethyl-, 2-[4-(1,1-dimethylethyl)phenoxy]-1-methylethyl ester)
Arsenic and compounds, N.O.S.*
Arsenic acid (Orthoarsenic acid)
Arsenic pentoxide (Arsenic (V) oxide)
Arsenic trioxide (Arsenic (III) oxide)
Auramine (Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis[N,N-Dimethyl-, monohydrochloride)
Azaserine (L-Serine, diazoacetate (ester))
Barium and compounds, N.O.S.*
Barium cyanide
Benz[acridine (3,4-Benzacridine)
Benz[a]anthracene (1,2-Benzanthracene)
Benzene (Cyclohexatriene)
Benzenearsonic acid (Arsonic acid, phenyl-)
Benzene, dichloromethyl- (Benzal chloride)
Benzenethiol (Thiophenol)
Benzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'diamine)
Benzo[b]fluoranthene (2,3-Benzofluoranthene)
Benzo[j]fluoranthene (7,8-Benzofluoranthene)
Benzo[a]pyrene (3,4-Benzopyrene)
p-Benzoquinone (1,4-Cyclohexadienedione)
Benzotrichloride (Benzene, trichloromethyl-)
Benzyl chloride (Benzene, (chloromethyl)-)
Beryllium and compounds, N.O.S.*
Bis(2-chloroethoxy)methane (Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis[2-chloro-])
Bis(2-chloroethyl) ether (Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-])
N,N-Bis(2-chloroethyl)-2-naphthylamine (Chlornaphazine)
Bis(2-chloroisopropyl) ether (Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-])
Bis(chloromethyl) ether (Methane, oxybis[chloro-])
Bis(2-ethylhexyl) phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester)
Bromoacetone (2-Propanone, 1-bromo-)
Bromomethane (Methyl bromide)
4-Bromophenyl phenyl ether (Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-)
Brucine (Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-)
2-Butanone peroxide (Methyl ethyl ketone, peroxide)
Butyl benzyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl phenylmethyl ester)
2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol (DNBP) (Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-)
Cadmium and compounds, N.O.S.*
Calcium chromate (Chromic acid, calcium salt)
Calcium cyanide
Carbon disulfide (Carbon bisulfide)
Carbon oxyfluoride (Carbonyl fluoride)
Chloral (Acetaldehyde, trichloro-)
Chlorambucil (Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)]amino]benzene-)

* The abbreviation N.O.S. (not otherwise specified) signifies those members of the general class not specifically listed by name in this appendix.

40 CFR 261.33(e)

HAZARDOUS WASTE NO.	SUBSTANCE
P023	Acetaldehyde, chloro-
P002	Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-
P057	Acetamide, 2-fluoro-
P058	Acetic acid, fluoro-, sodium salt
P066	Acetimidic acid, N-[(methylcarbamoyl)oxy]thio-, methyl ester
P001	3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts
P002	1-Acetyl-2-thiourea
P003	Acrolein
P070	Aldicarb
P004	Aldrin
P005	Allyl alcohol
P006	Aluminum phosphide (R,T)
P007	5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol
P008	4-Aminopyridine
P009	Ammonium picrate (R)
P119	Ammonium vanadate
P010	Arsenic acid
P012	Arsenic(III) oxide
P011	Arsenic(V) oxide
P011	Arsenic pentoxide
P012	Arsenic trioxide
P038	Arsine, diethyl-
P054	Aziridine
P013	Barium cyanide
P024	Benzenamine, 4-chloro-
P077	Benzenamine, 4-nitro-

HWNO	SUBSTANCE
P028	Benzene, (chloromethyl)-
P042	1,2-Benzenediol, 4-[1-hydroxy-2-(methylamino)ethyl]-
P014	Benzenethiol
P028	Benzyl chloride
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P021	Calcium cyanide
P123	Camphene, octachloro-
P103	Carbamimidoselenoic acid
P022	Carbon bisulfide
P022	Carbon disulfide
P095	Carbonyl chloride
P033	Chlorine cyanide
P023	Chloroacetaldehyde
P024	p-Chloroaniline
P026	1-(o-Chlorophenyl)thiourea
P027	3-Chloropropionitrile
P029	Copper cyanides
P030	Cyanides (soluble cyanide salts), not elsewhere specified
P031	Cyanogen
P033	Cyanogen chloride
P036	Dichlorophenylarsine
P037	Dieldrin
P038	Diethylarsine
P039	O,O-Diethyl S-[2-(ethylthio)ethyl] phosphorodithioate

HWNO	SUBSTANCE
P041	Diethyl-p-nitrophenyl phosphate
P040	O,O-Diethyl O-pyrazinyl phosphorothioate
P043	Diisopropyl fluorophosphate
P044	Dimethoate
P045	3,3-Dimethyl-1-(methylthio)-2-butanone, O-[(methylamino)carbonyl] oxime
P071	O,O-Dimethyl O-p-nitrophenyl phosphorothioate
P082	Dimethylnitrosamine
P046	alpha,alpha-Dimethylphenethylamine
P047	4,6-Dinitro-o-cresol and salts
P034	4,6-Dinitro-o-cyclohexylphenol
P048	2,4-Dinitrophenol
P020	Dinoseb
P085	Diphosphoramide, octamethyl-
P039	Disulfoton
P049	2,4-Dithiobiuret
P109	Dithiopyrophosphoric acid, tetraethyl ester
P050	Endosulfan
P088	Endothall
P051	Endrin
P042	Epinephrine
P046	Ethanamine, 1,1-dimethyl-2-phenyl-
P084	Ethenamine, N-methyl-N-nitroso-
P101	Ethyl cyanide
P054	Ethylenimine
P097	Famphur
P056	Fluorine

HWNO	SUBSTANCE
P057	Fluoroacetamide
P058	Fluoroacetic acid, sodium salt
P065	Fulminic acid, mercury(II) salt (R,T)
P059	Heptachlor
P051	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,endo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P037	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-endo,exo-1,4:5,8-dimethanonaphthalene
P060	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo, endo-dimethanonaphthalene
P004	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo, exo-dimethanonaphthalene
P060	Hexachlorohexahydro-endo,endo-dimethanonaphthalene
P062	Hexaethyl tetraphosphate
P116	Hydrazinecarbothioamide
P068	Hydrazine, methyl-
P063	Hydrocyanic acid
P063	Hydrogen cyanide
P096	Hydrogen phosphide
P064	Isocyanic acid, methyl ester
P007	3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-
P092	Mercury, (acetato-O)phenyl-
P065	Mercury fulminate (R,T)
P016	Methane, oxybis(chloro-
P112	Methane, tetranitro- (R)
P118	Methanethiol, trichloro-
P059	4,7-Methano-1H-indene, 1,4,5,6,7,8,8-heptachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-
P066	Methomyl

HWNO	SUBSTANCE
P067	2-Methylaziridine
P068	Methyl hydrazine
P064	Methyl isocyanate
P069	2-Methyllactonitrile
P071	Methyl parathion
P072	alpha-Naphthylthiourea
P073	Nickel carbonyl
P074	Nickel cyanide
P074	Nickel(II) cyanide
P073	Nickel tetracarbonyl
P075	Nicotine and salts
P076	Nitric oxide
P077	p-Nitroaniline
P078	Nitrogen dioxide
P076	Nitrogen(II) oxide
P078	Nitrogen(IV) oxide
P081	Nitroglycerine (R)
P082	N-Nitrosodimethylamine
P084	N-Nitrosomethylvinylamine
P050	5-Norbornene-2,3-dimethanol, 1,4,5,6,7,7-hexachloro, cyclic sulfite
P085	Octamethylpyrophosphoramide
P087	Osmium oxide
P087	Osmium tetroxide
P088	7-Oxabicyclo[2.2.1]heptane-2,3-dicarboxylic acid
P089	Parathion
P034	Phenol, 2-cyclohexyl-4,6-dinitro-

HWNO	SUBSTANCE
P048	Phenol, 2,4-dinitro-
P047	Phenol, 2,4-dinitro-6-methyl-, and salts
P020	Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-
P009	Phenol, 2,4,6-trinitro-, ammonium salt (R)
P036	Phenyl dichloroarsine
P092	Phenylmercuric acetate
P093	N-Phenylthiourea
P094	Phorate
P095	Phosgene
P096	Phosphine
P041	Phosphoric acid, diethyl p-nitrophenyl ester
P044	Phosphorodithioic acid, O,O-dimethyl S-[2-(methylamino)-2-oxoethyl] ester
P043	Phosphorofluoridic acid, bis(1-methylethyl) ester
P094	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl S-(ethylthio)methyl ester
P089	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-(p-nitrophenyl) ester
P040	Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-pyrazinyl ester
P097	Phosphorothioic acid, O,O-dimethyl O-[p-((dimethylamino)-sulfonyl)phenyl] ester
P110	Plumbane, tetraethyl-
P098	Potassium cyanide
P099	Potassium silver cyanide
P070	Propanal, 2-methyl-2-(methylthio)-, O-[(methylamino)carbonyl]oxime
P101	Propanenitrile
P027	Propanenitrile, 3-chloro-
P069	Propanenitrile, 2-hydroxy-2-methyl-
P081	1,2,3-Propanetriol, trinitrate- (R)
P017	2-Propanone, 1-bromo-

HWNO	SUBSTANCE
P102	Propargyl alcohol
P003	2-Propenal
P005	2-Propen-1-ol
P067	1,2-Propylenimine
P102	2-Propyn-1-ol
P008	4-Pyridinamine
P075	Pyridine, (S)-3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl)-, and salts
P111	Pyrophosphoric acid, tetraethyl ester
P103	Selenourea
P104	Silver cyanide
P105	Sodium azide
P106	Sodium cyanide
P107	Strontium sulfide
P108	Strychnidin-10-one, and salts
P018	Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-
P108	Strychnine and salts
P115	Sulfuric acid, thallium(1) salt
P109	Tetraethyldithiopyrophosphate
P110	Tetraethyl lead
P111	Tetraethylpyrophosphate
P112	Tetranitromethane (R)
P062	Tetraphosphoric acid, hexaethyl ester
P113	Thallic oxide
P113	Thallium(III) oxide
P114	Thallium(I) selenide
P115	Thallium(I) sulfate

HWNO	SUBSTANCE
P045	Thiofanox
P049	Thioimidodicarbonic diamide
P014	Thiophenol
P116	Thiosemicarbazide
P026	Thiourea, (2-chlorophenyl)-
P072	Thiourea, 1-naphthalenyl-
P093	Thiourea, phenyl-
P123	Toxaphene
P118	Trichloromethanethiol
P119	Vanadic acid, ammonium salt
P120	Vanadium pentoxide
P120	Vanadium(V) oxide
P001	Warfarin
P121	Zinc cyanide
P122	Zinc phosphide (R,T)

F014—Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations.
F015—Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.

§ 261.32 [Amended]

9. Amend § 261.32 by removing the following waste streams:

K084—Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production.
K087—Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities.
K088—Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production.
K089—Electrolytic anode slimes/sludges from primary zinc production.
K090—Cadmium plant leachate residue (iron oxide) from primary zinc production.

10. Amend § 261.33 by revising the first sentence of paragraphs (c), (d), (e) and (f) to read as follows:

§ 261.33 Discarded commercial chemical products, off-specification species, containers, and spill residues thereof.

* * * * *

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic names listed in paragraph (e) of this section, or any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless: * * *

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill into or on any land or water of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section, or any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section. * * *

(e) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates or off-specification commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to be the small quantity exclusion defined in § 261.5(e). * * *

(f) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates, or off-specification commercial chemical products referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as toxic wastes (T) unless otherwise designated and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5 (e) and (f). * * *

* * * * *

11. Amend § 261.33(f) by removing the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U245	1-(p-Chlorobenzoyl)-5 methoxy-2-methylindole-3-acetic acid.
U245	Indomethacin.

12. Amend § 261.33(f) by adding the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U247	Methoxychlor.
U247	Ethane,1,1,1,-trichloro-2,2-bis(p-methoxyphenyl).

Appendix VII [Amended]

13. Amend Appendix VII of 40 CFR 261 by removing the following "Hazardous constituents for which listed" from the "Basis for Listing Hazardous Waste:"

F014—cyanide (complexed)
F015—cyanide (salts)
K004—lead, cadmium
K065—lead, cadmium
K066—lead, cadmium
K067—lead, cadmium
K068—lead, cadmium

14. Appendix VIII of 40 CFR 261 is revised to read as follows:

Appendix VIII

Hazardous Constituents

Acetonitrile (Ethanenitrile)
Acetophenone (Ethanone, 1-phenyl)
3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts (Warfarin)
2-Acetylaminofluorene (Acetamide, N-(9H-fluoren-2-yl)-)
Acetyl chloride (Ethanoyl chloride)
1-Acetyl-2-thiourea (Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-)
Acrolein (2-Propenal)
Acrylamide (2-Propenamide)
Acrylonitrile (2-Propenenitrile)
Aflatoxins
Aldrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a,8b-hexahydro-endo,exo-1,4:5,8-Dimethanonaphthalene)
Allyl alcohol (2-Propen-1-ol)
Aluminum phosphide
4-Aminobiphenyl ([1,1'-Biphenyl]-4-amine)
8-Amino-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8-(hydroxymethyl)-8a-methoxy-5-methyl-carbamate azirino(2',3':3,4)pyrrolo(1,2-a)indole-4,7-dione, (ester) (Mitomycin C)
(Azirino[2',3':3,4]pyrrolo(1,2-a)indole-4,7-dione, 6-amino-8-[((amino-carbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8amethoxy-5-methy-)
5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol (3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-)4-aminopyridine (4-Pyridinamine)
Amitrole (1H-1,2,4-Triazol-3-amine)
Aniline (Benzenamine)
Antimony and compounds, N.O.S.*
Aramite (Sulfurous acid, 2-chloroethyl-, 2-[4-(1,1-dimethylethyl)phenoxy]-1-methylethyl ester)
Arsenic and compounds, N.O.S.*
Arsenic acid (Orthoarsenic acid)
Arsenic pentoxide (Arsenic (V) oxide)
Arsenic trioxide (Arsenic (III) oxide)
Auramine (Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis[N,N-Dimethyl-, monohydrochloride)
Azaserine (L-Serine, diazoacetate (ester))
Barium and compounds, N.O.S.*
Barium cyanide
Benz[c]acridine (3,4-Benzacridine)
Benz[a]anthracene (1,2-Benzanthracene)
Benzene (Cyclohexatriene)
Benzenearsonic acid (Arsonic acid, phenyl-)
Benzene, dichloromethyl- (Benzal chloride)
Benzenethiol (Thiophenol)
Benzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'diamine)
Benzo[b]fluoranthene (2,3-Benzofluoranthene)
Benzo[j]fluoranthene (7,8-Benzofluoranthene)
Benzo[a]pyrene (3,4-Benzopyrene)
p-Benzoquinone (1,4-Cyclohexadienedione)
Benzotrichloride (Benzene, trichloromethyl-)
Benzyl chloride (Benzene, (chloromethyl)-)
Beryllium and compounds, N.O.S.*
Bis(2-chloroethoxy)methane (Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis[2-chloro-])
Bis(2-chloroethyl) ether (Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-])
N,N-Bis(2-chloroethyl)-2-naphthylamine (Chlornaphazine)
Bis(2-chloroisopropyl) ether (Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-])
Bis(chloromethyl) ether (Methane, oxybis[chloro-])
Bis(2-ethylhexyl) phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester)
Bromoacetone (2-Propanone, 1-bromo-)
Bromomethane (Methyl bromide)
4-Bromophenyl phenyl ether (Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-)
Brucine (Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-)
2-Butanone peroxide (Methyl ethyl ketone, peroxide)
Butyl benzyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl phenylmethyl ester)
2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol (DNBP) (Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-)
Cadmium and compounds, N.O.S.*
Calcium chromate (Chromic acid, calcium salt)
Calcium cyanide
Carbon disulfide (Carbon bisulfide)
Carbon oxyfluoride (Carbonyl fluoride)
Chloral (Acetaldehyde, trichloro-)
Chlorambucil (Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)amino]benzene-)

* The abbreviation N.O.S. (not otherwise specified) signifies those members of the general class not specifically listed by name in this appendix.

HAZARDOUS WASTE NO.	SUBSTANCE
U001	Acetaldehyde (I)
U034	Acetaldehyde, trichloro-
U187	Acetamide, N-(4-ethoxyphenyl)-
U005	Acetamide, N-9H-fluoren-2-yl-
U112	Acetic acid, ethyl ester (I)
U144	Acetic acid, lead salt
U214	Acetic acid, thallium(I) salt
U002	Acetone (I)
U003	Acetonitrile (I,T)
U004	Acetophenone
U005	2-Acetylaminofluorene
U006	Acetyl chloride (C,R,T)
U007	Acrylamide
U008	Acrylic acid (I)
U009	Acrylonitrile
U150	Alanine, 3-[p-bis(2-chloroethyl)amino]phenyl-, L-
U011	Amitrole
U012	Aniline (I,T)
U014	Auramine
U015	Azaserine
U010	Azirino(2',3':3,4)pyrrolo(1,2-a)indole-4,7-dione, 6-amino-8-[((aminocarbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8a-methoxy-5-methyl-
U157	Benz[j]aceanthrylene, 1,2-dihydro-3-methyl-
U016	Benz[c]acridine

HWNO	SUBSTANCE
U016	3,4-Benzacridine
U017	Benzal chloride
U018	Benz[a]anthracene
U018	1,2-Benzanthracene
U094	1,2-Benzanthracene, 7,12-dimethyl-
U012	Benzenamine (I,T)
U014	Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis(N,N-dimethyl-
U049	Benzenamine, 4-chloro-2-methyl-, hydrochloride
U093	Benzenamine, N,N-dimethyl-4-phenylazo-
U158	Benzenamine, 4,4'-methylenebis(2-chloro-
U222	Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride
U181	Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-
U019	Benzene (I,T)
U038	Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester
U030	Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-
U037	Benzene, chloro-
U190	1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride
U028	1,2-Benzenedicarboxylic acid, [bis(2-ethylhexyl)] ester
U069	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester
U088	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester
U102	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester
U107	1,2-Benzenedicarboxylic acid, di-n-octyl ester
U070	Benzene, 1,2-dichloro-
U071	Benzene, 1,3-dichloro-
U072	Benzene, 1,4-dichloro-
U017	Benzene, (dichloromethyl)-

HWNO	SUBSTANCE
U016	3,4-Benzacridine
U017	Benzal chloride
U018	Benz[a]anthracene
U018	1,2-Benzanthracene
U094	1,2-Benzanthracene, 7,12-dimethyl-
U012	Benzenamine (I,T)
U014	Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis(N,N-dimethyl-
U049	Benzenamine, 4-chloro-2-methyl-, hydrochloride
U093	Benzenamine, N,N-dimethyl-4-phenylazo-
U158	Benzenamine, 4,4'-methylenebis(2-chloro-
U222	Benzenamine, 2-methyl-, hydrochloride
U181	Benzenamine, 2-methyl-5-nitro-
U019	Benzene (I,T)
U038	Benzeneacetic acid, 4-chloro-alpha-(4-chlorophenyl)-alpha-hydroxy-, ethyl ester
U030	Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-
U037	Benzene, chloro-
U190	1,2-Benzenedicarboxylic acid anhydride
U028	1,2-Benzenedicarboxylic acid, [bis(2-ethylhexyl)] ester
U069	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dibutyl ester
U088	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diethyl ester
U102	1,2-Benzenedicarboxylic acid, dimethyl ester
U107	1,2-Benzenedicarboxylic acid, di-n-octyl ester
U070	Benzene, 1,2-dichloro-
U071	Benzene, 1,3-dichloro-
U072	Benzene, 1,4-dichloro-
U017	Benzene, (dichloromethyl)-

HWNO	SUBSTANCE
U223	Benzene, 1,3-diisocyanatomethyl- (R,T)
U239	Benzene, dimethyl- (I,T)
U201	1,3-Benzenediol
U127	Benzene, hexachloro-
U056	Benzene, hexahydro- (I)
U188	Benzene, hydroxy-
U220	Benzene, methyl-
U105	Benzene, 1-methyl-2,4-dinitro-
U106	Benzene, 1-methyl-2,6-dinitro-
U203	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-allyl-
U141	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propenyl-
U090	Benzene, 1,2-methylenedioxy-4-propyl-
U055	Benzene, (1-methylethyl)- (I)
U169	Benzene, nitro- (I,T)
U183	Benzene, pentachloro-
U185	Benzene, pentachloronitro-
U020	Benzenesulfonic acid chloride (C,R)
U020	Benzenesulfonyl chloride (C,R)
U207	Benzene, 1,2,4,5-tetrachloro-
U023	Benzene, (trichloromethyl)- (C,R,T)
U234	Benzene, 1,3,5-trinitro- (R,T)
U021	Benzidine
U202	1,2-Benzisothiazolin-3-one, 1,1-dioxide, and salts
U120	Benzo[j,k]fluorene
U022	Benzo[a]pyrene
U022	3,4-Benzopyrene
U197	p-Benzoquinone

HWNO	SUBSTANCE
U023	Benzotrichloride (C,R,T)
U050	1,2-Benzphenanthrene
U085	2,2'-Bioxirane (I,T)
U021	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine
U073	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine, 3,3'-dichloro-
U091	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine, 3,3'-dimethoxy-
U095	(1,1'-Biphenyl)-4,4'-diamine, 3,3'-dimethyl-
U024	Bis(2-chloroethoxy) methane
U027	Bis(2-chloroisopropyl) ether
U244	Bis(dimethylthiocarbamoyl) disulfide
U028	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
U246	Bromine cyanide
U225	Bromoform
U030	4-Bromophenyl phenyl ether
U128	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-
U172	1-Butanamine, N-butyl-N-nitroso-
U035	Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)amino]benzene-
U031	1-Butanol (I)
U159	2-Butanone (I,T)
U160	2-Butanone peroxide (R,T)
U053	2-Butenal
U074	2-Butene, 1,4-dichloro- (I,T)
U031	n-Butyl alcohol (I)
U136	Cacodylic acid
U032	Calcium chromate
U238	Carbamic acid, ethyl ester
U178	Carbamic acid, methylnitroso-, ethyl ester
U176	Carbamide, N-ethyl-N-nitroso-
U177	Carbamide, N-methyl-N-nitroso-
U219	Carbamide, thio-
U097	Carbamoyl chloride, dimethyl-
U215	Carbonic acid, dithallium(I) salt
U156	Carbonochloridic acid, methyl ester (I,T)
U033	Carbon oxyfluoride (R,T)
U211	Carbon tetrachloride
U033	Carbonyl fluoride (R,T)
U034	Chloral
U035	Chlorambucil
U036	Chlordane, technical
U026	Chlornaphazine
U037	Chlorobenzene
U039	4-Chloro-m-cresol
U041	1-Chloro-2,3-epoxypropane
U042	2-Chloroethyl vinyl ether
U044	Chloroform
U046	Chloromethyl methyl ether
U047	beta-Chloronaphthalene
U048	o-Chlorophenol
U049	4-Chloro-o-toluidine, hydrochloride
U032	Chromic acid, calcium salt
U050	Chrysene
U051	Creosote

HWNO	SUBSTANCE
U052	Cresols
U052	Cresylic acid
U053	Crotonaldehyde
U055	Cumene (I)
U246	Cyanogen bromide
U197	1,4-Cyclohexadienedione
U056	Cyclohexane (I)
U057	Cyclohexanone (I)
U130	1,3-Cyclopentadiene, 1,2,3,4,5,5-hexachloro-
U058	Cyclophosphamide
U240	2,4-D, salts and esters
U059	Daunomycin
U060	DDD
U061	DDT
U142	Decachlorooctahydro-1,3,4-metheno-2H-cyclobuta[c,d]-pentalen-2-one
U062	Diallate
U133	Diamine (R,T)
U221	Diaminotoluene
U063	Dibenz[a,h]anthracene
U063	1,2:5,6-Dibenzanthracene
U064	1,2:7,8-Dibenzopyrene
U064	Dibenz[a,i]pyrene
U066	1,2-Dibromo-3-chloropropane
U069	Dibutyl phthalate
U062	S-(2,3-Dichloroallyl) diisopropylthiocarbamate
U070	o-Dichlorobenzene

HWNO	SUBSTANCE
U071	m-Dichlorobenzene
U072	p-Dichlorobenzene
U073	3,3'-Dichlorobenzidine
U074	1,4-Dichloro-2-butene (I,T)
U075	Dichlorodifluoromethane
U192	3,5-Dichloro-N-(1,1-dimethyl-2-propynyl)benzamide
U060	Dichloro diphenyl dichloroethane
U061	Dichloro diphenyl trichloroethane
U078	1,1-Dichloroethylene
U079	1,2-Dichloroethylene
U025	Dichloroethyl ether
U081	2,4-Dichlorophenol
U082	2,6-Dichlorophenol
U240	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid, salts and esters
U083	1,2-Dichloropropane
U084	1,3-Dichloropropene
U085	1,2:3,4-Diepoxybutane (I,T)
U108	1,4-Diethylene dioxide
U086	N,N-Diethylhydrazine
U087	O,O-Diethyl S-methyl dithiophosphate
U088	Diethyl phthalate
U089	Diethylstilbestrol
U148	1,2-Dihydro-3,6-pyridazinedione
U090	Dihydrosafrole
U091	3,3'-Dimethoxybenzidine
U092	Dimethylamine (I)

HWNO	SUBSTANCE
U093	Dimethylaminoazobenzene
U094	7,12-Dimethylbenz[a]anthracene
U095	3,3'-Dimethylbenzidine
U096	alpha,alpha-Dimethylbenzylhydroperoxide (R)
U097	Dimethylcarbamoyl chloride
U098	1,1-Dimethylhydrazine
U099	1,2-Dimethylhydrazine
U101	2,4-Dimethylphenol
U102	Dimethyl phthalate
U103	Dimethyl sulfate
U105	2,4-Dinitrotoluene
U106	2,6-Dinitrotoluene
U107	Di-n-octyl phthalate
U108	1,4-Dioxane
U109	1,2-Diphenylhydrazine
U110	Dipropylamine (I)
U111	Di-n-propylnitrosamine
U001	Ethanal (I)
U174	Ethanamine, N-ethyl-N-nitroso-
U067	Ethane, 1,2-dibromo-
U076	Ethane, 1,1-dichloro-
U077	Ethane, 1,2-dichloro-
U114	1,2-Ethanediylbiscarbamodithioic acid, salts and esters
U131	Ethane, 1,1,1,2,2,2-hexachloro-
U024	Ethane, 1,1'-[methylenebis(oxy)]bis[2-chloro-
U003	Ethanenitrile (I,T)

HWNO	SUBSTANCE
U117	Ethane, 1,1'-oxybis- (I)
U025	Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-
U184	Ethane, pentachloro-
U208	Ethane, 1,1,1,2-tetrachloro-
U209	Ethane, 1,1,2,2-tetrachloro-
U218	Ethanethioamide
U227	Ethane, 1,1,2-trichloro-
U247	Ethane, 1,1,1-trichloro-2,2-bis(p-methoxyphenyl)-
U043	Ethene, chloro-
U042	Ethene, 2-chloroethoxy-
U078	Ethene, 1,1-dichloro-
U079	Ethene, trans-1,2-dichloro-
U210	Ethene, 1,1,2,2-tetrachloro-
U173	Ethanol, 2,2'-(nitrosoimino)bis-
U004	Ethanone, 1-phenyl-
U006	Ethanoyl chloride (C,R,T)
U112	Ethyl acetate (I)
U113	Ethyl acrylate (I)
U238	Ethyl carbamate (Urethan)
U038	Ethyl 4,4'-dichlorobenzilate
U114	Ethylenebis(dithiocarbamic acid), salts and esters
U067	Ethylene dibromide
U077	Ethylene dichloride
U115	Ethylene oxide (I,T)
U116	Ethylenethiourea
U117	Ethyl ether (I)

HWNO	SUBSTANCE
U076	Ethylidene dichloride
U118	Ethyl methacrylate
U119	Ethyl methanesulfonate
U139	Ferric dextran
U120	Fluoranthene
U122	Formaldehyde
U123	Formic acid (C,T)
U124	Furan (I)
U125	2-Furancarboxaldehyde (I)
U147	2,5-Furandione
U213	Furan, tetrahydro- (I)
U125	Furfurol (I)
U124	Furfuran (I)
U206	D-Glucopyranose, 2-deoxy-2-(3-methyl-3-nitrosoureido)-
U126	Glycidylaldehyde
U163	Guanidine, N-nitroso-N-methyl-N'-nitro-
U127	Hexachlorobenzene
U128	Hexachlorobutadiene 1
U129	Hexachlorocyclohexane (gamma isomer)
U130	Hexachlorocyclopentadiene
U131	Hexachloroethane
U132	Hexachlorophene
U243	Hexachloropropene
U133	Hydrazine (R,T)
U086	Hydrazine, 1,2-diethyl-
U098	Hydrazine, 1,1-dimethyl-

HWNO	SUBSTANCE
U099	Hydrazine, 1,2-dimethyl-
U109	Hydrazine, 1,2-diphenyl-
U134	Hydrofluoric acid (C,T)
U134	Hydrogen fluoride (C,T)
U135	Hydrogen sulfide
U096	Hydroperoxide, 1-methyl-1-phenylethyl- (R)
U136	Hydroxydimethylarsine oxide
U116	2-Imidazolidinethione
U137	Indeno[1,2,3-cd]pyrene
U139	Iron dextran
U140	Isobutyl alcohol (I,T)
U141	Isosafrole
U142	Kepone
U143	Lasiocarpine
U144	Lead acetate
U145	Lead phosphate
U146	Lead subacetate
U129	Lindane
U147	Maleic anhydride
U148	Maleic hydrazide
U149	Malononitrile
U150	Melphalan
U151	Mercury
U152	Methacrylonitrile (I,T)
U092	Methanamine, N-methyl- (I)
U029	Methane, bromo-

HWNO	SUBSTANCE
U045	Methane, chloro- (I,T)
U046	Methane, chloromethoxy-
U068	Methane, dibromo-
U080	Methane, dichloro-
U075	Methane, dichlorodifluoro-
U138	Methane, iodo-
U119	Methanesulfonic acid, ethyl ester
U211	Methane, tetrachloro-
U153	Methanethiol (I,T)
U225	Methane, tribromo-
U044	Methane, trichloro-
U121	Methane, trichlorofluoro-
U123	Methanoic acid (C,T)
U036	4,7-Methanoindan, 1,2,4,5,6,7,8,8-octachloro-3a,4,7,7a-tetrahydro-
U154	Methanol (I)
U155	Methapyrilene
U247	Methoxychlor
U154	Methyl alcohol (I)
U029	Methyl bromide
U186	1-Methylbutadiene (I)
U045	Methyl chloride (I,T)
U156	Methyl chlorocarbonate (I,T)
U226	Methyl chloroform
U157	3-Methylcholanthrene
U158	4,4'-Methylenebis(2-chloroaniline)
U132	2,2'-Methylenebis(3,4,6-trichlorophenol)
U068	Methylene bromide
U080	Methylene chloride
U122	Methylene oxide
U159	Methyl ethyl ketone (I,T)
U160	Methyl ethyl ketone peroxide (R,T)
U138	Methyl iodide
U161	Methyl isobutyl ketone (I)
U162	Methyl methacrylate (I,T)
U163	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine
U161	4-Methyl-2-pentanone (I)
U164	Methylthiouracil
U010	Mitomycin C
U059	5,12-Naphthacenedione, (8S-cis)-8-acetyl-10-[(3-amino-2,3,6-trideoxy-alpha-L-lyxo-hexopyranosyl)oxy]-7,8,9,10-tetrahydro-6,8,11-trihydroxy-1-methoxy-
U165	Naphthalene
U047	Naphthalene, 2-chloro-
U166	1,4-Naphthalenedione
U236	2,7-Naphthalenedisulfonic acid, 3,3'-[(3,3'-dimethyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diyl)-bis(azo)]bis(5-amino-4-hydroxy)-tetrasodium salt
U166	1,4-Naphthoquinone
U167	1-Naphthylamine
U168	2-Naphthylamine
U167	alpha-Naphthylamine
U168	beta-Naphthylamine
U026	2-Naphthylamine, N,N-bis(2-chloroethyl)-
U169	Nitrobenzene (I,T)
U170	p-Nitrophenol
U171	2-Nitropropane (I)

HWNO	SUBSTANCE
U172	N-Nitrosodi-n-butylamine
U173	N-Nitrosodiethanolamine
U174	N-Nitrosodiethylamine
U111	N-Nitrosodi-n-propylamine
U176	N-Nitroso-N-ethylurea
U177	N-Nitroso-N-methylurea
U178	N-Nitroso-N-methylurethane
U179	N-Nitrosopiperidine
U180	N-Nitrosopyrrolidine
U181	5-Nitro-o-toluidine
U193	1,2-Oxathiolane, 2,2-dioxide
U058	2H-1,3,2-Oxazaphosphorine, 2-[bis(2-chloroethyl)amino]tetrahydro-, 2-oxide
U115	Oxirane (I,T)
U041	Oxirane, 2-(chloromethyl)-
U182	Paraldehyde
U183	Pentachlorobenzene
U184	Pentachloroethane
U185	Pentachloronitrobenzene
U242	Pentachlorophenol
U186	1,3-Pentadiene (I)
U187	Phenacetin
U188	Phenol
U048	Phenol, 2-chloro-
U039	Phenol, 4-chloro-3-methyl-
U081	Phenol, 2,4-dichloro-
U082	Phenol, 2,6-dichloro-

HWNO	SUBSTANCE
U101	Phenol, 2,4-dimethyl-
U170	Phenol, 4-nitro-
U242	Phenol, pentachloro-
U212	Phenol, 2,3,4,6-tetrachloro-
U230	Phenol, 2,4,5-trichloro-
U231	Phenol, 2,4,6-trichloro-
U137	1,10-(1,2-Phenylene)pyrene
U145	Phosphoric acid, lead salt
U087	Phosphorodithioic acid, O,O-diethyl S-methyl ester
U189	Phosphorous sulfide (R)
U190	Phthalic anhydride
U191	2-Picoline
U192	Pronamide
U194	1-Propanamine (I,T)
U110	1-Propanamine, N-propyl- (I)
U066	Propane, 1,2-dibromo-3-chloro-
U149	Propanedinitrile
U171	Propane, 2-nitro- (I)
U027	Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-
U193	1,3-Propane sultone
U235	1-Propanol, 2,3-dibromo-, phosphate (3:1)
U126	1-Propanal, 2,3-epoxy-
U140	1-Propanol, 2-methyl- (I,T)
U002	2-Propanone (I)
U007	2-Propenamide
U084	Propene, 1,3-dichloro-
U243	1-Propene, 1,1,2,3,3,3-hexachloro-

HWNO	SUBSTANCE
U009	2-Propenenitrile
U152	2-Propenenitrile, 2-methyl- (I,T)
U008	2-Propenoic acid (I).
U113	2-Propenoic acid, ethyl ester (I)
U118	2-Propenoic acid, 2-methyl-, ethyl ester
U162	2-Propenoic acid, 2-methyl-, methyl ester (I,T)
U233	Propionic acid, 2-(2,4,5-trichlorophenoxy)-
U194	n-Propylamine (I,T)
U083	Propylene dichloride
U196	Pyridine
U155	Pyridine, 2-[(2-(dimethylamino)ethyl)-2-thenylamino]-
U179	Pyridine, hexahydro-N-nitroso-
U191	Pyridine, 2-methyl-
U164	4(1H)-Pyrimidinone, 2,3-dihydro-6-methyl-2-thioxo-
U180	Pyrrole, tetrahydro-N-nitroso-
U200	Reserpine
U201	Resorcinol
U202	Saccharin and salts
U203	Safrole
U204	Selenious acid
U204	Selenium dioxide
U205	Selenium disulfide (R,T)
U015	L-Serine, diazoacetate (ester)
U233	Silvex
U089	4,4'-Stilbenediol, alpha,alpha'-diethyl-
U206	Streptozotocin

HWNO	SUBSTANCE
U135	Sulfur hydride
U103	Sulfuric acid, dimethyl ester
U189	Sulfur phosphide (R)
U205	Sulfur selenide (R,T)
U232	2,4,5-T
U207	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene
U208	1,1,1,2-Tetrachloroethane
U209	1,1,2,2-Tetrachloroethane
U210	Tetrachloroethylene
U212	2,3,4,6-Tetrachlorophenol
U213	Tetrahydrofuran (I)
U214	Thallium(I) acetate
U215	Thallium(I) carbonate
U216	Thallium(I) chloride
U217	Thallium(I) nitrate
U218	Thioacetamide
U153	Thiomethanol (I,T)
U219	Thiourea
U244	Thiram
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U223	Toluene diisocyanate (R,T)
U222	o-Toluidine hydrochloride
U011	1H-1,2,4-Triazol-3-amine
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane

RCRA NO	SUBSTANCE
U228	Trichloroethene
U228	Trichloroethylene
U121	Trichloromonofluoromethane
U230	2,4,5-Trichlorophenol
U231	2,4,6-Trichlorophenol
U232	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U234	sym-Trinitrobenzene (R,T)
U182	1,3,5-Trioxane, 2,4,6-trimethyl-
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil, 5-[bis(2-chloroethyl)amino]-
U237	Uracil mustard
U043	Vinyl chloride
U239	Xylene (I)
U200	Yohimban-16-carboxylic acid, 11,17-dimethoxy-18-

§ 261.31: Amended 11/12/80, Effective Date 11/19/80
Amended 1/16/81, Effective Date 7/16/81
Amended 5/20/81, Effective Date 5/20/81

§ 261.31 Hazardous waste from nonspecific sources.

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Generic:		
F001	The following spent halogenated solvents used in degreasing: tetrachloroethylene, trichloroethylene, methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, carbon tetrachloride, and chlorinated fluorocarbons; and sludges from the recovery of these solvents in degreasing operations.	(T)
F002	The following spent halogenated solvents: tetrachloroethylene, methylene chloride, trichloroethylene, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane, ortho-dichlorobenzene, and trichlorofluoromethane; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(T)
F003	The following spent non-halogenated solvents: xylene, acetone, ethyl acetate, ethyl benzene, ethyl ether, methyl isobutyl ketone, n-butyl alcohol, cyclohexanone, and methanol; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(I)
F004	The following spent non-halogenated solvents: cresols and cresylic acid, and nitrobenzene; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(T)
F005	The following spent non-halogenated solvents: toluene, methyl ethyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, and pyridine; and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(I, T)
F006	Wastewater treatment sludges from electroplating operations except from the following processes: (1) sulfuric acid anodizing of aluminum; (2) tin plating on carbon steel; (3) zinc plating (segregated basis) on carbon steel; (4) aluminum or zinc-aluminum plating on carbon steel; (5) cleaning/stripping associated with tin, zinc and aluminum plating on carbon steel; and (6) chemical etching and milling of aluminum.	(T)
F019	Wastewater treatment sludges from the chemical conversion coating of aluminum	(T)
F007	Spent cyanide plating bath solutions from electroplating operations (except for precious metals electroplating spent cyanide plating bath solutions).	(R, T)
F008	Plating bath sludges from the bottom of plating baths from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating plating bath sludges).	(R, T)
F009	Spent stripping and cleaning bath solutions from electroplating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals electroplating spent stripping and cleaning bath solutions).	(R, T)
F010	Quenching bath sludge from oil baths from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat-treating quenching bath sludges).	(R, T)
F011	Spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning from metal heat treating operations (except for precious metals heat treating spent cyanide solutions from salt bath pot cleaning).	(R, T)
F012	Quenching wastewater treatment sludges from metal heat treating operations where cyanides are used in the process (except for precious metals heat treating quenching wastewater treatment sludges).	(T)
F014	Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations	
F015	Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations	

§ 261.32: Amended 11/12/80, Effective Date 11/19/80
Amended 1/16/81, Effective Date 7/16/81
Amended 5/20/81, Effective Date 5/20/81

1 = Hazardous wastes promulgated 5/19/80, Effective Date 11/19/80
2 = " 7/16/80, Effective Date 1/16/81
3 = " 11/12/80, Effective Date 5/12/81
4 = " 1/16/81, Effective Date 7/16/81

§ 261.32 Hazardous waste from specific sources.

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Wood Preservation:		
K001	Bottom sediment sludge from the treatment of wastewaters from wood preserving processes that use creosote and/or pentachlorophenol	T
Inorganic Pigments:		
K002	Wastewater treatment sludge from the production of chrome yellow and orange pigments	T
K003	Wastewater treatment sludge from the production of molybdate orange pigments	T
K004	Wastewater treatment sludge from the production of zinc yellow pigments	T
K005	Wastewater treatment sludge from the production of chrome green pigments	T
K006	Wastewater treatment sludge from the production of chrome oxide green pigments (anhydrous and hydrated)	T
K007	Wastewater treatment sludge from the production of iron blue pigments	T
K008	Oven residue from the production of chrome oxide green pigments	T
Organic Chemicals:		
K009	Distillation bottoms from the production of acetaldehyde from ethylene	T
K010	Distillation side cuts from the production of acetaldehyde from ethylene	T
K011	Bottom stream from the wastewater stripper in the production of acrylonitrile	R,T
K013	Bottom stream from the acetonitrile column in the production of acrylonitrile	R,T
K014	Bottoms from the acetonitrile purification column in the production of acrylonitrile	T
K015	Still bottoms from the distillation of benzyl chloride	T
K016	Heavy ends or distillation residues from the production of carbon tetrachloride	T
K017	Heavy ends (still bottoms) from the purification column in the production of epichlorohydrin	T
K018	Heavy ends from the fractionation column in ethyl chloride production	T
K019	Heavy ends from the distillation of ethylene dichloride in ethylene dichloride production	T
K020	Heavy ends from the distillation of vinyl chloride in vinyl chloride monomer production	T
K021	Aqueous spent antimony catalyst waste from fluoromethanes production	T
K022	Distillation bottom tars from the production of phenol/acetone from cumene	T
K023	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from naphthalene	T
K024	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from naphthalene	T
K093	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene	T
K094	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from ortho-xylene	T
K025	Distillation bottoms from the production of nitrobenzene by the nitration of benzene	T
K026	Stripping still tails from the production of methy ethyl pyridines	T
K027	Centrifuge and distillation residues from toluene diisocyanate production	R,T
K028	Spent catalyst from the hydrochlorinator reactor in the production of 1,1,1-trichloroethane	T
K029	Waste from the product steam stripper in the production of 1,1,1-trichloroethane	T
K095	Distillation bottoms from the production of 1,1,1-trichloroethane	T
K096	Heavy ends from the heavy ends column from the production of 1,1,1-trichloroethane	T
K030	Column bottoms or heavy ends from the combined production of trichloroethylene and perchloroethylene	T
K083	Distillation bottoms from aniline production	T
K103	Process residues from aniline extraction from the production of aniline	T
K104	Combined wastewater streams generated from nitrobenzene/aniline production	T
K085	Distillation or fractionation column bottoms from the production of chlorobenzenes	T
K105	Separated aqueous stream from the reactor product washing step in the production of chlorobenzenes	T
Inorganic Chemicals:		
K071	Brine purification muds from the mercury cell process in chlorine production, where separately prepurified brine is not used	T
K073	Chlorinated hydrocarbon waste from the purification step of the diaphragm cell process using graphite anodes in chlorine production	T
K106	Wastewater treatment sludge from the mercury cell process in chlorine production	T

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Pesticides:		
K031	By-product salts generated in the production of MSMA and cacodylic acid	(T)
K032	Wastewater treatment sludge from the production of chlordane	(T)
K033	Wastewater and scrub water from the chlorination of cyclopentadiene in the production of chlordane	(T)
K034	Filter solids from the filtration of hexachlorocyclopentadiene in the production of chlordane	(T)
K097	Vacuum stripper discharge from the chlordane chlorinator in the production of chlordane	(T)
K035	Wastewater treatment sludges generated in the production of creosote	(T)
K036	Still bottoms from toluene reclamation distillation in the production of disulfoton	(T)
K037	Wastewater treatment sludges from the production of disulfoton	(T)
K038	Wastewater from the washing and stripping of phorate production	(T)
K039	Filter cake from the filtration of diethylphosphorodithioic acid in the production of phorate	(T)
K040	Wastewater treatment sludge from the production of phorate	(T)
K041	Wastewater treatment sludge from the production of toxaphene	(T)
K098	Untreated process wastewater from the production of toxaphene	(T)
K042	Heavy ends or distillation residues from the distillation of tetrachlorobenzene in the production of 2,4,5-T	(T)
K043	2,6-Dichlorophenol waste from the production of 2,4-D	(T)
K099	Untreated wastewater from the production of 2,4-D	(T)
Explosives:		
K044	Wastewater treatment sludges from the manufacturing and processing of explosives	(R)
K045	Spent carbon from the treatment of wastewater containing explosives	(R)
K046	Wastewater treatment sludges from the manufacturing, formulation and loading of lead-based initiating compounds	(T)
K047	Pink/red water from TNT operations	(R)
Petroleum Refining:		
K048	Dissolved air flotation (DAF) float from the petroleum refining industry	(T)
K049	Slop oil emulsion solids from the petroleum refining industry	(T)
K050	Heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry	(T)
K051	API separator sludge from the petroleum refining industry	(T)
K052	Tank bottoms (leaded) from the petroleum refining industry	(T)
Iron and Steel:		
K061	Emission control dust/sludge from the primary production of steel in electric furnaces	(T)
K062	Spent pickle liquor from steel finishing operations	(C, T)
Primary Copper:		
K064	Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production	(T)
Primary Lead:		
K065	Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities	(T)
Primary Zinc:		
K066	Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production	(T)
K067	Electrolyte anode slimes/sludges from primary zinc production	(T)
K068	Cadmium plant leachate residue (iron oxide) from primary zinc production	(T)
Secondary Lead:		
K069	Emission control dust/sludge from secondary lead smelting	(T)
K100	Waste leaching solution from acid leaching of emission control dust/sludge from secondary lead smelting	(T)
Veterinary Pharmaceuticals:		
K084	Wastewater treatment sludges generated during the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds	(T)
K101	Distillation tar residues from the distillation of aniline-based compounds in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.	(T)
K102	Residue from the use of activated carbon for decolorization in the production of veterinary pharmaceuticals from arsenic or organo-arsenic compounds.	(T)
Ink Formulation:		
K086	Solvent washes and sludges, caustic washes and sludges, or water washes and sludges from cleaning tubs and equipment used in the formulation of ink from pigments, driers, soaps, and stabilizers containing chromium and lead.	(T)
Coking:		
K060	Ammonia still lime sludge from coking operations	(T)
K087	Decanter tank tar sludge from coking operations	(T)

quired by § 172.202 and those additional entries that may be required by § 172.203.

(i) Must be entered first, or

(ii) Must be entered in a color that clearly contrasts with any description on the shipping paper of a material not subject to the requirements of this subchapter, except that a description on a reproduction of a shipping paper may be highlighted, rather than printed, in a contrasting color (the provisions of this paragraph apply only to the basic description required by §§ 172.202(a) (1), (2), and (3)), or

(iii) Must be identified by the entry of an "X" placed before the proper shipping name in a column captioned "HM." (The "X" may be replaced by "RQ," if appropriate.)

(2) The required shipping description on a shipping paper and all copies thereof used for transportation purposes, must be legible and printed (manually or mechanically) in English.

(3) Unless it is specifically authorized or required in this subpart, the required shipping description may not contain any code or abbreviation.

(4) A shipping paper may contain additional information concerning the material provided the information is not inconsistent with the required description. Unless otherwise permitted or required by this subpart, additional information must be placed after the basic description required by § 172.202(a).

(i) When appropriate, the entries "IMCO" or "IMCO Class" may be entered immediately before or immediately following the class entry in the basic description.

(ii) For a material meeting the definition of more than one hazard class, the additional hazard class or classes may be entered after the hazard class in the basic description.

(b) *Name of shipper.* A shipping paper for a shipment by water must contain the name of the shipper.

[Amdt. 172-29A, 41 FR 40677, Sept. 20, 1976, as amended by Amdt. 172-29B, 41 FR 57067, Dec. 30, 1976; Amdt. 172-58, 45 FR 34697, May 22, 1980; Amdt. 172-58, 45 FR 74664, Nov. 10, 1980]

§ 172.202 Description of hazardous material on shipping papers.

(a) Ths shipping description of a hazardous material on the shipping paper must include—

(1) The proper shipping name prescribed for the material in § 172.101 or § 172.102 (when authorized);

(2) The hazard class prescribed for the material in the same section. Except for a proper shipping name that contains words describing more than one hazard class, inclusion of the hazard class is not required when the words of the proper shipping name contain the key word or words of the hazard class of the material, such as Flammable liquid; Poison B, liquid; Radioactive device; or Corrosive liquid;

(3) The identification number (preceded by "UN" or "NA" as appropriate) prescribed for the material in the same section; and

(4) Except for empty packagings, the total quantity (by weight, volume, or as otherwise appropriate) of the hazardous material covered by the description.

(b) Except as provided in this subpart, the basic description specified in paragraphs (a) (1), (2) and (3) of this section must be shown in sequence. For example: "Gasoline, Flammable liquid, UN1203".

(c) The total quantity of the material covered by one description must appear before or after, or both before and after, the description required and authorized by this subpart.

(1) Abbreviations may be used to specify the type of packaging and weight or volume. For example:" 40 cyl. Nitrogen, Non-flammable gas,UN1066, 800 pounds; 1 box Cement, liquid n.o.s., Flammable liquid, NA1133, 25 lbs."

(2) The type of and destination marks may be entered in any appropriate manner before or after the basic description.

(d) Technical and chemical group names may be entered in parentheses between the proper shipping name and hazard class.

[Amdt. 172-101, 45 FR 74665, Nov. 10, 1980]

§ 172.203 Additional description requirements.

(a) *Exemptions.* Each shipping paper issued in connection with a shipment made under an exemption must bear the notation "DOT-E" followed by the exemption number assigned and so located that the notation is clearly associated with the description to which the exemption applies.

(b) *Limited quantities.* The description for a material defined as "limited quantities" in this subchapter must include the words "Limited Quantities" or "Ltd. Qty." following the basic description.

(c) *Hazardous substances.* (1) If the proper shipping name for a mixture or solution that is a hazardous substance does not identify the constituents making it a hazardous substance, the name or names of such hazardous substance constituents as shown in § 172.101 shall be entered in association with the basic desciption. This requirement also applies when descriptions from the Optional Table in § 172.102 are used.

(2)The letters "RQ" shall be entered on the shipping paper either before or after the basic description required by § 172.202 for each hazardous substance (see definition in § 171.8). For example: " RQ, Cresol, Corrosive material, NA 2076" or "Adipic acid, ORM-E, NA 9077, RQ"

(d) *Radioactive material.* (1) The description for a shipment of radioactive material must include the following additional entries as appropriate:

(i) The name of each radionuclide in the radioactive material that is listed in § 173.390 of this subchapter. Abbreviations, e.g., "^{99}Mo" are authorized.

(ii) A description of the physical and chemical form of the material, if the material is not in special form (generic chemical description is acceptable for chemical form).

(iii) The activity contained in each package of the shipment in terms of curies, millicuries, or microcuries. Abbreviations are authorized.

(iv) The category of label applied to each package in the shipment. For example: "RADIOACTIVE WHITE-I."

(v) The transport index assigned to each package in the shipment bearing RADIOACTIVE YELLOW-II or RADIOACTIVE YELLOW-III labels.

(vi) For a shipment of fissile radioactive materials—

(A) The words "Fissile Exempt," if the package is exempt pursuant to § 173.396(a) of this subchapter, or

(B) If not exempt, the fissile class of each package in the shipment, pursuant to § 173.389(a) of this subchapter; and

(C) For a Fissile Class III shipment, the additional notation: "Warning—Fissile Class III Shipment. Do not Load More Than * * * Packages per Vehicle." (Asterisks to be replaced by appropriate number.) "In loading and Storage Areas, Keep at Least 20 Feet (6 Meters) from Other Packages Bearing Radioactive Labels."

(D) If a Fissile Class III shipment is to be transported by water, the supplementary notation must also include the following statement: "For shipment by water, only one Fissile Class III shipment is permitted in each hold."

(vii) For a package approved by the U.S. Energy Research and Development Administration (ERDA) or U.S. Nuclear Regulatory Commission (USNRC), a notation of the package identification marking as prescribed in the applicable ERDA or USNRC approval. (See § 173.393a of the subchapter.)

(viii) For an export shipment or a shipment in a foreign made package, a notation of the package identification marking as prescribed in the applicable International Atomic Energy Agency (IAEA) Certificate of Competent Authority which has been issued for the package. (See § 173.393b(a)(3) of the subchapter.)

(ix) For a shipment of radioactive materials being offered and accepted for transportation and transported within the United States under the provisions of § 171.12(e) of this subchapter, the shipping paper shall be annotated with the following entry:

This shipment contains packages of Type A/low specific activity radioactive materials limited in accordance with the 1973 IAEA Regulations, pursuant to the provisions of 49 CFR 171.12(e). (Non-applicable entry to be deleted.)

sible for the material meeting the definition of one of these classes. In such cases, only the technical name of the component that is not appropriately identified in the n.o.s. description shall be entered in parentheses. For example: "Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (contains Xylene), Flammable liquid, UN2758."

(iii) To the identification of more than one hazardous material in a mixture prior to July 1, 1981.

(3) The entry "Skin corrosive only" must be included to also authorize "under deck" stowage for corrosive liquid, n.o.s. and corrrosive solid, n.o.s. that meet only the corrosion to skin criteria of § 173.240(a)(1).

(i) The n.o.s. description for the material (other than a mixture of hazardous materials of different classes meeting the definition of more than one hazard class) contains the name ot the of the chemical element or group which is primarily responsible for the material being included in the hazard class indicated. For example: "Mercury compound, n.o.s., solid, Poison B, UN 2025."

(ii) The n.o.s. description for the material (which is a mixture of hazardous materials of different classes meeting the definition of more than one hazard class) contains the name of the chemical element or group responsible for the material meeting the definition of these classes. In such cases, only the technical name of the component that is not appropriately identified in the n.o.s. description shall be entered in parentheses.

For example: "Carbamate pesticide, liquid, n.o.s. (contains Xylene), Flammable liquid, UN 2758."

(j) *Dangerous When Wet.* The words "Dangerous When Wet" shall be entered on the shipping paper in association with the basic description when a package covered by the basic description is required to be labeled with a DANGEROUS WHEN WET label.

(1) This requirement does not apply prior to July 1, 1981.

(k) *Poisonous materials.* Notwithstanding the class to which a material is assigned—

(1) If the name of the compound or principal constituent that causes a material to meet the definition of a poison (according to this subchapter) is not included in the proper shipping name for the material, the name of that compound or constituent shall be entered on the shipping paper in association with the shipping description for the material. The name of the compound or principal constituent may be either a technical name or any name for the material that is listed in the NIOSH Registry. This subparagraph does not apply to—

(i) A material having a proper shipping name that includes the chemical element or group which causes the material to be a poison.

(ii) Limited Quantities.

(2) If a liquid or solid material in a package meets the definition of a poison according to this subchapter, and the fact that it is a poison is not disclosed in the shipping name or class entry, the word "Poison" shall be entered on the shipping paper in association with the shipping description.

(3) The provisions of paragraphs (k) (1) and (2) of this section do not apply—

(i) To consumer commodities, ORM-D, or

(ii) To compounds or principal constituents that would cause death by corrosive destruction to tissue rather than by systemic poisoning.

(iii) Prior to July 1, 1981.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808)

[Amdt. 172-29A, 41 FR 40677, Sept. 20, 1976, as amended by Amdt. 172-29B, 41 FR 57067, Dec. 30, 1976; Amdt. 172-41, 43 FR 10918, Mar. 16, 1978; Amdt. 172-45, 43 FR 39791, Sept. 7, 1978]

NOTE: For amendments to § 172.203, see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

EFFECTIVE DATE NOTE: At 45 FR 62081, Sept. 18, 1980, § 172.203(f) was revised, effective July 1, 1983. For the convenience of the user the new text appears below.

§ 172.203 Additional description requirements.

* * * * *

(f) *Transportation by air.* When a package containing a hazardous material is offered for transportation by air and this subchapter prohibits its transportation aboard passenger-carrying aircraft, the words "Cargo aircraft only" must be entered after the basic description. However, until July 1, 1983, the words "Cargo-only aircraft" may be used.

the waters of the contiguous zone, with or without a warrant arrest any person who in his presence or view violates a provision of section 311 of the Act or any regulation issued thereunder, and execute any warrant or other process issued by an officer or court of competent jurisdiction, as prescribed in section 311(m) of the Act.

(b) The Chief, Office of Marine Environment and Systems, is delegated authority to—

(1) Carry out, in coastal waters, the functions contained in section 311(d) of the Act which are, whenever a marine disaster has created a substantial threat of a pollution hazard from a vessel, to coordinate and direct all public and private efforts directed at the removal or elimination of that threat, and to summarily remove and if necessary destroy that vessel;

(2) Authorize for each discharge of oil or hazardous substance an expenditure in excess of $1,000,000 from the Pollution Fund for costs allowed in § 153.407; and

(3) Determine an imminent and substantial threat to the public health or welfare of the United States because of an actual or threatened discharge of oil or hazardous substance into or upon the navigable waters of the United States from aircraft, motor vehicles, rolling stock, or pipeline system, and through the Chief Counsel secure the relief necessary to abate that actual or threatened discharge through the United States Attorney of the district in which the threat occurs, as prescribed in section 311(e) of the Act.

(c) Each Coast Guard official predesignated as On-Scene Coordinator by the applicable Regional Contingency Plan is delegated authority, pursuant to section 311(c)(1) of the Act, to remove or arrange for the removal of any oil or hazardous substance discharged into or upon the navigable waters of the United States, adjoining shorelines, or into or upon the waters of the contiguous zone, unless he determines that the removal is being done properly by the owner of the vessel or facility from which the discharge occurs.

§ 153.107 Redelegation.

Except for the authority granted in § 153.105(a)(5), (b)(3), and (c), each Coast Guard officer to whom authority is granted in § 153.105 may redelegate and authorize successive redelegations of that authority within the command under his jurisdiction, or to members of his staff.

Subpart B—Notice of the Discharge of Oil or a Hazardous Substance

§ 153.201 Purpose.

The purpose of this subpart is to prescribe the manner in which the notice required in section 311(b)(5) of the Act is to be given and to list the government officials to receive that notice.

§ 153.203 Procedure for the notice of discharge.

(a) Before January 1, 1977, any person in charge of a vessel or an onshore or offshore facility shall, as soon as he has knowledge of any discharge of oil or a hazardous substance from that vessel or facility in violation of section 311(b)(3) of the Act, immediately notify by telephone, radio telecommunication, or a similar means of rapid communication, one of the following persons:

(1) Duty Officer, National Response Center, U.S. Coast Guard, 400 Seventh Street, SW, Washington, D.C. 20590, toll free telephone number 800-424-8802.

(2) The government official predesignated in the applicable Regional Contingency Plan as the On-Scene Coordinator for the geographic area in which the discharge occurs.

NOTE: Regional Contingency Plans are available at Coast Guard District Offices and Environmental Protection Agency (EPA) Regional Offices, as indicated in Table 2. Coast Guard District Office and EPA Regional Office addresses are listed in Table 1.

(3) Commanding Officer or Officer-in-Charge of any Coast Guard unit in the vicinity of the discharge, or in the case of a discharge into the Panama Canal Zone, the Marine Traffic Control in Cristobal or Balboa

(4) Commander of the Coast Guard district in which the discharge occurs.

NOTE: Coast Guard Districts and corresponding states may be found in Part 3 of this Chapter.

(b) After December 31, 1976, any person in charge of a vessel or an onshore or offshore facility shall, as soon as he has knowledge of any discharge of oil or a hazardous substance from that vessel or facility in violation of section 311(b)(3) of the Act, immediately notify by telephone, radio telecommunication, or a similar means of rapid communication the official designated in paragraph (a)(1) of this section, except as prescribed in paragraph (c) and (d) of this section.

(c) If after December 31, 1976, to give notice as prescribed in paragraph (b) of this section is impractical, notice may be given to the officials listed in paragraphs (a)(2) through (a)(4) of this section in order of priority.

(d) After December 31, 1976 any person in charge of a vessel or an onshore or offshore facility shall, as soon as he has knowledge of any discharge of oil or a hazardous substance occurring in Alaska or Hawaii from that vessel or facility in violation of section 311(b)(3) of the Act, immediately notify by telephone, radio telecommunications, or a similar means of rapid communications any of the officials listed in paragraphs (a)(2) through (a)(4) of this section.

§ 153.205 Fines.

Section 311(b)(5) of the Act prescribes that any person who fails to notify the appropriate agency of the United States Government immediately of a discharge is, upon conviction, subject to a fine of not more than $10,000, or to imprisonment of not more than one year, or both.

TABLE 1—ADDRESSES AND TELEPHONE NUMBERS OF COAST GUARD DISTRICT OFFICES AND EPA REGIONAL OFFICES

	Address	Telephone
EPA REGIONAL OFFICES		
Region I	Room 2101 John F. Kennedy Federal Bldg., Boston, Mass. 02203	617-223-7265
	Room 908, 26 Federal Plaza, New York, N.Y. 10007	212-264-2515
III	Curtis Bldg., 6th and Walnut Sts., Philadelphia, Pa. 19106	215-597-9898
IV	1421 Peachtree St., NE., Atlanta, Ga. 30309	404-526-5062
V	230 S. Dearborn Ave., Chicago, Ill. 60604	312-896-7591
VI	Suite 1600, 1600 Patterson St., Dallas, Tex. 75201	214-749-3840
VII	1735 Baltimore Ave., Kansas City, Mo. 64108	816-374-3778
VIII	Suite 900, 1860 Lincoln St., Denver, Colo. 80203	303-837-3880
IX	100 California St., San Francisco, Calif. 94111	415-556-6254
X	1200 6th Ave., Seattle, Wash. 98101	206-442-1200
COAST GUARD DISTRICT OFFICES		
District		
1st	150 Causeway St., Boston, Mass. 02114	617-223-3644
2d	Federal Bldg., 1520 Market St., St. Louis, Mo. 63103	314-622-4514
3d	Governors Island, New York, N.Y. 10004	212-264-4800
5th	Federal Bldg., 431 Crawford St., Portsmouth, Va. 23705	703-393-9611
7th	Room 1018, Federal Bldg., 51 Southwest 1st. Ave., Miami, Fla. 33130	305-350-5611
8th	Customhouse, New Orleans, La. 70130	504-527-6225
9th	1240 East 9th St., Cleveland, Ohio 44199	216-522-3982
11th	Heartwell Bldg., 19 Pine Ave., Long Beach, Calif. 90802	213-590-2211
12th	630 Sansome St., San Francisco, Calif. 94126	415-556-5500
13th	618 2nd Ave., Seattle, Wash. 98104	206-524-2902
14th	677 Ala Moana Blvd., Honolulu, Hawaii 96813	808-546-7109
17th	P.O. Box 3-5000, Juneau, Alaska 99801	907-586-7340

TABLE 2—STANDARD ADMINISTRATIVE REGIONS OF STATES AND CORRESPONDING COAST GUARD DISTRICTS AND EPA REGIONS

States and EPA region	Coast Guard district
Region I	
Maine	1
New Hampshire	1
Vermont	1
Massachusetts	1
Connecticut	1
Rhode Island	1
Region II	
New York	3
Canal Zone	7
Other U.S. areas	2
New Jersey	3
Puerto Rico	7
Virgin Islands	7
Region III	

TABLE 2—STANDARD ADMINISTRATIVE REGIONS OF STATES AND CORRESPONDING COAST GUARD DISTRICTS AND EPA REGIONS—Continued

States and EPA region	Coast Guard district
Region III	
Pennsylvania	
East coast	3
Lakeside	9
Maryland	5
Delaware	3
West Virginia	2
Virginia	5
District of Columbia	5
Region IV	
Kentucky	2
Tennessee	2
North Carolina	5
South Carolina	7
Georgia	7
Florida	7
Atlantic and Gulf coasts	7
Panhandle	8
Alabama	8
Mississippi	8
Canal Zone	7
Region V	
Minnesota	9
Wisconsin	9
Michigan	9
Illinois	9
Indiana	9
Ohio	9
Region VI	
New Mexico	8
Texas	8
Oklahoma	8
Arkansas	8
Louisiana	8
Region VII	
Nebraska	8
Iowa	8
Kansas	8
Missouri	8
Region VIII	
Montana	13
Wyoming	8
Utah	12
Colorado	8
North Dakota	8
South Dakota	8
Region IX	
California	
Northern	12
Southern	11
Nevada	12
Arizona	11
Hawaii	14
Guam	14
American Samoa	14
Trust Territories of the Pacific	14
Region X	
Washington	13
Oregon	13
Idaho	13
Alaska	17

[illegible]

Subpart C—Removal of Discharged Oil

§ 153.301 Purpose.

The purpose of this subpart is to prescribe methods and procedures to be used to remove discharges of oil from coastal waters.

§ 153.303 Applicability.

The provisions of this subpart apply to any owner or operator of a vessel or onshore or offshore facility from which a discharge of oil into coastal waters occurs who acts to remove or arranges for the removal of such discharges.

§ 153.305 Methods and procedures for the removal of discharged oil.

Each person who removes or arranges for the removal of a discharge of oil from coastal waters shall:

(a) Use to the maximum extent possible mechanical methods and sorbents that—

(1) Most effectively expedite removal of the discharged oil; and

(2) Minimize secondary pollution from the removal operations;

NOTE: The Federal OSC is authorized by the provisions of the National Contingency Plan to require or deny the use of specific mechanical methods and sorbents. Sorbent selection considerations of the OSC include hydrographic and meteorological conditions, characteristics of the sorbent, and availability of a mechanical method for containment and recovery.

(b) Control the source of discharge, prevent further discharges, and halt or slow the spread of the discharge by mechanical methods or sorbents or both to the maximum extent possible;

(c) Recover the discharged oil from the water or adjoining shorelines by mechanical or manual methods or both to the maximum extent possible;

(d) Use chemical agents only in accordance with the provisions of Annex X of the National Contingency Plan and with the prior approval of the Federal OSC; and

(e) Dispose of recovered oil and oil contaminated materials in accordance with applicable State and local government procedures.

§ 153.307 Penalties.

Section 311(j)(2) of the Act prescribes that any person who fails or refuses to comply with the provisions of this subpart is liable to a civil penalty of not more than $5,000.

Subpart D—Administration of the Pollution Fund

§ 153.401 Purpose.

This subpart prescribes policies, procedures, and reporting requirements for the payment from and deposit into the Fund established pursuant to section 311(k) of the Act.

§ 153.403 Applicability.

The provisions of this subpart apply to—

(a) Each Federal and State agency that desires reimbursement from the Fund for costs incurred during a removal activity; and

(b) The owner or operator of the vessel or onshore or offshore facility from which a discharge occurs that requires Federal removal activity.

§ 153.405 Liability to the pollution fund.

The owner or operator of the vessel or onshore or offshore facility from which a discharge occurs that requires Federal removal activity is liable to the pollution fund for the actual costs of Federal and State agencies, including the employment and use of personnel and equipment, not to exceed the limits established by sections 311(f) and (g) of the Act.

§ 153.407 Payments or reimbursement from the pollution fund.

(a) The following costs incurred during performance of a Phase III or IV activity, defined by the National Contingency Plan, as authorized by the appropriate OSC under the authority of section 311(c) of the Act and of the provisions of the National Contingency Plan, or during the removal or elimination of threats of pollution hazards from discharges, or imminent discharges, of oil or hazardous substances, and the removal and destruction of vessels, as authorized by the appropriate AC under the authority of section 311(d) of the Act are reimbursable to Federal and State agencies:

(1) Costs found to be reasonable by the Coast Guard incurred by government industrial type facilities, including charges for overhead in accordance with the agency's industrial accounting system.

(2) Actual costs for which an agency is required or authorized by any law to obtain full reimbursement.

(3) Costs found to be reasonable by the Coast Guard incurred as a result of removal activity that are not ordinarily funded by an agency's regular appropriations and that are not incurred during normal operations. These costs include, but are not limited to, the following:

(i) Travel (transportation and per diem) specifically requested of the agency by the On-Scene Coordinator.

(ii) Overtime for civilian personnel specifically requested of the agency by the On-Scene Coordinator.

(iii) Incremental operating costs for vessels, aircraft, vehicles, and equipment incurred in connection with the removal activity.

(iv) Supplies, materials, and equipment procured for the specific removal activity and fully expended during the removal activity.

(v) Lease or rental of equipment for the specific removal activity.

(vi) Contract costs for the specific removal activity.

(4) Claims payable under Part 25, Subpart J of this title.

(b) The District Commander may authorize the direct payment of the costs found to be reasonable under paragraph (a)(3) of this section.

(c) The Pollution Fund is not available to pay any foreign, Federal, State or local government or agency for the payment or reimbursement of its costs incurred in the removal of oil or hazardous substances discharged from a vessel or facility that it owns or operates.

NOTE: Federal procurement procedures governing contracts to purchase property and services apply to costs incurred as a

K Walker

30

FLAMMABLE AND COMBUSTIBLE LIQUIDS CODE 1977



Copyright © 1977
All Rights Reserved

NATIONAL FIRE PROTECTION ASSOCIATION
470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210

10M-10-78-FP(7.5M)
Printed in U.S.A.

NOTICE

All questions or other communications relating to this document should be sent only to NFPA Headquarters, addressed to the attention of the Committee responsible for the document.

For information on obtaining Formal Interpretations of the document, proposing Tentative Interim Amendments, proposing amendments for Committee consideration, and appeals on matters relating to the content of the document, write to the Assistant Vice President–Standards, National Fire Protection Association, 470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210.

Licensing Provision — This document is copyrighted by the National Fire Protection Association (NFPA).

1. Adoption by Reference — Public authorities and others are urged to reference this document in laws, ordinances, regulations, administrative orders or similar instruments. Any deletions, additions and changes desired by the adopting authority must be noted separately. Those using this method are requested to notify the NFPA (Attention: Assistant Vice President — Standards) in writing of such use. The term "adoption by reference" means the citing of title and publishing information only.

2. Adoption by Transcription — **A.** Public authorities with law-making or rule-making powers only, upon written notice to the NFPA (Attention: Assistant Vice President — Standards), will be granted a royalty-free license to print and republish this document in whole or in part, with changes and additions, if any, noted separately, in laws, ordinances, regulations, administrative orders or similar instruments having the force of law, provided that: (1) due notice of NFPA's copyright is contained in each law and in each copy thereof; and, (2) that such printing and republication is limited to numbers sufficient to satisfy the jurisdiction's law-making or rule-making process. **B.** Public authorities with advisory functions and all others desiring permission to reproduce this document or its contents in whole or in part in any form shall consult the NFPA.

All other rights, including the right to vend, are retained by NFPA.

(For further explanation, see the Policy Concerning the Adoption, Printing and Publication of NFPA Documents which is available upon request from the NFPA.)

Statement on NFPA Procedures

This material has been developed under the published procedures of the National Fire Protection Association, which are designed to assure the appointment of technically competent Committees having balanced representation. While these procedures assure the highest degree of care, neither the National Fire Protection Association, its members, nor those participating in its activities accepts any liability resulting from compliance or noncompliance with the provisions given herein, for any restrictions imposed on materials or processes, or for the completeness of the text.

NFPA has no power or authority to police or enforce compliance with the contents of this document and any certification of products stating compliance with requirements of this document is made at the peril of the certifier.

See Official NFPA Definitions at the back of this pamphlet.

SC-AM-78

Flammable and Combustible Liquids Code

NFPA 30 — 1977

1977 Edition of NFPA 30

This 1977 edition of the Flammable and Combustible Liquids Code supersedes the 1976 edition and all previous editions. This Code was prepared by the Sectional Committee on General Storage of Flammable Liquids, approved by the NFPA Flammable Liquids Correlating Committee, and adopted by the National Fire Protection Association at its meeting, November 14–17, in Atlanta, Georgia.

The major changes in this edition are to Chapter 4, Container and Portable Tank Storage, along with explanatory new Appendixes D and E which relate to the new provisions of Chapter 4. Also new definitions related to terms being used in Chapter 4 have been added to the Definitions section. Seven other relatively minor changes were made to other chapters in the Code.

All changes or revisions are indicated by a vertical line at the side of the new or revised material.

Origin and Development of NFPA 30

From 1913 to 1957 this standard was written in the form of a municipal ordinance known as the Suggested Ordinance for the Storage, Handling and Use of Flammable Liquids. In 1957 the format was changed from a municipal ordinance to a Code although the technical provisions were retained. During the 64-year existence of this suggested ordinance and Code, numerous editions have been published as conditions and experiences have dictated; for details see NFPA Technical Committee Reports.

Committee on Flammable Liquids

Correlating Committee

Paul C. Lamb, *Chairman*
140 Dwight Place, Englewood, NJ 07631

Miles E. Woodworth,† *Secretary*
National Fire Protection Association, 470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210

G. E. Cain, Manufacturing Chemists' Assn., Inc.
Donald M. Johnson, Western Oil & Gas Assn.
F. O. Kublas, Glidden-Durkee, Div. of SCM Corp.
W. J. Smith, Underwriters Laboratories Inc.
E. C. Sommer, American Petroleum Institute

Nonvoting

Dr. Ing. Gert Magnus,
Mannheim, Germany

†Nonvoting

Sectional Committee on General Storage of Flammable Liquids

E. C. Sommer, *Chairman*
Exxon Research & Engineering Co., P.O. Box 101, Florham Park, NJ 07932
(rep. American Petroleum Institute)

Miles E. Woodworth,† *Secretary*
National Fire Protection Association, 470 Atlantic Avenue, Boston, MA 02210

Charles D. Adcock, Manufacturing Chemists' Assn.
W. K. Aldridge, Fire Marshals Assn. of North America
Wayne E. Ault, Rolf Jensen & Associates, Inc.
G. A. Banfield, Distilled Spirits Council of the U.S., Inc.
W. C. Bluhm, American Petroleum Institute
W. L. Brundrett, Edison Electric Institute
J. A. Cedervall, Underwriters Laboratories Inc.
Edward W. Cooke, Fred S. James & Co.
J. D. Coons, Factory Mutuals
John R. Doggett,* American Warehousemen's Assn.
W. H. Doyle, Simsbury, CT
H. M. Faulconer, American Petroleum Institute
Chief Herb Fothergill, Int'l Assn. of Fire Chiefs
Duncan Glab, Steel Tank Institute
Pat Griffin, Pat Griffin Co.
Donald L. Herman, Manufacturing Chemists' Assn.
Chief Earl Hood, Int'l. Assn. of Fire Chiefs
Donald M. Johnson, Western Oil & Gas Assn.
O. W. Johnson, Palo Alto, CA
E. Kiefer, Insurance Services of Oklahoma
W. D. Malmstedt, American Insurance Association
P. A. Manklu, Gasoline Pump Mfg. Assn.
Capt. Thomas W. McDonald, Fire Marshals Assn. of North America
G. J. Rosicky, NFPA Industrial Fire Protection Section
Jack C. Sanders, Fire Marshals Assn. of North America
Leon C. Schaller, Nat'l Paint & Coatings Assn.
R. I. Spencer, Industrial Risk Insurers
R. D. Stalker, NFPA Industrial Fire Protection Section
H. E. Thompson, Hiram Walker & Sons, Ltd.
W. Van Arnum, New Jersey Dept. of Labor & Industry
H. S. Wass, Jr., Improved Risk Mutuals

Alternates

John B. Ferguson, Occupational Safety & Health Administration (Alternate to M. B. Moore)
J. D. Manney, American Petroleum Institute (Alternate)
W. S. Marsh, Factory Mutual Research Corp. (Alternate to J. D. Coons)
H. S. Robinson, Industrial Risk Insurers (Alternate to R. I. Spencer)
Thomas Shand, Insurance Services Office (Alternate to E. Kiefer)
Richard Southers, American Petroleum Institute (Alternate to H. M. Faulconer)

Nonvoting

Michael B. Moore, Occupational Safety & Health Admin.

†Nonvoting

*Vote limited to Chapter 4 on NFPA 30

This list represents the membership at the time the Committee was balloted on the text of this edition. Since that time, changes in the membership may have occurred.

Foreword

This standard, known as the Flammable and Combustible Liquids Code, is recommended for use as the basis of legal regulations. Its provisions are intended to reduce the hazard to a degree consistent with reasonable public safety, without undue interference with public convenience and necessity which requires the use of flammable and combustible liquids. Thus compliance with this standard does not eliminate all hazard in the use of flammable and combustible liquids.

Contents

Chapter 1 General Provisions

1–1 Scope and Application 30– 7
1–2 Definitions 30– 9
1–3 Storage 30– 15
1–4 Pressure Vessel 30– 15
1–5 Exits 30– 15

Chapter 2 Tank Storage

2–1 Design and Construction of Tanks 30– 16
2–2 Installation of Outside Aboveground Tanks . . 30– 18
2–3 Installation of Underground Tanks 30– 34
2–4 Installation of Tanks Inside of Buildings 30– 38
2–5 Supports, Foundations and Anchorage for All Tank Locations. 30– 39
2–6 Sources of Ignition 30– 40
2–7 Testing 30– 41
2–8 Fire Protection and Identification 30– 41
2–9 Prevention of Overfilling of Tanks 30– 42

Chapter 3 Piping, Valves and Fittings

3–1 General 30– 43
3–2 Materials for Piping, Valves and Fittings 30– 43
3–3 Pipe Joints 30– 44
3–4 Supports 30– 45
3–5 Protection Against Corrosion 30– 45
3–6 Valves 30– 45
3–7 Testing 30– 45

Chapter 4 Container and Portable Tank Storage

4–1 Scope 30– 46
4–2 Design, Construction, and Capacity of Containers 30– 46
4–3 Design, Construction, and Capacity of Storage Cabinets 30– 48

4–4 Design, Construction and Operation of Separate Inside Storage Areas 30– 48
4–5 Indoor Storage 30– 53
4–6 Protection Requirements for Protected Storage of Liquids 30– 59
4–7 Fire Control 30– 62
4–8 Outdoor Storage 30– 64

Chapter 5 Industrial Plants

5–1 Scope 30– 66
5–2 Incidental Storage or Use of Liquids 30– 66
5–3 Unit Physical Operations. 30– 67
5–4 Tank Vehicle and Tank Car Loading and Unloading 30– 69
5–5 Fire Control 30– 69
5–6 Sources of Ignition 30– 70
5–7 Electrical Equipment 30– 70
5–8 Repairs to Equipment 30– 71
5–9 Housekeeping 30– 71

Chapter 6 Bulk Plants

6–1 Storage 30– 75
6–2 Buildings 30– 75
6–3 Loading and Unloading Facilities 30– 76
6–4 Wharves 30– 78
6–5 Electrical Equipment 30– 80
6–6 Sources of Ignition 30– 84
6–7 Drainage and Waste Disposal 30– 84
6–8 Fire Control 30– 84

Chapter 7 Service Stations

7–1 Scope 30– 85
7–2 Storage 30– 85
7–3 Piping, Valves and Fittings 30– 87
7–4 Fuel Dispensing System 30– 88

7–5 Electrical Equipment 30– 91
7–6 Heating Equipment 30– 95
7–7 Operational Requirements 30– 96
7–8 Sources of Ignition 30– 99
7–9 Fire Control 30– 99

Chapter 8 Processing Plants

8–1 Scope 30–100
8–2 Location 30–100
8–3 Processing Building 30–101
8–4 Liquid Handling 30–102
8–5 Tank Vehicle and Tank Car Loading and Unloading 30–104
8–6 Fire Control 30–104
8–7 Sources of Ignition 30–105
8–8 Housekeeping 30–109

Chapter 9 Refineries, Chemical Plants and Distilleries

9–1 Storage 30–110
9–2 Wharves 30–110
9–3 Location of Process Units 30–110
9–4 Fire Control 30–110

Appendix A 30–111

Appendix B 30–117

Appendix C 30–121

Appendix D 30–123

Appendix E 30–131

Flammable and Combustible Liquids Code

NFPA 30 — 1977

Chapter 1 General Provisions

1-1 Scope and Application.

1-1.1 This Code applies to all flammable and combustible liquids except those that are solid at 100° F or above.

1-1.2 Requirements for the safe storage and use of the great variety of flammable and combustible liquids commonly available depend primarily on their fire characteristics, particularly the flash point, which is the basis for the several classifications of liquids as defined in 1-2. It should be noted that the classification of a liquid can be changed by contamination. For example, filling a Class II liquid into a tank which last contained a Class I liquid can alter its classification, as can exposing a Class II liquid to the vapors of a Class I liquid via an interconnecting vapor line (*see 2-2.6.4 and 2-3.5.6*). Care shall be exercised in such cases to apply the requirements appropriate to the actual classification.

1-1.3 The volatility of liquids is increased by heating. When Class II or Class III liquids are heated above their flash points, ventilation and electrical classification may be necessary in the immediate area. However, the vapors from such heated liquids cool rapidly in the air, limiting the concern to that space in which the temperature of the vapors remains above the flash point of the liquid.

1-1.4 Additional requirements may be necessary for the safe storage and use of liquids which have unusual burning characteristics, which are subject to self-ignition when exposed to the air, which are highly reactive with other substances, which are subject to explosive decomposition, or have other special properties which dictate safeguards over and above those specified for a normal liquid of similar flash point classification.

1-1.5 In particular installations the provisions of this code may be altered at the discretion of the authority having jurisdiction after consideration of the special features such as topographical conditions, barricades, walls, adequacy of building exits, nature of occu-

Table 2-1

Stable Liquids (Operating Pressure 2.5 psig or Less)

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way and Shall Be Not Less Than 5 Feet	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property and Shall Be Not Less Than 5 Feet
Floating Roof [See 2-2.1.1(a)]	Protection for Exposures*	½ times diameter of tank	⅙ times diameter of tank
	None	Diameter of tank but need not exceed 175 feet	⅙ times diameter of tank
Vertical with Weak Roof to Shell Seam (See 2-2.1.1)	Approved foam or inerting system on tanks not exceeding 150 feet in diameter**	½ times diameter of tank	⅙ times diameter of tank
	Protection for Exposures*	Diameter of tank	⅓ times diameter of tank
	None	2 times diameter of tank but need not exceed 350 feet	⅓ times diameter of tank
Horizontal and Vertical with Emergency Relief Venting To Limit Pressures to 2.5 psig	Approved inerting system on the tank or approved foam system on vertical tanks	½ times Table 2-6	½ times Table 2-6
	Protection for Exposures*	Table 2-6	Table 2-6
	None	2 times Table 2-6	Table 2-6

*See definition for "Protection for Exposures."

**For tanks over 150 ft. in diameter use "Protection for Exposures" or "None" as applicable.

Table 2-2

Stable Liquids (Operating Pressure Greater Than 2.5 psig)

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
Any Type	Protection for Exposures*	1½ times Table 2-6 but shall not be less than 25 feet	1½ times Table 2-6 but shall not be less than 25 feet
	None	3 times Table 2-6 but shall not be less than 50 feet	1½ times Table 2-6 but shall not be less than 25 feet

*See Definition for "Protection for Exposures."

Table 2-3

Boil-over Liquids

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way and Shall Be Not Less Than 5 Feet	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property and Shall Be Not Less Than 5 Feet
Floating Roof [See 2-2.1.1(a)]	Protection for Exposures*	½ times diameter of tank	⅙ times diameter of tank
	None	Diameter of tank	⅙ times diameter of tank
Fixed Roof [See 2-2.1.4(a)]	Approved foam or inerting system	Diameter of tank	⅓ times diameter of tank
	Protection for Exposures*	2 times diameter of tank	⅔ times diameter of tank
	None	4 times diameter of tank but need not exceed 350 feet	⅔ times diameter of tank

*See definition for "Protection for Exposures."

Table 2-4 Unstable Liquids

Type of Tank	Protection	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
Horizontal and Vertical Tanks with Emergency Relief Venting to Permit Pressure Not in Excess of 2.5 psig	Tank protected with any one of the following: Approved water spray, Approved inerting, Approved insulation and refrigeration, Approved barricade	Table 2-6 but not less than 25 feet	Not less than 25 feet
	Protection for Exposures*	2½ times Table 2-6 but not less than 50 feet	Not less than 50 feet
	None	5 times Table 2-6 but not less than 100 feet	Not less than 100 feet
Horizontal and Vertical Tanks with Emergency Relief Venting to Permit Pressure Over 2.5 psig	Tank protected with any one of the following: Approved water spray, Approved inerting, Approved insulation and refrigeration, Approved barricade	2 times Table 2-6 but not less than 50 feet	Not less than 50 feet
	Protection for Exposures*	4 times Table 2-6 but not less than 100 feet	Not less than 100 feet
	None	8 times Table 2-6 but not less than 150 feet	Not less than 150 feet

*See definition for "Protection for Exposures."

Table 2-5 Class IIIB Liquids

Capacity Gallons	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
12,000 or less	5	5
12,001 to 30,000	10	5
30,001 to 50,000	10	10
50,001 to 100,000	15	10
100,001 or more	15	15

Table 2-6

Reference Table for Use in Tables 2-1 to 2-4

Capacity Tank Gallons	Minimum Distance in Feet from Property Line Which Is or Can Be Built Upon, Including the Opposite Side of a Public Way	Minimum Distance in Feet from Nearest Side of Any Public Way or from Nearest Important Building on the Same Property
275 or less	5	5
276 to 750	10	5
751 to 12,000	15	5
12,001 to 30,000	20	5
30,001 to 50,000	30	10
50,001 to 100,000	50	15
100,001 to 500,000	80	25
500,001 to 1,000,000	100	35
1,000,001 to 2,000,000	135	45
2,000,001 to 3,000,000	165	55
3,000,001 or more	175	60

2-2.1.7 Where two tank properties of diverse ownership have a common boundary, the authority having jurisdiction may, with the written consent of the owners of the two properties, substitute the distances provided in 2-2.2.1 through 2-2.2.6 for the minimum distances set forth in 2-2.1.

2-2.1.8 Where end failure of horizontal pressure tanks and vessels can expose property, the tank shall be placed with the longitudinal axis parallel to the nearest important exposure.

STANDARD

Designation: 34/75

Replaces Method 4293 of Federal Test Method Standard No. 141A
British Standard 2839
American Association State Highway Transportation Standard AASHTO No. T73

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS
1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103
Reprinted from the Annual Book of ASTM Standards, Copyright ASTM
If not listed in the current combined index, will appear in the next edition.

Standard Test Methods for FLASH POINT BY PENSKY-MARTENS CLOSED TESTER[1]

This standard is issued under the fixed designation D 93; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. This is also a Standard of the Institute of Petroleum issued under the fixed designation IP 34. The final number indicates the year of last revision.

These methods were adopted as a joint ASTM-IP Standard in 1967.

1. Scope

1.1 These methods cover the determination of the flash point by Pensky-Martens closed-cup tester of fuel oils, lube oils, suspensions of solids, liquids that tend to form a surface film under test conditions, and other liquids. For the determination of the flash point of drying oils and solvent-type waxes refer to Note 1.

NOTE 1—The flash point of drying oils may be determined using ASTM Method D 1393, Test for Flash Point of Drying Oils,[2] and the flash point of solvent-type liquid waxes may be determined using Method D 1437, Test for Flash Point of Solvent-Type Liquid Waxes.[3]

NOTE 2—This method may be employed for the detection of contamination of lubricating oils by minor amounts of volatile materials.

NOTE 3—The U.S. Department of Transportation (OHMO)[4] and U.S. Department of Labor (OSHA) have established that liquids with a flash point under 100°F (37.8°C) are flammable as determined by this method for those liquids which have a viscosity of 5.8 cSt or more at 100°F (37.8°C) or 9.5 cSt or more at 25°C (77°F), or that contain suspended solids, or have a tendency to form a surface film while under test. Other classification flash points have been established by these departments for liquids using this test.

1.2 Liquids having viscosities less than 5.5 cSt at 40°C (104°F), do not contain suspended solids or do not have a tendency to form a surface film while under test should be tested in accordance with Method D 56.

1.3 This standard should be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions and should not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of a fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.

1.4 The values stated in inch-pound units shall be regarded as the standard.

2. Applicable Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 56 Test for Flash Point by Tag Closed Tester[5]

E 1 Specification for ASTM Thermometers[6]

E 134 Specification for Pensky-Martens Closed Flash Tester[7]

3. Summary of Methods

3.1 The sample is heated at a slow, constant rate with continual stirring. A small flame is directed into the cup at regular intervals with simultaneous interruption of stirring. The flash point is the lowest temperature at which application of the test flame causes the vapor above the sample to ignite.

---

[1] These methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants.

In the IP, these methods are under the jurisdiction of the Standardization Committee.

Current edition approved Aug. 29, 1980. Published October 1980. Originally published as D 93 - 21 T. Last previous edition D 93 - 79.

[2] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 29.

[3] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 30.

[4] For information concerning regulations of U. S. Department of Transportation see Codes of U. S. Regulations 49 CFR Chapter I and of U. S. Department of Labor see 29 CFR Chapter XVII. Each of these items is revised annually and may be procured from Superintendent of Documents, Government Printing Office, Washington, D. C. 20402.

[5] *Annual Book of ASTM Standards*, Parts 23 and 29.

[6] *Annual Book of ASTM Standards*, Parts 25 and 44.

[7] *Annual Book of ASTM Standards*, Parts 25 and 44.

4. Significance

4.1 Flash point measures the response of the sample to heat and flame under controlled laboratory conditions. It is only one of a number of properties which must be considered in assessing the overall flammability hazard of a material.

4.2 Flash point is used in shipping and safety regulations to define "flammable" and "combustible" materials. One should consult the particular regulation involved for precise definitions of these classes.

4.3 Flash point can indicate the possible presence of highly volatile and flammable materials in a relatively nonvolatile or nonflammable material. For example, an abnormally low flash point on a sample of kerosine may indicate gasoline contamination.

5. Definition

5.1 *flash point*—the lowest temperature of the sample, corrected to a barometric pressure of 101.3 kPa (760 mm Hg), at which application of a test flame causes the vapor of the sample to ignite under specified conditions of test.

5.1.1 The sample is deemed to have flashed when a large flame appears and instantaneously propagates itself over the surface of the sample.

5.1.2 Occasionally, particularly near the actual flash point, the application of the test flame will cause a halo or an enlarged flame; this is not a flash and should be ignored.

6. Apparatus

6.1 *Pensky-Martens Closed Flash Tester*, as described in Annex A1.

NOTE 4—There are automatic flash point testers available and in use which may be advantageous in that they save testing time, permit the use of smaller test specimens, and exhibit other factors which may merit their use. If automatic testers are used, the user must be sure that all of the manufacturer's instructions for calibrating, adjusting, and operating the instrument are followed. In any cases of dispute the flash point as determined manually shall be considered the reference test.

6.2 *Thermometers*—Two standard thermometers shall be used with the ASTM Pensky-Martens tester, as follows:

6.2.1 For tests in which the indicated reading falls within the limits 50 to 230°F (10 to 110°C), inclusive, an ASTM Pensky-Martens Flash Range or Tag Closed Tester Thermometer having a range from 20 to 230°F (−7 to +110°C) and conforming to the requirements for Thermometers 9F (9C) and as prescribed in ASTM Specification E 1 or IP Thermometer 15F (15C) conforming to specifications given in Annex A3, shall be used.

6.2.2 For tests in which the indicated reading falls within the limits 230 to 700°F (110 to 370°C), an ASTM Pensky-Martens High Range Thermometer having a range from 200 to 700°F (90 to 370°C) and conforming to the requirements for Thermometers 10F (10C) as prescribed in Specification E 1 or IP Thermometer 16F (16C) conforming to specifications given in Annex A3, shall be used.

7. Preparation of Apparatus

7.1 Support the tester on a level, steady table. Unless tests are made in a draft-free room or compartment, it is good practice, but not required, to surround the tester on three sides with a shield, each section of which is about 18 in. (450 mm) wide and 24 in. (600 mm) high.

8. Preparation of Sample

8.1 Samples of very viscous materials may be warmed until they are reasonably fluid before they are tested. However, no sample should be heated more than is absolutely necessary. It shall never be heated above a temperature of 30°F (17°C) below its expected flash point.

8.2 Samples containing dissolved or free water may be dehydrated with calcium chloride or by filtering through a qualitative filter paper or a loose plug of dry absorbent cotton. Warming the sample is permitted, but it shall not be heated for prolonged periods or above a temperature of 30°F (17°C) below its expected flash point.

8.3 Samples should not be stored in plastic (polyethylene, polypropylene, etc.) bottles, since volatile material may diffuse through the walls of the bottle.

NOTE 5—If the sample is suspected of containing volatile contaminants, the treatment described in 8.1 and 8.2 should be omitted.

METHOD A—BASIC PROCEDURE

9. Procedure

9.1 Thoroughly clean and dry all parts of the cup and its accessories before starting the test, being sure to remove any solvent which had been used to clean the apparatus. Fill the cup with the sample to be tested to the level indicated by the filling mark. Place the lid on the cup and set the latter in the stove. Be sure to have the locating or locking device properly engaged. Insert the thermometer. Light the test flame and adjust it to ⅛ in. (4 mm) in diameter. Supply the heat at such a rate that the temperature as indicated by the thermometer increases 9 to 11°F (5 to 6°C)/min. Turn the stirrer 90 to 120 rpm, stirring in a downward direction.

9.2 If the sample is known to have a flash point of 230°F (110°C) or below, apply the test flame when the temperature of the sample is from 30°F (17°C) to 50°F (28°C) below the expected flash point and thereafter at a temperature reading that is a multiple of 2°F (1°C). Apply the test flame by operating the mechanism on the cover which controls the shutter and test flame burner so that the flame is lowered into the vapor space of the cup in 0.5 s, left in its lowered position for 1 s, and quickly raised to its high position. Do not stir the sample while applying the test flame.

9.3 If the sample is known to have a flash point above 230°F (110°C) apply the test flame in the manner just described at each temperature that is a multiple of 5°F (2°C), beginning at a temperature of 30°F (17°C) to 50°F (28°C) below the expected flash point.

NOTE 6—When testing materials to determine if volatile contaminants are present, it is not necessary to adhere to the temperature limits for initial flame application as stated in 9.2 and 9.3.

9.4 Record as the observed flash point the temperature read on the thermometer at the time the test flame application causes a distinct flash in the interior of the cup. Do not confuse the true flash point with the bluish halo that sometimes surrounds the test flame at applications preceding the one that causes the actual flash.

METHOD B—DETERMINATION OF FLASH POINT OF SUSPENSIONS OF SOLIDS AND HIGHLY VISCOUS MATERIALS

10. Procedure

10.1 Bring the material to be tested and the tester to a temperature of 60 ± 10°F (15 ± 5°C) or 20°F (11°C) lower than the estimated flash point, whichever is lower. Turn the stirrer 250 ± 10 rpm, stirring in a downward direction. Raise the temperature throughout the duration of the test at a rate of not less than 2 nor more than 3°F (1 to 1.5°C)/min. With the exception of these requirements for rates of stirring and heating, proceed as prescribed in Section 9.

11. Calculation and Report

11.1 Observe and record the ambient barometric pressure (Note 7) at the time of the test. When the pressure differs from 760 mm Hg (101.3 kPa), correct the flash point as follows:

(*A*) Corrected flash point = $C + 0.25\ (101.3 - p)$

(*B*) Corrected flash point = $F + 0.06\ (760 - P)$

(*C*) Corrected flash point = $C + 0.033\ (760 - P)$

where:

F = observed flash points, °F,

C = observed flash point, °C

P = ambient barometric pressure, mm Hg, and

p = ambient barometric pressure, kPa.

NOTE 7—The barometric pressure used in this calculation must be the ambient pressure for the laboratory at the time of test. Many aneroid barometers, such as those used at weather stations and airports, are precorrected to give sea level readings. These must not be used.

11.2 Record the corrected flash point to the nearest 1°F (or 0.5°C).

11.3 Report the recorded flash point as the Pensky-Martens Closed Cup Flash Point ASTM D 93 - IP 34, of the sample tested.

12. Precision

12.1 *Method A*—The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95 % probability):

12.1.1 *Repeatability*—Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than the following amounts:

Material	Flash Point Range, °F (°C)	Repeatability, °F (°C)
Suspensions of solids	95 to 110 (35 to 43)	4 (2)
All others	220 (104) and under	4 (2)
	Above 220 (104)	10 (5.5)

12.1.2 *Reproducibility*—The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if the two results differ by more than the following amounts:

Material	Flash Point Range, °F (°C)	Reproducibility, °F (°C)
Suspensions of solids	95 to 110 (35 to 43)	6 (3.5)

Material	Flash Point Range, °F (°C)	Reproducibility, °F (°C)
...ers others	220 (104) and under	6 (3.5)
	Above 220 (104)	15 (8.5)

12.2 *Method B*—The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95% confidence) obtained on viscous or heavily pigmented (paint or varnish) materials on both, which tend to form a surface film.

12.2.1 *Repeatability*—The average of two tests by the same operator on the same day compared to the average of two tests on another day should be considered suspect if they differ by more than 9°F (5°C).

12.2.2 *Reproducibility*—The average of two tests by an operator on the same day compared to the average of two tests by another operator (or another laboratory) on any one day should be considered suspect if they differ by more than 18°F (10.0°C).

12.2.3 The definition of repeatability and reproducibility given here represents different parameters of the variance of the method; those given in 12.1 are derived from standards of ASTM Committee D-2 and the Institute of Petroleum, while those in 12.2 are from ASTM Committee D-1.

ANNEXES

A1. APPARATUS SPECIFICATIONS

A1.1 A typical assembly of the apparatus, gas heated, is shown in Fig. A1.1. The apparatus shall consist of a test cup, cover, and stove conforming to the following requirements:

A1.1.1 *Cup*—The cup shall be of brass, or other nonrusting metal of equivalent heat conductivity, and shall conform to the dimensional requirements in Fig. A1.2. The flange shall be equipped with devices for locating the position of the cup in the stove. A handle attached to the flange of the cup is a desirable accessory. The handle shall not be so heavy as to tip over the empty cup.

A1.1.2 *Cover:*

A1.1.2.1 *Cover Proper*—The cover shown in Fig. A1.3 shall be of brass (A1.1.1.1), and shall have a rim projecting downward almost to the flange of the cup. The rim shall fit the outside of the cup with a clearance not exceeding 0.014 in. (0.36 mm) on the diameter. There shall be a locating or locking device, or both, engaging with a corresponding device on the cup. The four openings in the cover, *A*, *B*, *C*, and *D*, are shown in Fig. A1.3. The upper edge of the cup shall be in close contact with the inner face of the cover throughout its circumference.

A1.1.2.2 *Shutter*—The cover shall be equipped with a brass (Section 3) shutter (Fig. A1.4), approximately ⅛ in. (2.4 mm) thick, operating on the plane of the upper surface of the cover. The shutter shall be so shaped and mounted that it rotates on the axis of the horizontal center of the cover between two stops so placed, that when in one extreme position, openings *A*, *B*, and *C* in the cover are completely closed and when in the other extreme position these openings are completely opened. The mechanism for operating the shutter should be of the spring type and so constructed so that when at rest the shutter shall cover the three openings. When operated to the other extreme, the three cover openings shall be fully open and the tip of the exposure tube shall be fully depressed.

A1.1.2.3 *Flame Exposure Device*—The flame-exposure device (Fig. A1.4) shall have a tip with an opening 0.027 to 0.031 in. (0.69 to 0.79 mm) in diameter. This tip shall be made preferably of stainless steel, although it may be fabricated of other suitable metals. The flame-exposure device shall be equipped with an operating mechanism which, when the shutter is in the "open" position, depresses the tip so that the center of the orifice is between the planes of the under and upper surfaces of the cover proper at a point on a radius passing through the center of the larger opening *A* (Fig. A1.3).

A1.2.4 *Pilot Flame*—A pilot flame shall be provided for automatic relighting of the exposure flame. A bead 5/32 in. (4 mm) in diameter may be mounted on the cover so that the size of the test flame can be regulated by comparison. The tip of the pilot flame shall have an opening the same size as the tip of the flame exposure device (0.027 to 0.031 in. (0.69 to 0.79 mm) in diameter).

A1.1.2.5 *Stirring Device*—The cover shall be equipped with a stirring device (Fig. A1.4) mounted in the center of the cover and carrying two 2-bladed metal propellers. A stirrer shaft may be coupled to the motor by a flexible shaft or a suitable arrangement of pulleys.

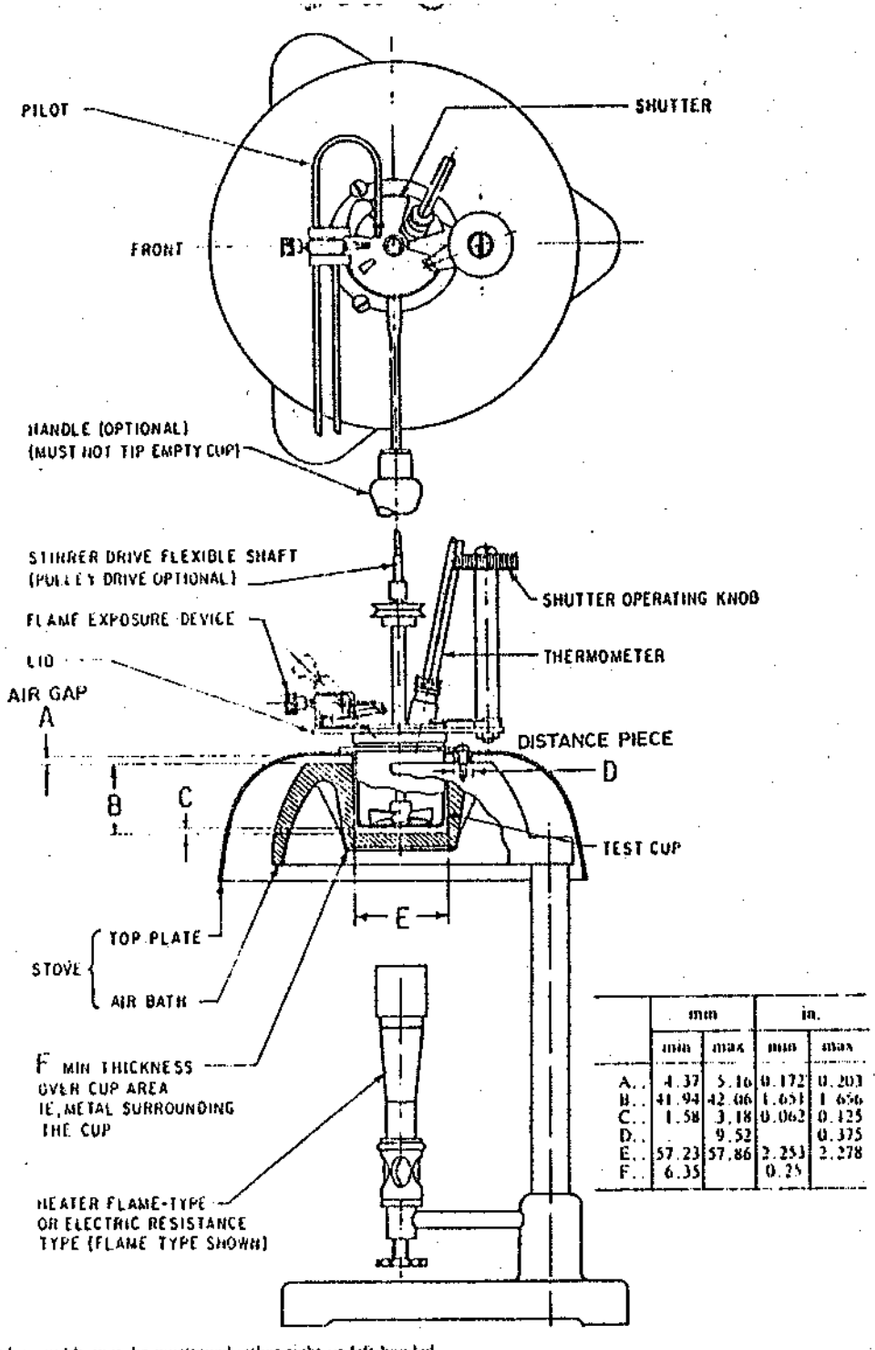
A1.1.3 *Stove*—Heat shall be supplied to the cup by means of a properly designed stove which is equivalent to an air bath. The stove shall consist of an air bath and a top plate on which the flange of the cup rests.

A1.1.3.1 *Air Bath*—The air bath shall have a cylindrical interior and shall conform to the dimensional requirements in Fig. A1.1. The air bath may be either a flame or electrically heated metal casting (Note A1.1), or an electric-resistance element (Note A1.2). In either case, the air bath must be suitable for use at the temperatures to which it will be subjected without deformation.

NOTE A1.1—If the heating element is a flame or electrically heated metal casting, it shall be so designed and used that the temperatures of the bottom and the walls are approximately the same. On this account it should be not less than ¼ in. (6.4 mm) in thickness. The casting shall be designed so that products of combustion of the flame cannot pass up and come into contact with the cup.

NOTE A1.2—If the air bath is of the electric resistance heated type, it shall be constructed so that all parts of the interior surface are heated uniformly. The wall and bottom of the air bath shall be not less than ¼ in. (6.4 mm) in thickness.

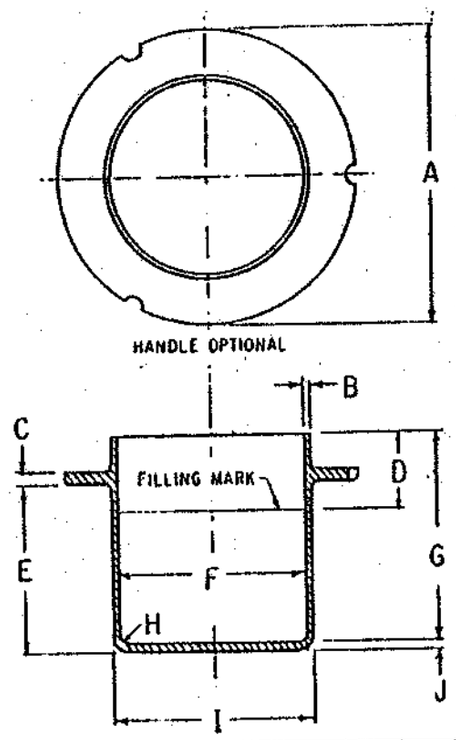
A1.1.3.2 *Top Plate*—The top plate shall be of metal, and shall be mounted with an air gap between it and the air bath. It may be attached to the air bath by means of three screws and spacing bushings. The bushings should be of proper thickness to define an air gap of 3/16 in. (4.8 mm), and they shall be not more than ⅜ in. (9.5 mm) in diameter.



	mm		in.	
	min	max	min	max
A	4.37	5.16	0.172	0.203
B	41.94	42.06	1.651	1.656
C	1.58	3.18	0.062	0.125
D		9.52		0.375
E	57.23	57.86	2.253	2.278
F	6.35		0.25	

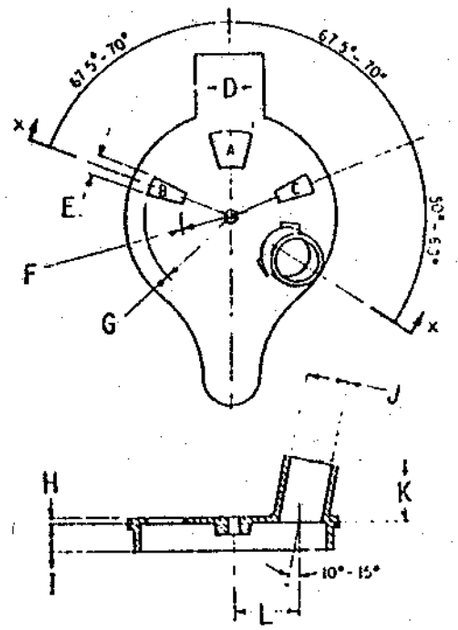
Lid assembly may be positioned either right or left-handed.

FIG. A1.1 Pensky-Martens Closed Flash Tester



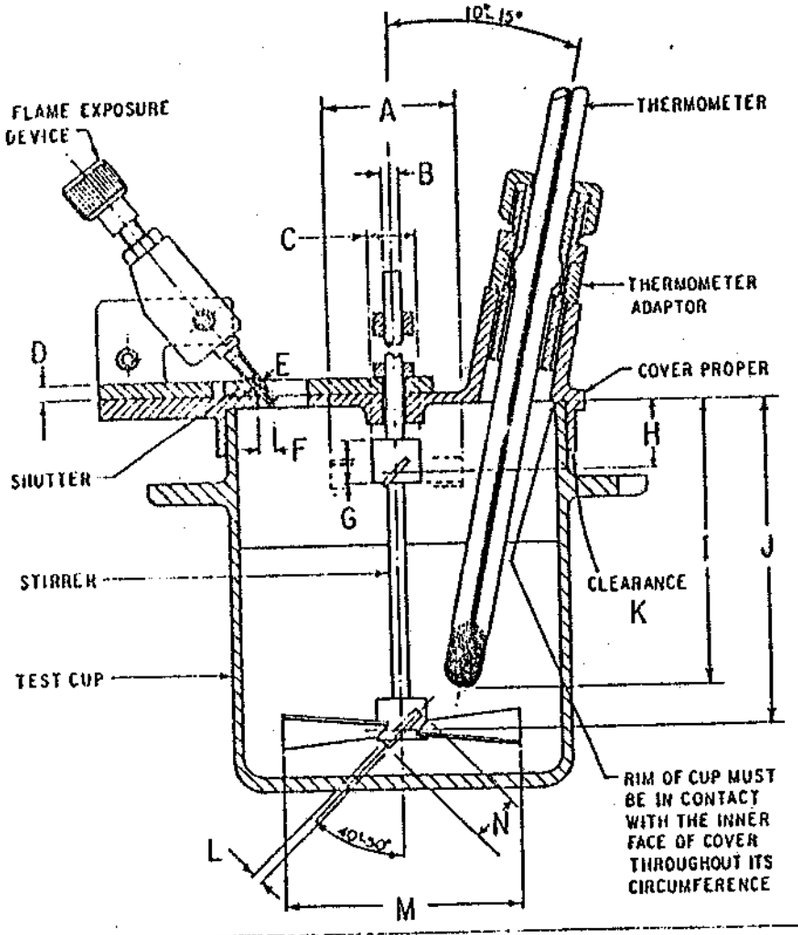
	mm		in.	
	min	max	min	max
A	79.0	79.8	3.11	3.14
B	1.0		0.04	
C	2.8	3.6	0.11	0.14
D	21.72	21.84	0.855	0.860
E	45.47	45.72	1.790	1.800
F	50.72	50.85	1.997	2.002
G	55.75	56.00	2.195	2.205
H	3.8	4.0	0.15	0.16
I	53.90	54.02	2.122	2.127
J	2.29	2.54	0.090	0.100

FIG. A1.2 Test Cup



	mm		in.	
	min	max	min	max
D	12.7	13.5	0.50	0.53
E	4.8	5.6	0.19	0.22
F	13.5	14.3	0.53	0.56
G	23.8	24.6	0.94	0.97
H	1.2	2.0	0.05	0.08
I	7.9		0.31	
J	12.27	12.32	0.483	0.485
K	16.38	16.64	0.645	0.655
L	18.65	19.45	0.734	0.766

FIG. A1.3 Cover Proper



	mm		in.	
	min	max	min	max
A	18.3	19.8	0.72	0.78
B	2.38	3.18	0.094	0.125
C	7.6	8.4	0.30	0.33
D	2.0	2.8	0.08	0.11
E	0.69	0.79	0.027	0.031
F	2.0	2.8	0.08	0.11
G	6.4	10.4	0.25	0.41
H	9.6	11.2	0.38	0.44
J*	43.0	46.0	1.69	1.81
J	50.0	51.6	1.97	2.03
K		0.36		0.014
L	1.22	2.06	0.048	0.08
M	41.8	44.4	1.25	1.75
N	7.6	8.4	0.30	0.33

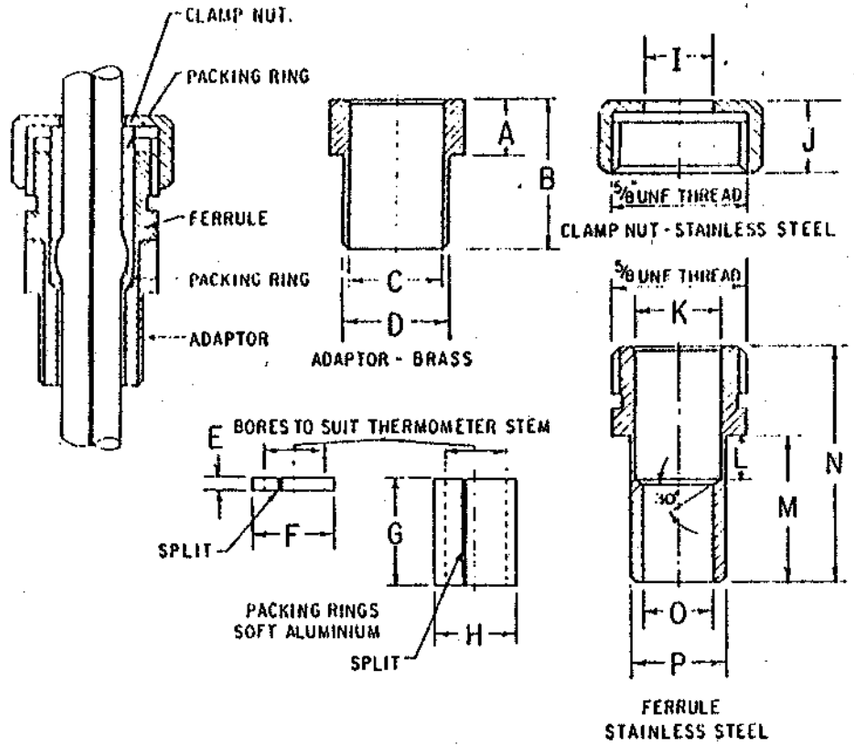
* Includes tolerance for length of thermometer given in Specification E 1.

FIG. A1.4 Test Cup and Cover Assembly

A2. MANUFACTURING STANDARDIZATION OF THERMOMETER AND FERRULE

A2.1 The low-range thermometer, which conforms also to the specification for the cup thermometer in the Tag closed tester (Method D 56) and which frequently is fitted with a metal ferrule intended to fit the collar on the cover of the Tag flash tester, can be supplemented by an adapter (Fig. A2.1) to be used in the larger diameter collar of the Pensky-Martens apparatus. Differences in dimensions of these collars, which do not affect test results, are a source of unnecessary trouble to manufacturers and suppliers of instruments, as well as to users.

A2.2 Subcommittee 21 on Metalware Laboratory Apparatus, of ASTM Committee E-1 on Methods of Testing, studied this problem and established some dimensional requirements which are shown in Fig. A2.1. Conformity to these requirements is not mandatory, but is desirable to users as well as suppliers of Pensky-Martens testers.



	mm		in.	
	min	max	in.	max
A	6.20	6.50	0.244	0.256
B	17.0	18.0	0.67	0.71
C	9.80	9.85	0.386	0.388
D	12.19	12.24	0.480	0.482
E	1.40	1.65	0.055	0.065
F	8.56	8.61	0.337	0.339
G	12.4	13.0	0.49	0.57
H	8.56	8.61	0.337	0.339
I	8.1	8.6	0.32	0.34
J	9.9	10.7	0.39	0.42
K	8.64	8.69	0.340	0.342
L	5.1	5.6	0.20	0.22
M	17.0	17.5	0.67	0.69
N	27.4	28.2	1.08	1.11
O	7.11	7.16	0.280	0.282
P	9.73	9.78	0.383	0.385

FIG. A2.1 Dimensions for Thermometer Adaptor, Ferrule, and Packing Ring

A3. THERMOMETER SPECIFICATIONS

TABLE A3.1 IP Thermometer Specifications

Note – The stem shall be made with an enlargement having a diameter of 1.5 to 2.0 mm greater than the stem and a length of 3 to 5 mm, the bottom of the enlargement being 64 to 66 mm from the bottom of the bulb. These dimensions shall be measured with the test gage shown in Fig. A3.1.

Name	IP 15F	IP 15C	IP 16F	IP 16C
	Pensky-Martens Low		Pensky-Martens High	
Range	20 to 230°F	−7 to 110°C	200 to 700°F	90 to 370°C
Graduation	1°F	0.5°C	5°F	2°C
Immersion, mm	57	57	57	57
Overall length ±10 mm	280	280	280	280
Stem diameter, mm	5.5 to 7.0	5.5 to 7.0	5.5 to 7.0	5.5 to 7.0
Bulb shape	cylindrical	cylindrical	cylindrical	cylindrical
Bulb length, mm	9 to 13	9 to 13	10 max	10 max
Bulb diameter, mm	not less than 5.5 and not greater than stem	not less than 5.5 and not greater than stem	not less than 5.5 and not greater than stem	not less than 5.5 and not greater than stem
Length of graduated portion, mm	143 to 177	143 to 177	143 to 177	143 to 177
Distance bottom of bulb to, mm	20°F 75 to 90	−7°C 75 to 90	200°F 75 to 90	90°C 75 to 90
Longer lines at each	5°F	1 and 5°C	25°F	10 and 20°C
Figured at each	10°F	5°C	50°F	20°C
Expansion chamber	Required	Required	Required	Required
Top finish	Ring	Ring	Ring	Ring
Scale error not to exceed ±	1°F	0.5°C	2.5 to 500°F 3.5°F above 500°F	1 to 260°C 2°C above 260°C
See notes	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures

Table A3.2 Specifications for [illegible] Thermometers

All dimensions are in millimetres.

See Table A3.3 for Standardization Temperatures.



ASTM No. and Name	Range	For Test at	Immersion	Graduations: Subdivisions	Graduations: Long Lines at Each	Graduations: Numbered at Each	Scale Error max	Special Inscription	Expansion Chamber: Permit Heating to	Total Length, ±5	Stem OD	Bulb: Length	Bulb: OD	Scale Location: Bottom of Bulb to Line at	Scale Location: Distance	Scale Location: Bottom of Bulb to Line at	Scale Location: Distance	Ice Point Scale: Range	Ice Point Scale: Bottom of Bulb to Ice Point	Contraction Chamber: Distance to Bottom, min	Contraction Chamber: Distance to Top, max	Stem Enlargement: OD	Stem Enlargement: Length	Stem Enlargement: Distance to Bottom
										B	C	D	E		F		G	H		I	J	K	L	M
9C - 62 Pensky-Martens, Low Range Tag Closed Tester	−5 to +110°C		57	0.5°C	1°C	5°C	0.5°C	ASTM 9C or 9F 57 MM IMM	160°C	287	6.0 to 7.0	9.0 to 13	≯ stem	0°C	85 to 98	100°C	221 to 237					7.5 to 8.5	2.5 to 5.0[B]	64 to 66
9F - 62	20 to 230°F			1°F	5°F	10°F	1°F		320°F					32°F		212°F									
10C - 62 Pensky-Martens, High Range	90 to 370°C		57	2°C	10°C	20°C	[A]	ASTM 10C or 10F 57 MM IMM	[C]	287	6.0 to 7.0	8.0 to 10	4.5 to 6.0	110°C	86 to 99	360°C	227 to 245					7.5 to 8.5	2.5 to 5.0[B]	64 to 66
10F - 62	200 to 700°F			5°F	25°F	50°F	[B]							230°F		680°F								

[A] Scale error: 1°C up to 260°C; 2°C over 260°C.

[B] Scale error: 2.5°F up to 500°F; 3.5°F over 500°F.

[C] An expansion chamber is provided for relief of gas pressure to avoid distortion of the bulb at higher temperatures. It is not for the purpose of joining mercury seperations; and under no circumstances should the thermometer be heated above the highest temperature reading.

[D] The length of the enlargement, and the distance from the bottom of the enlargement to the bottom of the bulb shall be measured with the test gage shown in Fig. A3.1.

TABLE A3.3 Standardization Temperatures

NOTE—The emergent column temperatures are those attained when using the thermometers in the test equipment for which the thermometers were originally designed. In some cases these temperatures are markedly different from those realized during standardization.

Average Temperature of Emergent Column	Thermometer 9C (−5 to +110°C)	Thermometer 10C (20 to 260°C)	Average Temperature of Emergent Column	Thermometer 9F (20 to 230°F)	Thermometer 10F (100 to 700°F)
32°F	0°C	100°C	32°F	99°F	212°F
70°F	20°C	200°C	70°F	136°F	392°F
100°F	38°C	300°C	100°F	164°F	572°F
150°F	66°C	400°C	150°F	208°F	752°F
212°F	100°C	500°C	212°F	274°F	932°F
300°F	149°C	600°C	300°F	372°F	1112°F
400°F	204°C	700°C	400°F	472°F	1292°F
500°F	260°C	800°C	500°F	572°F	1472°F
600°F	316°C	900°C	600°F	672°F	1652°F
700°F	371°C	1000°C	700°F	772°F	1832°F

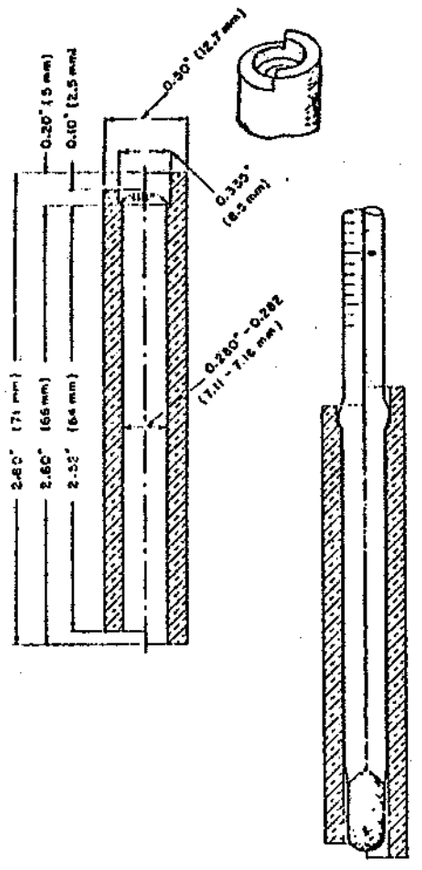


FIG. A3.1 Test Gage for Checking Enlargements on Thermometers

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103, which will schedule a further hearing regarding your comments. Failing satisfaction there, you may appeal to the ASTM Board of Directors.

STANDARD

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS
1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103
Reprinted from the Annual Book of ASTM Standards, Copyright ASTM
If not listed in the current combined index, will appear in the next edition.

Standard Test Methods for FLASH POINT OF LIQUIDS BY SETAFLASH CLOSED TESTER[1]

This standard is issued under the fixed designation D 3278; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval.

1. Scope

1.1 These methods cover the determination of the flash point, by Setaflash® Closed Tester, of paints, enamels, lacquers, varnishes, and related products and their components having flash points between 32 and 230°F (0 to 110°C) and a viscosity[2] lower than 150 st at 77°F (25°C).[2]

NOTE 1—Tests at higher or lower temperatures are possible.

1.2 The procedures may be used to determine whether a material will or will not flash at a specified temperature or to determine the finite temperature at which a material will flash.

1.3 The results from these methods are comparable to those obtained by the Tag Closed Tester procedure described in Method D 56 and the Pensky-Martens Tester method described in Method D 93.[3]

1.4 *This standard should be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions and should not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of a fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.*

NOTE 2—This method is also similar to International Standards ISO 3679, Paints and Varnishes, Rapid Test for Determination of Flashpoint and ISO 3680, Paint and Varnishes, Rapid Test for Determination of Danger Classification by Flashpoint.

2. Applicable Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 56 Test for Flash Point by Tag Closed Tester[4]

D 93 Test for Flash Point by Pensky-Martens Closed Tester[4]

D 850 Test for Distillation of Industrial Aromatic Hydrocarbons and Related Materials[4]

D 1015 Test for Freezing Points of High-Purity Hydrocarbons[5]

D 1078 Test for Distillation Range of Volatile Organic Liquids[4]

3. Summary of Methods

3.1 By means of a syringe, 2 ml of sample is introduced through a leakproof entry port into the tightly closed Setaflash Tester or directly into the cup that has been brought to within 5°F (3°C) below the expected flash point. As a flash/no flash test, the *expected* flash point temperature may be a specification or other operating requirement. The temperature of the apparatus is raised to the precise temperature of the expected flash point by slight adjustment of the temperature dial. After 1 min, a test flame is applied inside the cup and note is taken as to whether the test specimen flashes or not. If a repeat test is necessary, a fresh specimen must be used.

---

[1] These methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings and Materials, and are the direct responsibility of Subcommittee D01.22 on Health and Safety.

Current edition approved Dec. 21, 1978. Published March 1979. Originally published as D 3278 - 73. Last previous edition D 3278 - 73.

[2] See Annex A 4 for testing more viscous materials.

[3] The U.S. Dept. of Transportation has accepted the use of this method as an alternative to either Methods D 56 or D 93 for determining the fire hazard classification of liquids.

[4] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 29.

[5] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 23.

4.2 For a finite flash measurement, the temperature is sequentially increased through the anticipated range, the test flame being applied at 9°F (5°C) intervals until a flash is observed. A repeat determination is then made using a fresh specimen, starting the test at the temperature of the last interval before the flash point of the material and making tests at increasing 1°F (0.5°C) intervals.

4. Apparatus

4.1 *Setaflash Tester*[6], shown in Fig. A1, and described in Annex A1.

4.2 *Thermometers*[7], low, medium, high, Setaflash. Test to determine that the scale error does not exceed 0.5°F (0.25°C). The use of a magnifying lens significantly assists in making temperature observations.

4.3 *Glass Syringe*, 2 ± 0.1-ml capacity at 77°F (25°C), to provide a means of taking a uniform specimen. Check the capacity by discharging water into a weighing bottle and weighing. Adjust plunger if necessary. A disposable syringe of equal precision may be used.

4.4 *Cooling Block*, aluminum (described in Annex A2) which fits snugly within the test cup for rapid cooling of the sample cup.

4.5 *Barometer*.

5. Reagents and Materials

5.1 *p-Xylene*[8] – Reference standard for checking the Setaflash tester.

5.2 *Cooling Mixture*[9] of ice water or dry ice (solid CO_2) and acetone.

5.3 *Liquefied Petroleum Gas*.

5.4 *Heat Transfer Paste*[10]

6. Sampling

6.1 The specimen size for each test is 2 ml. Obtain at least a 25-ml sample from the bulk source and store in a nearly full tightly closed clean glass container or in other container suitable for the type of liquid being sampled.

6.2 Erroneously high-flash points may be obtained if precautions are not taken to avoid loss of volatile material. Do not open sample containers unnecessarily and do not transfer the specimen to the cup unless its temperature is at least 20°F (10°C) below the expected flash point. Discard samples in leaky containers.

7. Preparation of Apparatus

7.1 Prior to initial use or after removal of the thermometer, insert the thermometer into its pocket, Fig. A2, with a good heat transfer paste.

7.2 To help in making the necessary settings during a test, determine the relationship between the temperature control dial and thermometer readings at intervals not over 10°F (5°C) throughout the scale range of heater before the initial use.

7.3 Place the tester in a subdued light and in a position where it is not exposed to disturbing drafts. Provide a black-coated shield, if necessary.

7.4 Read the manufacturer's operating and maintenance instructions on the care and servicing of the tester. Observe the specific suggestions regarding the operation of its various controls.

7.5 Check the accuracy of the tester by determining the flash point of the *p*-xylene reference standard in duplicate (Annex A3). The mean of the results should be 81 ± 1.5°F (27.2 ± 0.8°C). If not, remove the thermometer and observe whether sufficient heat transfer paste surrounds the thermometer to provide good heat transfer from the cup to the thermometer.

METHOD A – FLASH/NO FLASH

8. Procedure – Ambient to 230°F (110°C)

8.1 Inspect the inside of the test cup, lid, and shutter mechanism for cleanliness and freedom from contamination. Use an absorbent tissue to wipe clean, if necessary. Lock the cover lid tightly in place.

[6] Unit shown in Fig. A1 is manufactured by Stanhope-Seta Ltd., Park Close, Egham, Surrey, England. It is available in the USA from Erdco Engineering Corp., 136 Official Road, Addison, Ill. 60101, or from Paul N. Gardner Co., Station 9, P.O. Box 6633, Fort Lauderdale, Fla. 33310.

[7] Thermometers may be obtained from the suppliers of the Setaflash. Specifications for ASTM Setaflash Standard Thermometers are being developed by ASTM E20.05 on Liquid-in-Glass Thermometers and Hydrometers.

[8] *p*-xylene is available as "Flash Point Check Fluid" from Special Products Div., Phillips Petroleum Co., Bartlesville, Okla.

[9] Cooling blocks may be obtained from Erdco Engineering Corp (6).

[10] Heat transfer paste is available from the suppliers of the Setaflash Tester. Dow Corning also can supply a similar paste as their No. 340 silicone.

8.2 Switch the tester on to stand-by. To rapidly approach the specification flash temperature of the charged sample, turn the heater dial fully clockwise (Note 2) causing the heater signal (red) light to glow. When the thermometer indicates a temperature of about 5°F (3°C) below the specification or target flash point temperature, reduce the heat input to the test cup by slowly turning the heater control dial counter clockwise until the signal light goes out (Note 3).

NOTE 2 – When the correct temperature is dialed on the temperature controller, the elapsed time to reach it may be greater than when turned Full On, but less attention will be required in the intervening period.

NOTE 3 – The test cup temperature is stable when the signal light slowly cycles on and off.

8.3 Determine the barometric pressure to determine the corrected specification temperature at that barometric pressure (see 13.2).

8.4 After the test cup temperature has stabilized at the specification or target flash point, charge the syringe with the sample to be tested and transfer the syringe to the filling orifice (Fig. A1.2 taking care not to lose any sample. Discharge the specimen into the test cup by depressing the syringe plunger to its lowest position, then remove the syringe. If the material has a viscosity greater than 45 SUS at 100°F (38°C) or equivalent of 9.5 cSt at 77°F (25.0°C), discharge the contents of the syringe directly into the cup. Immediately close tightly the lid and shutter assembly.

8.5 Set the 1-min timing device by rotating its knob clockwise to the required setting. In the meantime, open the gas control valve and light the pilot and the test flames. Adjust the test flame size with the pinch valve so as to match the size of the 5/32 in. (4-mm) diameter flame gage.

8.6 After 1 min has elapsed, observe the temperature. If at the specification temperature (accounting for the differences of the barometer reading from 760 mm), watch for a flash, apply the test flame by slowly and uniformly opening the slide fully and closing completely over a period of approximately 2½ s.

NOTE 4 – When inserted, the nozzle of the ignition device shall be 1 ± 1 mm above the underside of the cover.

NOTE 5 – The material is considered to have flashed only if a comparatively large blue flame the liquid. Ignore momentary flash point temperature application of the test flame flash point temperature application of the test flame may give rise to a halo; this should be ignored.

8.7 Turn off the test and the pilot flame. Clean the apparatus in preparation for the next test.

9. Procedure – 32°F (0°C) to Ambient

9.1 If the specification or target flash point is at or below ambient temperature, cool the sample to 10 to 20°F (5 to 10°C) below that point by some convenient means.

9.2 Cool the tester to approximately the temperature of the sample by inserting the cooling block (Annex A1.2) filled with a cooling mixture (Notes 5 and 6) into the sample well. Dry the cup with a paper tissue to remove any collected moisture prior to adding the sample.

9.2.1 **Caution** – Be careful in handling the cooling mixture and cooling block; wear gloves and goggles. Mixtures such as dry ice and acetone can produce severe frost bite.

NOTE 6: **Caution** – Be careful in inserting the cooling block into the tester cup to prevent damage to the cup.

9.3 Introduce the specimen as in 8.4. Allow the temperature to rise under ambient conditions or increase the temperature of the cup by rotating the heater controller clockwise slowly until the specification temperature adjusted for barometric pressure is reached. Determine whether the material flashes as in 8.5 and 8.6.

9.4 Turn off the test and pilot flames. Clean up the apparatus.

METHOD B – FINITE FLASH POINT

10. Procedure – Ambient to 230°F (110°C)

10.1 *Preliminary or Trial Test* – Follow steps 8.1 to 8.5 omitting the barometric reading and using an estimated finite flash point instead of a specification flash point temperature.

10.2 After 1 min has elapsed, observe the temperature, watch for a flash (Note 5), apply the test flame by slowly and uniformly opening the slide fully and closing completely over a period of 2½ s.

10.3 *Finite Flash Point*—If a flash is observed proceed as below.

10.3.1 Using a temperature of 9°F (5°C) lower than the temperature observed in 10.2, repeat 10.1 and 10.2 (Note 6). If a flash is still observed, repeat at 9°F (5°C) lower intervals until no flash is observed.

NOTE 7—Never make a repeat test on the same specimen. Always take a fresh portion for each test.

10.3.2 Repeat 10.1 and 10.2 with a new specimen, stabilizing the test cup temperature at the temperature at which no flash occurred previously. Observe if a flash occurs at this temperature. If no flash occurs, increase the temperature at 1°F (0.5°C) intervals by making small incremental adjustment to the temperature controller and allowing 1-min intervals between each increment and the flash point test. Record the temperature at which the flash actually occurs. Record the barometric pressure. Turn off pilot and test flames and clean up as 10.4.

10.4 *Finite Flash Point*—If no flash point is observed in 10.2, proceed as follows:

10.4.1 Using a test temperature of 9°F (5°C) higher than the temperature observed in 10.2, repeat steps 10.1 and 10.2 (Note 7). If no flash is observed, repeat at 9°F (5°C) higher intervals until a flash is observed.

10.4.2 Repeat step 10.3.2 with a new specimen.

11. Procedure—32°F (0°C) to Ambient Temperature

11.1 *Preliminary or Trial Test*—Cool the sample to 5 to 10°F (3 to 5°C) below the expected flash point.

11.2 Cool the tester to approximately the temperature of the sample by inserting the cooling block filled with a cooling medium, into the sample well (9.2.1 and Note 6).

11.3 Insert the specimen as in 8.4. Set the test timing device. After 1 min, observe for flash (Note 5), apply the test flame by slowly and uniformly opening the slide fully and closing completely over a period of approximately 1 s. Record the temperature.

11.4 *Finite Flash Point*—If a flash is observed, proceed as follows:

11.4.1 Take a new specimen and recool the test cup to 9°F (5°C) below the previous temperature (11.3). After 1 min, check for a flash as in 11.3. If the material flashes repeat test at 9°F (5°C) lower intervals until no flash is observed.

11.4.2 Repeat with a new specimen, cooling both sample and tester to the temperature at which the material did not flash. After 1 min, observe if a flash occurs at this temperature, if not, increase the temperature at 1°F (0.5°C) intervals by making small incremental adjustments to the temperature controller, allowing 1 min between each increment and the test for the flash point. Record the temperature at which the flash actually occurs. Record the barometric pressure.

11.5 *Finite Flash Point*—If no flash point is observed proceed as follows:

11.5.1 Using a test temperature of 9°F (5°C) higher than the temperature observed in 11.3, repeat step 11.3 (Note 6). If no flash is observed, repeat at 9°F (5°C) higher intervals until flash is observed.

11.5.2 Using a new specimen, repeat 11.4.2 until a flash occurs. Record the temperature at which the flash occurs and the barometric pressure.

12. Clean Up of Apparatus and Preparation for Next Test

12.1 To prepare for the next test, unlock the lid assembly of the tester and raise to the hinge stop. Soak up liquid samples with an absorbent paper tissue and wipe dry. Clean the underside of the lid and filling orifice. A pipe cleaner may be of assistance in cleaning the orifice.

12.2 If the sample is a viscous liquid or contains dispersed solids, after soaking up most of the sample add a small amount of a suitable solvent for the sample to the cup and then soak up the solvent and wipe clean the interior surfaces of the cup with an absorbent tissue paper.

NOTE 8—If necessary to remove residual high boiling solvent residues, moisten tissue with acetone and wipe clean.

NOTE 9—If any further cleaning is necessary, remove the lid and shutter assembly. Disconnect the silicone rubber hose and slide the lid assembly to the right to remove. If warm, handle carefully.

12.3 After the cup has been cleaned, its temperature may be rapidly increased to some stand-by value by turning the temperature control dial to an appropriate point.

NOTE 10—It is convenient to hold the test cup at some stand-by temperature (depending on planned usage) to conserve time in bringing the cup within the test temperature range. The cup temperature may be quickly lowered by inserting the aluminum cooling block filled with an appropriate cooling mixture into the cup.

12.4 The syringe is easily cleaned by filling it several times with acetone or any compatible solvent, discharging the solvent each time, and allowing the syringe to air dry with the plunger removed. Replaced the plunger, and pump several times to replace any solvent vapor with air.

13. Correction for Barometric Pressure

13.1 When the barometric pressure differs from 760 mm Hg (101.3 kPa), calculate the flash point-temperature by means of the following equations:

$$\text{Calculated flash point} = F + 0.06\,(760 - P)$$
$$= C + 0.03\,(760 - P)$$

where:

F, C = observed flash point, °F (or °C), and
P = barometric pressure, mm Hg.

13.2 Likewise determine the corrected specification flash point by the following equation:

$$F = S - 0.06\,(760 - P)$$
$$C = S - 0.03\,(760 - P)$$

where:

F, C = flash point to be observed to obtain the specification flash point at standard pressure (S).
S = specification flash point.

14. Report

14.1 When using the flash/no flash method, report whether the sample flashed at the required flash point and that the flash/no flash method was used.

14.2 If an actual flash point was determined, report the mean of duplicate runs to nearest 1°F (0.5°C) provided the difference between the two values does not exceed 2°F (1°C).

15. Precision[11]

15.1 On the basis of an interlaboratory study of this method in which one operator in each of five laboratories made duplicate tests on two different days on four solvents and three resins and two paints of different flash points the within-laboratory and between-laboratory standard deviations were found to be:

Materials	Standard Deviation	
	Within-Laboratory	Between-Laboratories
Solvents (viscosity below 45 SUS at 100°F)	0.98°F	1.55°F
Resins and Paints (viscosity above 45 SUS at 100°F)	1.89	2.41

Based on these standard deviations the following criteria should be used to judge the precision of results at the 95 % confidence level:

15.2 Liquids at or below 45 SUS at 100°F or equivalent viscosity measurements:

15.2.1 *Repeatability*—Two results, each the mean of duplicate results obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ by more than 3°F (1.7°C).

15.2.2 *Reproducibility*—Two results, each the mean of duplicate measurements obtained in different laboratories, should be considered suspect if they differ by more than 6°F (3.3°C).

15.3 Viscous liquid above 45 SUS at 100°F or liquids with dispersed solids:

15.3.1 *Repeatability*—Two results, each the mean of duplicate results obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ by more than 6°F (3.3°C).

15.3.2 *Reproducibility*—Two results, each the mean of duplicate measurements obtained by different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 9°F (5°C).

[11] Supporting data for these methods have been filed at ASTM Headquarters RR 0-1-1000 and reported in *Journal of Pain Technology*, Vol. 45, No. 581 Page 44.

ANNEXES

A1. APPARATUS SPECIFICATIONS

A1.1 A typical apparatus is shown in Fig. A1.1 and A1.2. Electrical heaters are fastened to the cup in a way as to provide for efficient transfer of heat. The tester includes a variable heater control device with a scaled dial and a visible signal to indicate when energy is or is not being applied. Energy may be supplied from a 115 or 230-V a-c main service (for stationary use) or by a 12-V d-c battery service (for field use). An adjustable test flame and a pilot flame to maintain the test flame, are provided. These flames may be fueled by piped gas service (fixed location) or by a self-contained tank of liquefied petroleum gas (5.3) (for portability). A test flame measuring 5/32 in. (4 mm) in diameter, may be checked against a gage ring; on the surface of the tester. Never recharge the gas tank with the pilot or test flames lighted, nor in the vicinity of other naked flames. A 1-min audible signal is a desirable accessory. The cover is fitted with an opening slide device capable of inserting the ignition flame into the well when the slide is open. When inserted the nozzle of the ignition device shall be 1 ± 0.1 mm above the underside of the cover.

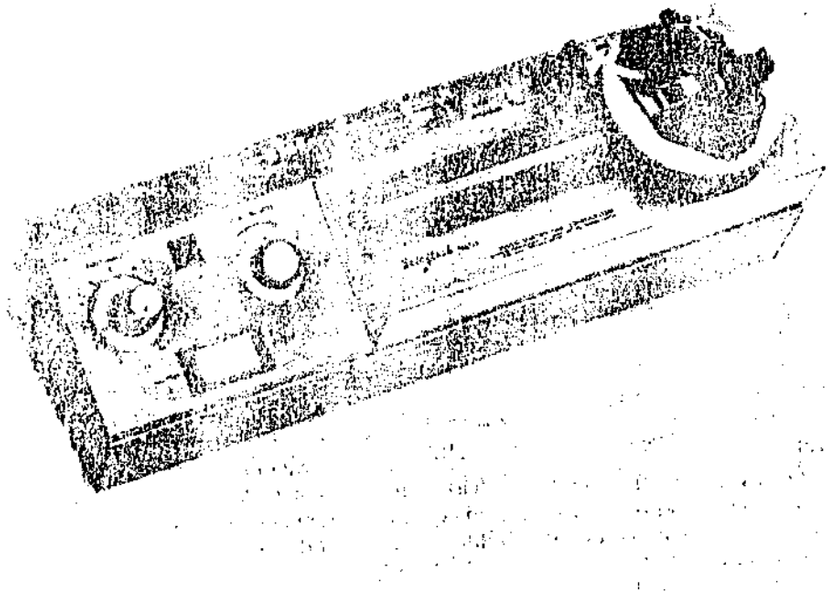
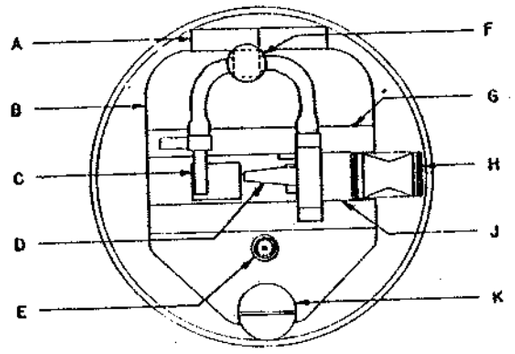
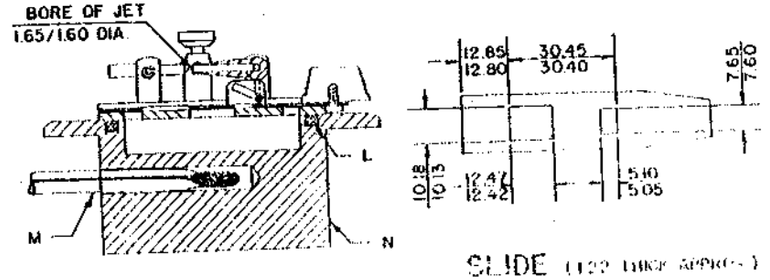


FIG. A1.1 Setaflash Tester.



B - LID
C - PILOT JET
D - TEST JET
E - FILLER ORIFICE
F - GAS CONTROL SCREW
G - SLIDE GUIDE
H - SLIDE KNOB
J - SLIDE
K - LOCK CLOSURE
L - SEALING O-RING
M - THERMOMETER
N - SAMPLE BLOCK
P - THERMOMETER POCKET



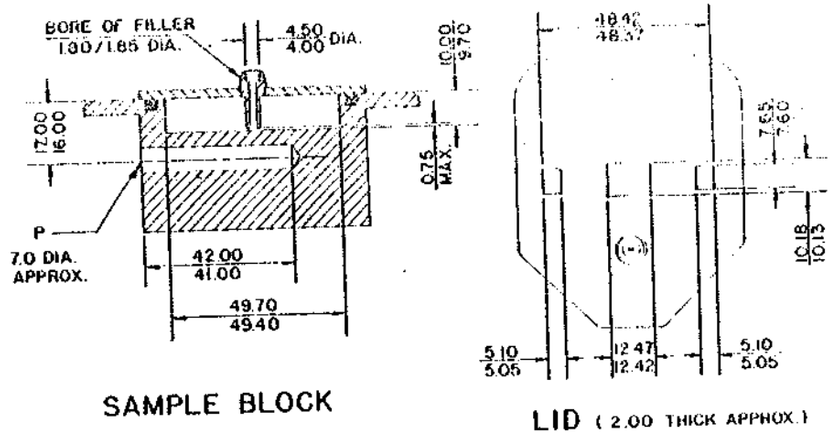


FIG. A1.2 Setaflash Unit.

A2. COOLING BLOCK

A2.1 The cooling block with dimensions as shown in Fig. A2.1, is made of aluminum and covered with pipe insulation.

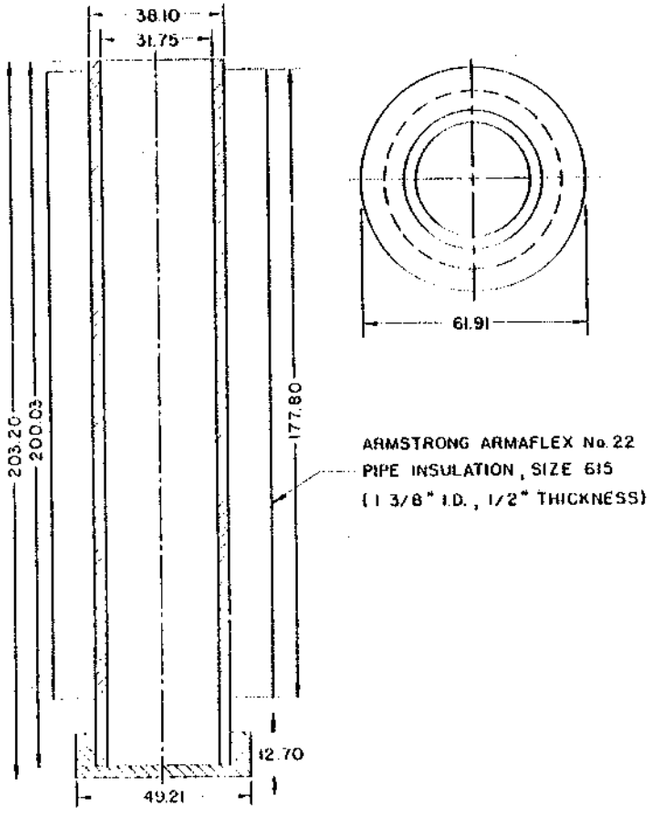


FIG. A2.1 Cooling Block.

A3. SPECIFICATIONS FOR *p*-XYLENE REFERENCE STANDARD

A3.1 *Specific Gravity (60/60°F) (15.6/15.6°C)*—0.860 min, 0.866 max.

A3.2 *Boiling Range*—2°C max from start to dry point when tested by Method D 850 or Method D 1078. The range shall include the boiling point of pure *p*-xylene, which is 138.35°C (281.03°F).

A3.3 *Freezing Point*—11.23°C min (95 % molal purity) as determined by Method D 1015.

A4. TESTING HIGH-VISCOSITY LIQUIDS

A4.1 High-viscosity materials may be added to the cup by the following procedure:

A4.1.1 *Procedure*—Back load a 5 or 10-ml syringe with the sample to be tested and extrude 4 ml into the cup. Spread the specimen as evenly as possible over the bottom of the cup.

A4.1.2 If the sample can not be loaded into a syringe and extruded, other means of adding the sample to the cup may be used such as a spoon. Add approximately 4 ml of material to the spoon and then push the material from the spoon into the cup.

A4.1.3 If the test specimen does not close the sampling port in the cup, seal the cup externally by suitable means.

A4.2 Using the appropriate procedure, either Method A (Section 8 or 9) or Method B (Section 10 or 11) determine the flash point of the specimen which has been added to the tester in accordance with A4.1.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, is entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103, which will schedule a further hearing regarding your comments. Failing satisfaction there, you may appeal to the ASTM Board of Directors.

United States
Environmental Protection
Agency

Office of Water and
Waste Management
Washington, DC 20460

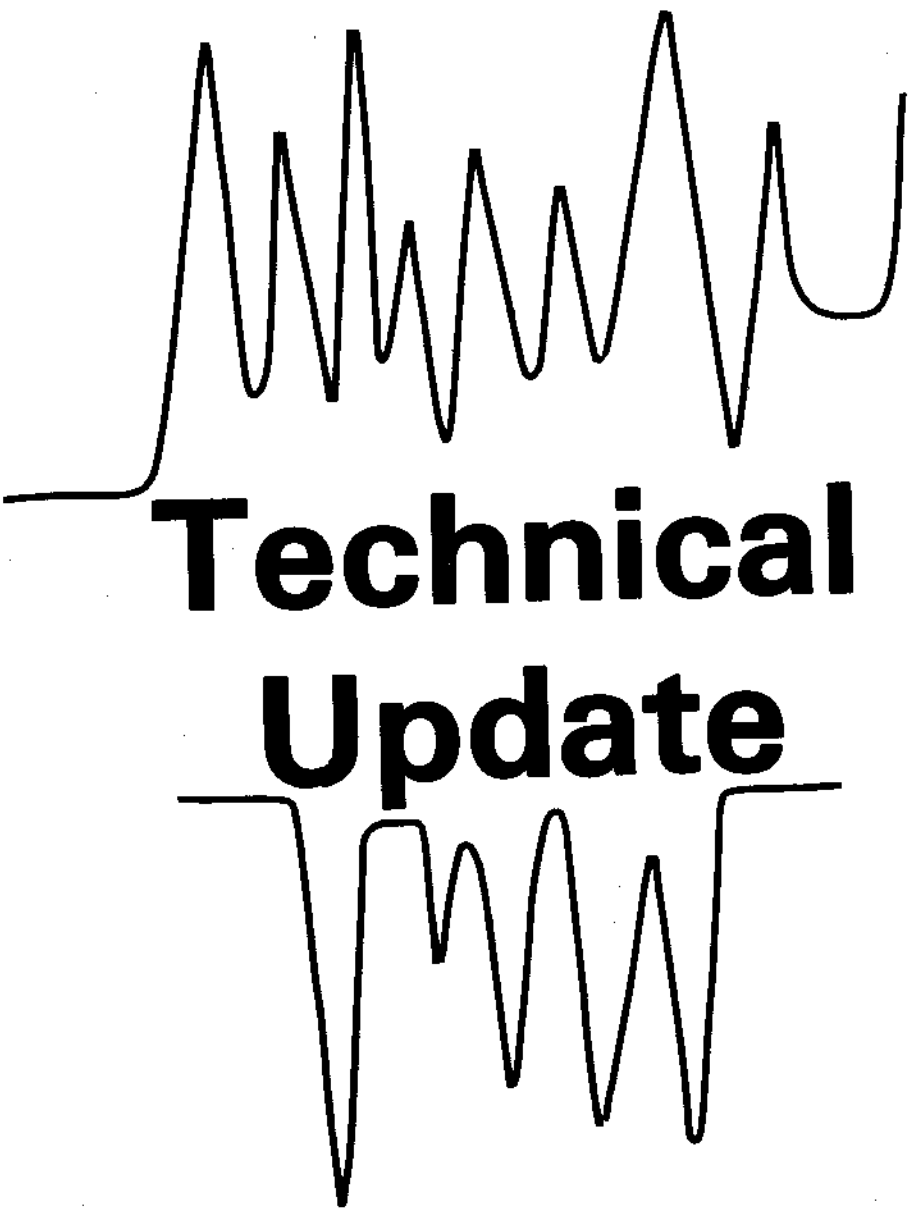
SW - 846
Revision A
August 8, 1980

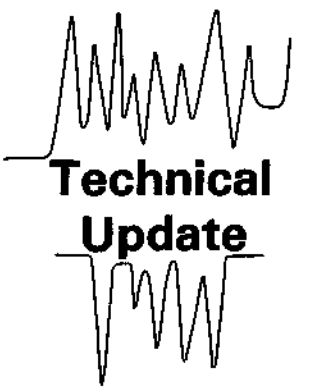
Solid Waste

EPA

Test Methods for Evaluating Solid Waste

Physical/Chemical Methods





The enclosed material, SW-846.a, updates the manual "Test Methods for Evaluating Solid Waste" (SW-846). It is the first in a continuing series of "Technical Updates" to be issued as corrections, or additional methodologies and procedures become available.

Insert these pages in your manual to replace like-numbered pages or add as new pages where appropriate. The date of issue is printed in the upper righthand corner. Changes made on a page in that revision (but not those made in past revisions) are double-underlined. For easy and precise reference, the sequential number of each change is given in a footnote.

The Office of Solid Waste thanks those in both the public and private sectors who have made suggestions for improvement of this manual. We encourage additional comments and suggestions, which may be made by telephone or in writing. Comments should be sent to:

Manager, Waste Analysis Program
Office of Solid Waste
U.S. EPA (WH-565)
Washington, D.C. 20460
(202-755-9187)

seal, a thermowell and temperature regulating device , a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. A typical resin flask set up for this type test is shown in figure 1.

2. The supporting device and container should not be affected by or cause contamination of the waste under test.
3. The method of supporting the coupons will vary with the apparatus used for conducting the test but should be designed to insulate the coupons from each other physically and electrically and to insulate the coupons from any metallic container or other device used in the test. Some common support materials include: glass, fluorocarbon or coated metal.
4. The shape and form of the coupon support should assure free contact with the waste.

Test Procedure

1. Assemble the test apparatus as described the "Equipment" section above.
2. Fill the container with the appropriate amount of waste. (See #5 under the "Precautions and Comments" section.)
3. Begin agitation at a rate sufficient to insure that the liquid is kept well mixed and homogeneous.
4. Using the heating device bring the temperature of the waste to 55° C (130° F).
5. If the anticipated corrosion rate is moderate (i.e., <.254 mmpy)*, the test should be run for at leat 200 hours to insure adequate weight loss to permit accurate results to be obtained. If the corrosion rate is low (i.e., <.0254 mmpy)**,

* Change #1
** Change #2

then the test duration should be on the order of 2000 hours. in cases where the anticipated corrosion rate is completely unknown, initial testing should be performed using a 200 hour duration.

6. In order to accurately determine the amount of material lost to corrosion, the coupons have to be cleaned after immersion and prior to weighing. The cleaning procedure should remove all products of corrosion while removing a minimum of sound metal. Cleaning methods can be divided into three general categories: mechanical, chemical and electrolytic.

Mechanical cleaning includes scrubbing, scraping, brushing and ultrasonic procedures. Scrubbing with a bristle brush and mild abrasive is the most popular of these methods; the others are used in cases of heavy corrosion as a first step in removing heavily encrusted corrosion products prior to scrubbing. Care should be taken to avoid removing sound metal.

Chemical cleaning implies the removal of material from the surface of the coupon by dissolution in an appropriate solvent. Solvents such as acetone, dichloromethane, and alcohol are used to remove oil, grease or resinous materials, and are used prior to immersion to remove the products of corrosion. Solutions suitable for removing corrosion from the steel coupon are:

Solution	Soaking Time	Temperature
20% NaOH + 200g/l zinc dust	5 min	Boiling
or		
Conc. HCl + 50g/l $SnCl_2$ + 20g/l Sb_2O_3	Until clean	Cold

Electrolytic cleaning should be preceeded by scrubbing to remove loosely adhering corrosion products. One method of electrolytic cleaning that can be employed is:

Solution	50 g/l H_2SO_4
Anode	Carbon or lead
Cathode	Steel coupon
Cathode current density	20 amp/cm^2 (129 amp/in^2)
Inhibitor	2 cc organic inhibitor/liter
Temperature	74°C (165°F)
Exposure Period	3 minutes

Note: Precautions must be taken to insure good electrical contact with the coupon, to avoid contamination of the cleaning solution with easily reducible metal ions, and to insure that inhibitor decomposition has not occurred. Instead of using a proprietary inhibitor, 0.5 g/l or either diorthotolyl thiourea or quinolin ethiodide can be used.

Whatever treatment is employed to clean the coupons, its effect in removing sound metal should be determined using a blank (i.e., a coupon that has not been exposed to the waste). The blank should be cleaned along with the test coupon and its waste loss subtracted from that calculated for the test coupons.

7. After corroded specimens have been cleaned and dried, they are reweighed. The weight loss is employed as the principal measure of corrosion. Use of weight loss as a

Table 7.2-2

APPROVED FILTRATION MEDIA

Filter Type	Supplier	Filter To Be Used For Aqueous Systems*	Filter To Be Used For Organic Systems*
Coarse Prefilter	Gelman	†	†
	Nuclepore	210907 211707	210907 211707
	Millipore	AP25 042 00 AP25 127 50	AP25 042 00 AP25 127 00
Medium Prefilters	Nuclepore	210905†† 211705	210905†† 211705
	Millipore	AP20 042 00 AP20 124 50	AP20 042 00 AP20 124 50
Fine Prefilters	Nuclepore	210903 211703	210903 211703
	Millipore	AP15 042 00††† AP15 124 50	AP15 042 00††† AP15 124 50
Fine Filters (0.45um)	Gelman	60173 60177	60540 60544
	Pall	NX04750†††† NX14225	
	Nuclepore	111107 112007	181107 182007
	Millipore	HAWP 047 00 HAWP 142 50	FHLP 047 00 FHLP 142 00
	Selas	83485-02 83486-02	83485-02 83486-02

† Change #4
†† Change #5
††† Chenge #6
†††† Change #7

3. Stock standards - prepare stock standard solutions in methyl alcohol using assayed liquids or gas cylinders as appropriate. Because of the toxicity of many of the compounds being analyzed, primary dilutions of these materials should be prepared in a hood . A NIOSH/MESA approved toxic gas respirator should be used when the analyst handles high concentrations of such materials.

   a. Place about 9.8 ml of methyl alcohol into a 10 ml ground glass stoppered volumetric flask. Allow about 10 minutes or until all alcohol wetted surfaces have dried. Weigh the flask to the nearest 0.1 mg.

   b. Add the assayed reference material:

      i. Liquids

         Using a 100 ul syringe, immediately add 2 drops of assayed reference material to the flask, then reweigh. Be sure that the 2 drops fall directly into the alcohol without contacting the neck of the flask.

      ii. Gases

         To prepare standards from any of the organic compounds that boil below 30°C, fill a 5 ml valved gas-tight syringe with the reference standard to the 5 ml mark. Lower the needle to 5 mm above the methyl alcohol meniscus. Slowly inject the reference standard above the surface of the liquid (the heavy gas will rapidly dissolve into the methyl alcohol).

c. Reweigh, dilute to volume, stopper, then mix by by inverting the flask several times. Transfer the standard solution to a 15 ml screw cap bottle with a teflon cap liner.

d. Calculate the concentration in mg/l from the net gain in weight.

e. Store stock standards at 4.0°C.* Prepare fresh standards weekly for the 4 compounds whose BP $\leq$ 30° C. All other standards must be replaced with fresh standards each month.

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in methyl alcohol that contains the compounds of interest, eitner singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those indicated in the Procedure section. By injecting secondary standards, adjust the sensitivity of the analytical system for each compound being analyzed so as detect $\leq$ 1 ug.

Quality Controls

1. Before processing any samples, the analyst should daily demonstrate through the analysis of an organic-free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique.

---

* Change #8

4. Gas chromatograph - Analytical system complete with programmable gas chromatograph suitable for on-column injection and all required accessories, including FID or HSD, column supplies, recorder and gases. A data system for measuring peak area is recommended.
5. Supelcoport 80/100 mesh coated with 1% SP-1240 DA in 1.8 meter long 2 mm ID glass column (Column 1) or Chromosorb W-AWDMCS 80/100 mesh coated with 5% OV-17 packed in a 1.8 meter long X mm ID glass column (Column 2).
6. Syringes - 5 ml glass hypodermic with Luerlok tip (2each).
7. Micro syringe - 10, 25, 100 ul.
8. 2-way syringe valve with Luer ends (3 each).
9. Syringe - 5 ml gas tight with shut-off valve.
10. Bottle - 15 ml screw-cap, with teflon cap liner.
11. Kuderna-Danish apparatus (K-D) [Kontes K-570000 or equivalent] with 3 ball Snyder column.
12. Water bath - heated with concentric ring cover capable of temperature control (± 2°C). The bath should be used in a hood.
13. Chromatographic column - 10mm ID by 100mm length with teflon stopcock.
14. Reaction vial - 20 ml with teflon - lined cap.

Reagents

1. 2 - propanol - pesticide quality or equivalent
2. Stock standards - prepare stock standard solutions at a concentration of 1.0 ug/ul by dissolving 0.100 grams

of assayed reference material in pesticide quality 2-propanol and diluting to volume in a 100 ml ground glass stopped volumetric flask. The stock solution is transferred to ground glass stoppered reagent bottles, stored in a refrigerator, and checked frequently for signs of degradation or evaporation, especially just prior to preparing working standards from them.

3. PFB derivative reagents:
   a. Hexane and toluene - pesticide quality or equivalent
   b. Sodium sulfate - (ACS) granular, anhydrous (purified by heating at 400°C for 4 hours in a shallow tray).
   c. Potassium carbonate - (ACS) powdered.
   d. Silica gel - (ACS) 100/200 mesh, grade 923; activated at 130°C and stored in a dessicator.
   e. Pentafluorobenzyl bromide - 97% minimum purity.
   f. 1,4,7,10,13,16-Hexaoxacylooctadecane (18 crown 6) - 98% minimum purity.
   g. Preparation of derivitizing reagent: Add 1 ml pentafluorobenzil bromide and 1 gm of the 18 crown 6 ether to a 50 ml volumetric flask and dilute to volume with 2-propanol. Prepare fresh weekly.*

Calibration

1. Using stock standards, prepare secondary dilution standards in 2-propanol that contain the compounds of interest, either singly or mixed together.
2. Assemble necessary gas chromatographic apparatus and establish operating parameters equivalent to those in the

* Change #9

"procedure section." By injecting secondary standards adjust the sensitivity limit and the linear range of the analytical system for each compound being analyzed for to a sensitivity of $\leq$ 1 ug (2X background).

Quality Control

1. Before processing any samples the analyst should demonstrate through the analysis of an organic - free water or solvent blank that the entire analytical system is interference free.
2. Standard quality assurance practices should be used with this method. Field replicates should be collected to validate the precision of the sampling technique. Laboratory replicates should be analyzed to validate the accuracy of the analysis. Where doubt exists over the identification of a peak on the gas chromatogram confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.
3. The analyst should maintain constant surveillance of both the performance of the analytical system and the effectiveness of this method in dealing with each sample matrix by spiking each sample with known amounts of the compounds the waste is being analyzed for and using these spiked samples readjust the sensitivity of the instrument such that 1 ug/gm of sample can be readily detected (see Quality Control).

Flame Ionization Gas Chromatography Procedure

1. Assemble gas chromatograph with column 1 and Flame Ionization Detector (apparatus section).
2. Set nitrogen carrier gas at 30 ml/min flow rate.

3. Set column temperature at 80°C at injection and program to immediately rise at 8°C/min to 150°C.

Derivatization and Electron Capture Gas Chromatography Procedure

1. Pipet a 1.0 ml aliquot of the 2-propanol solution of standard or sample extract into a glass reaction vial. Add 1.0 ml derivatization reagent. This is a sufficient amount of reagent to derivatize a solution whose total phenolic content does not exceed 0.3 mg/ml.
2. Add about 3 mg of potassium carbonate to the solution and shake gently.
3. Cap the mixture and heat for 4 hours at 80°C in a hot water bath.
4. Remove the solution from the hot water bath and allow it to cool.
5. Add 10 ml hexane to the reaction vial and shake vigorously for one minute. Add 3.0 ml of distilled deionized water to the reaction vial and shake for two minutes.
6. Decant organic layer into a concentrator tube and cap with a glass stopper.
7. Pack a 10mm ID chromatographic column with 4.0 grams of activated silica gel. After settling the silica gel by tapping the column, add about two grams of anhydrous sodium sulfate to the top.
8. Pre-elute the column with 6 ml hexane. Discard the eluate and just prior to exposure of the sulfate layer to air pipet onto the column 2.0 ml of the hexane solution that contains the derivatized sample or standard. Elute the

column with 10.0 ml of hexane (Fraction 1) and discard this fraction. Elute the column, in order with 10.0 ml 15% toluene in hexane (Fraction 2), 10.0 ml 40% toluene in hexane (Fraction 3), 10.0 ml 75% toluene in hexane (Fraction 4), and 10.0 ml 15% 2-propanol in toluene (Fraction 5). Elution patterns for the phenolic derivatives are shown in Table 8.04-2 Fractions may be combined as desired depending upon the specific phenols of interest or level of interferences. Collect the fractions in appropriate sized K-D apparatus and concentrate each fraction to 10 ml.

9. Assemble gas chromatograph with column 2 and HSD (apparatus section).
10. Using 5% methane/95% argon as the carrier gas adjust flow to 30 ml/min.
11. Set column temperature at 200°C.
12. Inject 2-5ml of the appropriate fraction using the solvent - flush technique. Smaller (1.0 ml) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record volume injected to the nearest 0.05 ml and the resulting peak size in area units. If the peak area exceeds the linear range of the system dilute the extract and reanalyze.

Calibrate the system immediately prior to conducting any analyses and recheck as in Quality Control for each type of waste. Calibration should be done no less frequently than at the beginning and end of each session.

Calculations

1. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2X background is noted, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using spiked samples, that the instrument sensitivity is $\leq$ 1 ug/gm.
2. When duplicate and spiked samples are analyzed, all data obtained should be reported.
3. If one desires to determine the actual concentration of the compound in the waste, the method of standard addition should be used.

d. Just prior to exposure of the sodium sulfate layer to the air add 40 ml hexane and continue the elution at the rate of 2 ml/minute. This eluate is Fraction 1. Concentrate the fraction by standard K-D technque. No solvent exchange is necessary. After concentration and cooling, transfer to a* 10 ml volumetric flask, dilute to 10 ml and analyze by gas chromatography.

e. Next elute the Florisil with 100 ml of 5 percent ethyl ether/95% hexane (v/v) and concentrate as in step d. [Fraction 2].

f. Next, elute with 100 ml of 15% ethyl ether/85% hexane (v/v) and concentrate Fraction 3 as in step d.

g. Elute with 100 ml of 50% ethyl ether/50% hexane (v/v), and concentrate, Fraction 4 as in step d.

h. Finally, elute with 100 ml of ethyl ether, and concentrate, Fraction 5 as in step d.

Gas Chromatography

1. Assemble gas chromatograph with either Column 1 or 2 (see Apparatus).

Column 1 (Supelcoport 100/120 with 1.5% SP 2250 + 1.95% SP 2401)

a. Set carrier gas at 60 ml/minute flow rate.

b. Column temperatures will vary from 180°C to 220°C depending on the compound.

Column 2 (Supelcoport 100/120 with 3% OV-1)

a. Set carrier gas at 60 ml/min flow rate.

b. Column temperature will vary from 200°C to 220°C depending on the compound.

---

* Change #10

2. Calibrate the system at the beginning and end of an analytical session by spiking aliquots of the extract with calibration standards.
3. Inject 2-5 ul of the sample extract or appropriate Florisil eluate using the solvent-flush technique. Smaller (1.0 ul) volumes can be injected if automatic devices are employed. Record the volume injected to the nearest 0.05 ul, and the resulting peak size, in area units.
4. If a response for the contaminant being analyzed for is greater than 2x background, then the waste does not meet the criteria for delisting of being fundamentally different than the listed waste. If a response is not noted, then prior to concluding that the sample does not contain the specific contaminant, the analyst must demonstrate, using the spiked samples, that the method sensitivity is $\leq$ 1 ug of compound per gm of sample.
5. If the peak area measurement is prevented by the presence of interferences, further cleanup is required.

preparation and measurement steps. Where doubt exists over the identification of a peak on the chromatogram, confirmatory techniques such as mass spectroscopy should be used.

Cleanup and Separation

Cleanup procedures are used to extend the sensitivity of a method by minimizing or eliminating interferences that mask or otherwise disfigure the gas chromatographic response to the pesticides and PCB's. The Florisil column allows for a select fractionation of the compounds and will eliminate polar materials. Elemental sulfur interferes with the electron capture gas chromatography of certain pesticides but can be removed by the techniques described below.

Florisil Column Cleanup:

1. Add a weight of Florisil, (nominally 21g,) predetermined by calibration to a chromatographic column. Settle the Florisil by tapping the column. Add sodium sulfate to the top of the Florisil to form a layer 1-2 cm deep. Add 60 ml of hexane to wet and rinse the sodium sulfate and Florisil. Just prior to exposure of the sodium sulfate to air, stop the elution of the hexane by closing the stopcock on the chromatography column. Discard the eluate.
2. Adjust the sample extract volume to 10 ml and transfer it from the K-D concentrator tube to the Florisil column. Rinse the tube twice with 1-2 ml hexane, adding each rinse to the column.
3. Place a 500 ml K-D flask and clean concentrator tube under the chromatography column. Drain the column into the flask until the sodium sulfate layer is nearly exposed. Elute the column

with 200 ml of 6% ethyl ether in hexane (Fraction 1) using a drip rate of about 5 ml/min. Remove the K-D flask and set aside for later concentration.

4. Elute the column again, using 200 ml of 15% ethyl ether in hexane (Fraction 2), into a second K-D flask. Perform the third elution using 200 ml of 50% ethyl ether/hexane (V/V),* (Fraction 3). The elution patterns for the pesticides and PCB's are shown in Table 8.08-2.
5. Concentrate the eluates by standard K-D techniques, substituting hexane for the glassware rinses and using the water bath at about 85°C. Adjust final volume to 10 ml with hexane. Analyze by gas chromatography.
6. Elemental sulfur will usually elute entirely in Fraction 1. To remove sulfur interference from this fraction or the original extract, pipet 1.00 ml of the concentrated extract into a clean concentrator tube or Teflon-sealed vial. Add 1-3 drops of mercury and seal. Agitate the contents of the vial for 15-30 seconds. Place the vial in an upright position on a reciprocal laboratory shaker for 2 hours. Analyze by gas chromatography.

Gas Chromatography

Table 8.08.1 summarizes some recommended gas chromatographic column materials, operating conditions for the instrument, and some estimated retention times. Examples of the separations achieved by these columns are shown in Figures 8.08-1 through

* Change #11

Method of Standard Additions

In this method, equal volumes of sample are added to a deionized distilled water blank and to three standards containing different known amounts of the test element. The final volume of the blank and of the standards must be the same so that the interfering substance is present in the same amount. The absorbance of each solution is determined and then plotted on the vertical axis of a graph with the concentrations of the standard plotted on the horizontal axis. When the resulting line is extrapolated back to zero absorbance, the point of interception of the abscissa is the concentration of the unknown. The abscissa on the left of the ordinate is scaled the same as on right side, but in the opposite direction from the ordinate. An example of a plot so obtained is shown below:

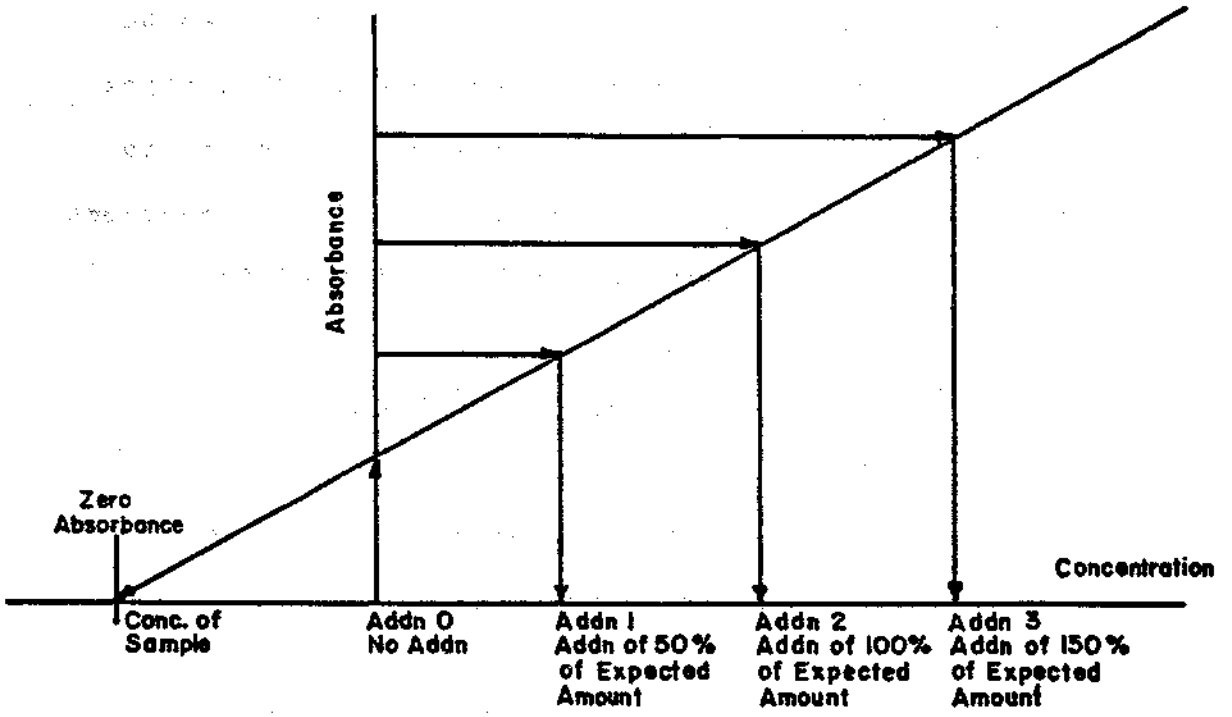


Figure 8.49-1
PLOT OF METHOD OF STANDARD ADDITIONS

Note: For this method to be valid, the plot must be linear. The slope of this line should not differ by more than 20% from the slope of the standard solutions. The effect of the assumed interference must not change as the proportion of sample to standard changes.

Solids, Sludges and Slurries

Solids, sludges and slurries may be analyzed by these methods by weighing out suitable portions and digesting as described for each metal. The material is then filtered through a 0.45 micron filter while washing down the sides of the beaker and rinsing the filter with distilled deionized water. The filtrate is then made up to a suitable volume and analyzed in the ususal manner. Results can be related back to the original sample weight and reported as mg/kg.

Samples Containing oils, greases, or waxes*

Samples of listed and non-listed wastes may contain substantial amounts of organic materials. These organics can be in the form of oils, greases, or waxes. The general HNO_3 digestion, as given in this manual, will not be vigorous enough to remove organics when analyzing for metals. In order to overcome this deficiency, the metals analysis may be performed in groups, when organics are present.

The first group: (Direct Aspiration Method)

Ba, Cd, Cr, Pb, and Ag

The second group: (Wet Digestion Method)

As, Hg, (Se), Cd, Cr, Ag, (Pb), and (Ba)

* Change # 15

Scope

Elements of the first group can be determined directly by by dissolving the organic portion of the waste in an apporpriate organic solvent and proceeding with atomic absorption using a direct aspiration technique. To determine the elements of the second group the waste is subjected to a wet digestion procedure, followed by subsequent analysis as specified in this manual.

There is some overlap between these two groups of metals and the analyst may chose either method for determining those elements common to both groups.

To analyze for metals in oil, grease, or wax containing wastes, the following methods apply:

I. Analysis of wastes containing oil, grease, or wax of the elemets Ba, Cd, Cr, Pb, and Ag.

A. Reagents

1. Cyclohexane	ultra high purity grade	
2. Mthylisobutylketone	"	"
3. p-Xylene	"	"

B. Procedure

1. Weigh out a 100 gm representative sample of the waste or extract. Separate the phases, if more than one phase is present, and weigh eacn phase.
2. The metals in the organioc phase can be determined by diluting with a solvent (specified in the reagents section or other appropriate solvent) and proceding with atomic absorption by direct aspiration as given in this manual. Record metal concentrations taking any dilutions into account.

3. Metals in the aqueous phase are determined by the procedures in this manual. (Sections 8.50 thru 8.60)

4. Report concentrations for the metals as the weighted average for both the organic and aqueous phases.

II. Analysis of oil, grease or wax containing wastes for the elements As, Hg, (Se), Cd, Cr, Ag, (Pb), and (Ba)

A. Reagents

1. Concentrated Nitric Acid	ultra high purity	
2. Concentrated Sulfuric Acid	"	"
3. Hydrogen Peroxide (30%)	"	"
4. Cnecentrated Hydrochloric Acid	"	"

B. Apparatus

Digestion flask, 250 ml flat bottom boiling flask with ₹ 24/40 joint, 300 mm Allihin condenser filled to 50 mm with Rashing rings and glass beads, and heating mantle. Kjeldahl flask 300 ml, ground glass stoppered.

C. Procedure

1. weigh out a 100 gm representative sample of the waste or extract. Separate the phases, if more than one is present, and weigh each phase.

2. Weigh 2.0 gms of the organic phase into the digestion or Kjeldahl flask. Add 10 ml H_2SO_4 and a 6 mm glass bead. Swirl flask to mix the contents.

3. If using a Kjeldahl flask approximately 3/4 of the neck of the flask should be cooled by air by directing an air stream against the neck of the flask. If using the flask and condenser apparatus, connect the Allihin condenser and circulate cooling water.

4. Heat flask gently and continue heating until dense white fumes appear. While boiling, cousiously add 1 ml HNO_3 dropwise to oxidize the organic material. This may be done through the condenser. When the HNO_3 has boiled off and dense white fumes reappear repeat the treatment with an additional 1 ml of HNO_3. Continue the addition of HNO_3 in 1 ml incerments until the digestion mixture is no darker than a straw color, indicating that almost all the organic matter has been oxidized.
5. Cool the flask slightly and add 0.5 ml (dropwise) of H_2O_2. Heat until dense white fumes appear, and while boiling coutiously add 1 ml of HNO_3 dropwise. When the HNO_3 has boiled off and dense white fumes reappear repeat the treatment with H_2O_2 and HNO_3 until the digestion mixture is colorless, at which time the organic material will be completely oxidized. Four treatments will usually suffice. The total amount of H_2O_2 used should be noted.
6. When oxidation is complete, allow the flask to cool, wash down the mouth, neck/condenser with a small volume of distilled water (5 ml) and mix the contents. Continue heating to the appearence of dense white fumes.
7. Cool and dilute to a total volume of 25 ml. Procede with determination of metals as given in this manual.

Note: If a percipitate forms add 2ml of concentrated HCL before diluting to remove the precipitate. If the precipitate pesists filter or centrifuge the solution to remove the precipitate, and procede to determine As, Se, Hg, Cr, and Cd. Ba, Pb, and Ag may be determined either by the direct aspiration method or by digestion of a smaller sample.

8. Metals in the aqueous phase, if an aqueous phase was present, are determined by the procedures in this manual, sections 8.50 thru 8.60.
9. Report concentration for metals as the weighted average for both organic and aqueous phases.

Conclusion

The details of the following approved methods are examples of acceptable techniques. Dilutions and concentrations may have to be varied to suit the instrument being used. It is important not to overwhelm the instrument with very high concentrations above the optimum recommended range. Contamination can result which is difficult to remove. At the same time, many dilutions introduce error which can be avoided by some knowledge of the waste beforehand. If nothing is known, caution is advised.

For additional information the applicable sections of "Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes", EPA 600/4-79-020 (Appendix II of this manual) may be consulted.

Graphite Furnace*

Comments:

1. It has been reported that the addition of cyanogen iodide in this procedure does not interfere in the silver determination.
2. Samples should be analyzed immediately after collection.

Procedure

1. Standards are prepared by making dilutions to cover the range 1 - 25ug Ag/liter as described in the direct aspiration method.
2. Samples are prepared, standard additions made and analyses are performed as in the direct aspiration method.

Instrument Operation

Wavelength: 328.1 nanometers

Optimum Concentration Range: 1-25 ug/liter.

Lower detection limit: 0.2 ug/liter

Purge gas: Argon

Drying time and temp: 30 sec - 125°C

Ashing time and temp: 30 sec - 400°C

Atomizing time and temp: 10 sec - 2700°C

The conditions listed above are based on a 20 ul injection; continuous flow purge gas and non-pyrolytic graphite on a Perkin Elmer model HGA 2100 furnace. Other equipment will have different requirements. Follow the manufacturer's manual.

---

* Change #12

Method 8.82

HEADSPACE METHOD

Scope and Application

This method provides a procedure for the extraction of volatile organic compounds in pastes and solids. The static headspace technique is a simple method which allows large numbers of samples to be analyzed in a relatively short period of time. Because of the large variability and complicated matrices of waste samples in the solid and paste forms, detection limits for this method may vary widely among samples. The method works best for compounds with boiling points less than 125°C. Due to their low solubility, low molecular weight compounds can only be detected at high concentrations or at reduced pressure.

The sensitivity of this method will depend on the equilibria of the various compounds between the vapor and dissolved phases.

Static Headspace Technique

Summary of Method

The waste is collected in sealed glass containers and allowed to equilibrate at 90°C. A sample of the headspace gas is withdrawn with a gas tight syringe for analysis by the appropriate gas chromatographic method.

Apparatus

1. Gas-tight syringe - 5-cc.
2. Head space standard solutions - Prepare two standard solutions of the compounds being determined at the 50-ng/ul and

250-ng/ul concentrations. Standard solutions should be prepared using methanol, methane, or other appropriate solvent. The standard solutions should be stored at less than 0°C, then allowed to warm to room temperature before dosing. Fresh standards should be prepared weekly. Procedures for preparing standards are outlined in the Purge and Trap Procedure of this manual (Method 8.83).

3. Vials, 125 ml "Hypo-Vials" (Pierce Chemical Co., #12995), or equivalent.
4. Septa, "Tuf-Bond" (Pierce #12720), or equivalent.
5. Seals, aluminum, (Pierce #13214), or equivalent.
6. Crimper, hand, (Pierce #13212), or equivalent.

Procedure*

1. Place 10.0-g each of the well-mixed waste sample into three separate 125-ml septum seal vials.
2. Dose one sample vial through the septum with 200-ul of the 50-ng/ul standard methanol solution. Label this 1 ppm spike.
3. Dose a separate (empty) 125 ml septum seal vial with 200 ul of the 50 ng/ul standard methanol solution. Label this 1 ppm standard.
4. Place the sample, 1 ppm spike, and the 1 ppm standard vials into a 90°C water bath for 1 hour. Store the remaining sample vial at 4.0°C for possible future analysis.
5. While maintaining the vials at 90°C withdraw 2 ml of the headspace gas with a gas tight syringe and analyze by injecting into a GC, operating under the appropriate conditions for the GC measurement used. Analyze all three samples in exactly the same manner.

---

* Change #13

6. Analyze the 1 ppm standard and adjust instrument sensitivity to give a responce of at least 2x the background. Record retention time and peak area.
7. Analyze the 1 ppm spiked sample in the same manner. Record RT and peak area.
8. Analyze the undosed sample as in item 7.
9. If a positive responce is noted for the undosed sample, then the waste has not been demonstrated to be free of the contaminat of interest and is thus not fundamentally different than the listed waste. If no response is noted, reinject the 1 ppm standard to verify the required sensitivity.

Note: Standard quality assurance protocols should be employed, including blanks, duplicates, and dosed samples, as described in Section 10.

Bibliography

1. "Interim Methods for the Sampling and Analyses of Priority Pollutants in Sediments and Fish Tissue," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 45268 [1980].
2. "Master Scheme for the Analysis of Organic Compounds in Water, Part I: State-of-the-Art Review of Analytical Operations," U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Research Laboratory, Athens, Georgia 30605.
3. "An EPA Manual for Organic Analysis Using Gas Chromatography - Mass Spectrometry," W.L. Budde and J.W. Eichelberger, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring Support Laboratory, Cincinnati, Ohio, 1979, EPA/600/8-79/006, Order Number PB-297164.

Method 8.83

PURGE AND TRAP METHOD

Scope and Application

This method covers a procedure for the extraction of purgeable organic compounds from aqueous liquids and free flowing paste samples prior to gas chromatographic analysis.

The success of the extraction depends on partitioning the compounds between the sample phase and gaseous headspace phases. This partitioning is a function of temperature, interfacial area, the volatility of the species being analyzed for, its solubility in the liquid being purged, and the volatility of the waste matrix. For highly volatile matrices, direct injection preceded by dilution, if necessary, should be used. For pastes, dilution of the sample until it becomes free flowing is used to insure adequate interfacial area. The success of this method also depends on the level of interferences in the sample; results may vary due to the large variability and complicated matrices of solid waste samples.

Summary of Method

An inert gas is bubbled through the sample contained in a specially-designed purging chamber. This purging transfers the volatile compounds from the liquid phase to the vapor phase. The gaseous effluent is then swept through a short sorbent tube where the organic compounds are trapped. After purging is completed, the trap is heated and backflushed to

EXTRACTION CONDITIONS cont. (4)

Compound	Extraction pH	Extraction Solvent
Tetrachloroethene	NA	NA
Tetrachlorophenol	12	Methylene Chloride
Toluene	NA	NA
Toluenediamine	> 11	Methylene Chloride
Toluene diisocyanate(s)	NA*	Methylene Chloride
Toxaphene	5-9 or > 11	Methylene Chloride
Trichloroethane	NA	NA
Trichloroethene(s)	NA	NA
Trichlorofluoromethane	NA	NA
Trichlorophenol(s)	12	Methylene Chloride
2,4,5-TP(Silvex)	<7 or > 11	Ethyl Ether or Methylene Chloride
Trichloropropane	NA	NA
Vinyl chloride	NA	NA
Vinylidene chloride	NA	NA
Xylene	NA	NA

* Change # 14

Method 8.85

SONICATION METHOD

Scope and Application

This method covers a procedure for the extraction of non-volatile and semi-volatile organic compounds from solids. The sonication produces solid disruption to ensure intimate contact of the sample matrix with the extraction solvent.[1]

Summary of Method

A weighed sample of the solid waste is ground, mixed with the extraction medium, then dispersed into the solvent using sonication. The resulting solution may then be cleaned up further or analyzed directly using the appropriate technique (Methods 8.24 through 8.25).

Apparatus

1. Apparatus for Grinding.*†

   The necessity for grinding and the choice of grinding apparatus will depend on the physical and chemical characteristics of the solid waste material in question. Any of

---

[1] The high energy vibrations produced by this method may produce artifacts and may drive off some semi-volatile compounds.

* Grinding is only necessary if the waste cannot either pass through a 1-mm standard seive or be extracted through a 1-mm diameter hole.

† Specific equipment listed in this method are for descriptive purposes only. Equivalent equipment is available from other manufactures and laboratory supply companies.

lates applicable legal requirements implementing an areawide or Statewide water quality management plan that has been approved by the Administrator under Section 208 of the Clean Water Act, as amended.

(d) Definitions of the terms "Discharge of dredged material", "Point source", "Pollutant", "Waters of the United States", and "Wetlands" can be found in the Clean Water Act, as amended, 33 U.S.C. 1251 et seq., and implementing regulations, specifically 33 CFR Part 323 (42 FR 37122, July 19, 1977).

[44 FR 53460, Sept. 13, 1979; 44 FR 54708, Sept. 21, 1979]

§ 257.3–4 Ground Water.

(a) A facility or practice shall not contaminate an underground drinking water source beyond the solid waste boundary or beyond an alternative boundary specified in accordance with paragraph (b) of this section.

(b) Only a State with a solid waste management plan approved by the Administrator pursuant to Section 4007 of the Act may establish an alternative boundary to be used in lieu of the solid waste boundary. A State may specify such a boundary only if it finds that such a change would not result in contamination of ground water which may be needed or used for human consumption. This finding shall be based on analysis and consideration of all of the following factors:

(1) The hydrogeological characteristics of the facility and surrounding land;

(2) The volume and physical and chemical characteristics of the leachate;

(3) The quantity, quality, and directions of flow of ground water;

(4) The proximity and withdrawal rates of ground-water users;

(5) The availability of alternative drinking water supplies;

(6) The existing quality of the ground water including other sources of contamination and their cumulative impacts on the ground water; and

(7) Public health, safety, and welfare effects.

(c) As used in this section:

(1) "Aquifer" means a geologic formation, group of formations, or portion of a formation capable of yielding usable quantities of ground water to wells or springs.

(2) "Contaminate" means introduce a substance that would cause:

(i) The concentration of that substance in the ground water to exceed the maximum contaminant level specified in Appendix I, or

(ii) An increase in the concentration of that substance in the ground water where the existing concentration of that substance exceeds the maximum contaminant level specified in Appendix I.

(3) "Ground water" means water below the land surface in the zone of saturation.

(4) "Underground drinking water source" means:

(i) An aquifer supplying drinking water for human consumption, or

(ii) An aquifer in which the ground water contains less than 10,000 mg/l total dissolved solids.

(5) "Solid waste boundary" means the outermost perimeter of the solid waste (projected in the horizontal plane) as it would exist at completion of the disposal activity.

§ 257.3–5 Application to land used for the production of food-chain crops (interim final).

(a) *Cadmium.* A facility or practice concerning application of solid waste to within one meter (three feet) of the surface of land used for the production of food-chain crops shall not exist or occur, unless in compliance with all requirements of paragraph (a)(1) (i) through (iii) of this section or all requirements of paragraph (a)(2) (i) through (iv) of this section.

(1)(i) The pH of the solid waste and soil mixture is 6.5 or greater at the time of each solid waste application, except for solid waste containing cadmium at concentrations of 2 mg/kg (dry weight) or less.

(ii) The annual application of cadmium from solid waste does not exceed 0.5 kilograms per hectare (kg/ha) on land used for production of tobacco, leafy vegetables or root crops grown for human consumption. For other food-chain crops, the annual cadmium application rate does not exceed:

Time period	Annual Cd application rate (kg/ha)
Present to June 30, 1984	2.0
July 1, 1984 to Dec. 31, 1986	1.25
Beginning Jan. 1, 1987	0.5

(iii) The cumulative application of cadmium from solid waste does not exceed the levels in either paragraph (a)(1)(iii)(A) of this section or paragraph (a)(1)(iii)(B) of this section.

(A)

Soil cation exchange capacity (meq/100g)	Maximum cumulative application (kg/ha)	
	Background soil pH <6.5	Background soil pH >6.5
<5	5	5
5–15	5	10
>15	5	20

(B) For soils with a background pH of less than 6.5, the cumulative cadmium application rate does not exceed the levels below: *Provided,* That the pH of the solid waste and soil mixture is adjusted to and maintained at 6.5 or greater whenever food-chain crops are grown.

Soil cation exchange capacity (meq/100g)	Maximum cumulative application (kg/ha)
<5	5
5–15	10
>15	20

(2)(i) The only food-chain crop produced is animal feed.

(ii) The pH of the solid waste and soil mixture is 6.5 or greater at the time of solid waste application or at the time the crop is planted, whichever occurs later, and this pH level is maintained whenever food-chain crops are grown.

(iii) There is a facility operating plan which demonstrates how the animal feed will be distributed to preclude ingestion by humans. The facility operating plan describes the measures to be taken to safeguard against possible health hazards from cadmium entering the food chain, which may result from alternative land uses.

(iv) Future property owners are notified by a stipulation in the land record or property deed which states that the property has received solid waste at high cadmium application rates and that food-chain crops should not be grown, due to a possible health hazard.

(b) *Polychlorinated Biphenyls (PCBs).* Solid waste containing concentrations of PCBs equal to or greater than 10 mg/kg (dry weight) is incorporated into the soil when applied to land used for producing animal feed, including pasture crops for animals raised for milk. Incorporation of the solid waste into the soil is not required if it is assured that the PCB content is less than 0.2 mg/kg (actual weight) in animal feed or less than 1.5 mg/kg (fat basis) in milk.

(c) As used in this section:

(1) "Animal feed" means any crop grown for consumption by animals, such as pasture crops, forage, and grain.

(2) "Background soil pH" means the pH of the soil prior to the addition of substances that alter the hydrogen ion concentration.

(3) "Cation exchange capacity" means the sum of exchangeable cations a soil can absorb expressed in milli-equivalents per 100 grams of soil as determined by sampling the soil to the depth of cultivation or solid waste placement, whichever is greater, and analyzing by the summation method for distinctly acid soils or the sodium acetate method for neutral, calcareous or saline soils ("Methods of Soil Analysis, Agronomy Monograph No. 9." C. A. Black, ed., American Society of Agronomy, Madison, Wisconsin. pp 891–901, 1965).

(4) "Food-chain crops" means tobacco, crops grown for human consumption, and animal feed for animals whose products are consumed by humans.

(5) "Incorporated into the soil" means the injection of solid waste beneath the surface of the soil or the mixing of solid waste with the surface soil.

(6) "Pasture crops" means crops such as legumes, grasses, grain stubble and stover which are consumed by animals while grazing.

STANDARD

Designation: 34/75

Replaces Method 4292 of Federal Test Method Standard No. 141A
British Standard 2000
American Association State Highway Transportation Standard AASHTO No. T73

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS
1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103
Reprinted from the Annual Book of ASTM Standards, Copyright ASTM
If not listed in the current combined index, will appear in the next edition.

Standard Test Methods for FLASH POINT BY PENSKY-MARTENS CLOSED TESTER[1]

This standard is issued under the fixed designation D 93; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. This is also a Standard of the Institute of Petroleum issued under the fixed designation IP 34. The final number indicates the year of last revision.

These methods were adopted as a joint ASTM-IP Standard in 1967.

1. Scope

1.1 These methods cover the determination of the flash point by Pensky-Martens closed-cup tester of fuel oils, lube oils, suspensions of solids, liquids that tend to form a surface film under test conditions, and other liquids. For the determination of the flash point of drying oils and solvent-type waxes refer to Note 1.

NOTE 1—The flash point of drying oils may be determined using ASTM Method D 1393, Test for Flash Point of Drying Oils,[2] and the flash point of solvent-type liquid waxes may be determined using Method D 1437, Test for Flash Point of Solvent-Type Liquid Waxes.[3]

NOTE 2—This method may be employed for the detection of contamination of lubricating oils by minor amounts of volatile materials.

NOTE 3—The U.S. Department of Transportation (OHMO)[4] and U.S. Department of Labor (OSHA) have established that liquids with a flash point under 100°F (37.8°C) are flammable as determined by this method for those liquids which have a viscosity of 5.8 cSt or more at 100°F (37.8°C) or 9.5 cSt or more at 25°C (77°F), or that contain suspended solids, or have a tendency to form a surface film while under test. Other classification flash points have been established by these departments for liquids using this test.

1.2 Liquids having viscosities less than 5.5 cSt at 40°C (104°F), do not contain suspended solids or do not have a tendency to form a surface film while under test should be tested in accordance with Method D 56.

1.3 This standard should be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions and should not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of a fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.

1.4 The values stated in inch-pound units shall be regarded as the standard.

2. Applicable Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 56 Test for Flash Point by Tag Closed Tester[5]

E 1 Specification for ASTM Thermometers[6]

E 134 Specification for Pensky-Martens Closed Flash Tester[7]

3. Summary of Methods

3.1 The sample is heated at a slow, constant rate with continual stirring. A small flame is directed into the cup at regular intervals with simultaneous interruption of stirring. The flash point is the lowest temperature at which application of the test flame causes the vapor above the sample to ignite.

---

[1] These methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants.

In the IP, these methods are under the jurisdiction of the Standardization Committee.

Current edition approved Aug. 29, 1980. Published October 1980. Originally published as D 93 - 21 T. Last previous edition D 93 - 79.

[2] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 29.

[3] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 30.

[4] For information concerning regulations of U. S. Department of Transportation see Codes of U. S. Regulations 49 CFR Chapter I and of U. S. Department of Labor see 29 CFR Chapter XVII. Each of these items is revised annually and may be procured from Superintendent of Documents, Government Printing Office, Washington, D. C. 20402.

[5] *Annual Book of ASTM Standards*, Parts 23 and 29.

[6] *Annual Book of ASTM Standards*, Parts 25 and 44.

[7] *Annual Book of ASTM Standards*, Parts 25 and 41.

Significance

4.1 Flash point measures the response of the sample to heat and flame under controlled laboratory conditions. It is only one of a number of properties which must be considered in assessing the overall flammability hazard of a material.

4.2 Flash point is used in shipping and safety regulations to define "flammable" and "combustible" materials. One should consult the particular regulation involved for precise definitions of these classes.

4.3 Flash point can indicate the possible presence of highly volatile and flammable materials in a relatively nonvolatile or nonflammable material. For example, an abnormally low flash point on a sample of kerosine may indicate gasoline contamination.

Definition

5.1 *flash point*—the lowest temperature of the sample, corrected to a barometric pressure of 101.3 kPa (760 mm Hg), at which application of a test flame causes the vapor of the sample to ignite under specified conditions of test.

5.1.1 The sample is deemed to have flashed when a large flame appears and instantaneously propagates itself over the surface of the sample.

5.1.2 Occasionally, particularly near the actual flash point, the application of the test flame will cause a halo or an enlarged flame; this is not a flash and should be ignored.

Apparatus

6.1 *Pensky-Martens Closed Flash Tester*, as described in Annex A1.

NOTE 4—There are automatic flash point testers available and in use which may be advantageous in that they save testing time, permit the use of smaller test specimens and exhibit other factors which may merit their use. If automatic testers are used, the user must be sure that all of the manufacturer's instructions for calibrating, adjusting, and operating the instrument are followed. In any cases of dispute the flash point as determined manually shall be considered the reference test.

6.2 *Thermometers*—Two standard thermometers shall be used with the ASTM Pensky-Martens tester, as follows:

6.2.1 For tests in which the indicated reading is within the limits 50 to 230°F (10 to 110°C), inclusive, an ASTM Pensky-Martens Closed Range or Tag Closed Tester Thermometer having a range from 20 to 230°F (−7 to +110°C) and conforming to the requirements for Thermometers 9F (9C) and as prescribed in ASTM Specification E 1 or IP Thermometer 15F (15C) conforming to specifications given in Annex A3, shall be used.

6.2.2 For tests in which the indicated reading falls within the limits 230 to 700°F (110 to 370°C), an ASTM Pensky-Martens High Range Thermometer having a range from 200 to 700°F (90 to 370°C) and conforming to the requirements for Thermometers 10F (10C) as prescribed in Specification E 1 or IP Thermometer 16F (16C) conforming to specifications given in Annex A3, shall be used.

7. Preparation of Apparatus

7.1 Support the tester on a level, steady table. Unless tests are made in a draft-free room or compartment, it is good practice, but not required, to surround the tester on three sides with a shield, each section of which is about 18 in. (450 mm) wide and 24 in. (600 mm) high.

8. Preparation of Sample

8.1 Samples of very viscous materials may be warmed until they are reasonably fluid before they are tested. However, no sample should be heated more than is absolutely necessary. It shall never be heated above a temperature of 30°F (17°C) below its expected flash point.

8.2 Samples containing dissolved or free water may be dehydrated with calcium chloride or by filtering through a qualitative filter paper or a loose plug of dry absorbent cotton. Warming the sample is permitted, but it shall not be heated for prolonged periods or above a temperature of 30°F (17°C) below its expected flash point.

8.3 Samples should not be stored in plastic (polyethylene, polypropylene, etc.) bottles, since volatile material may diffuse through the walls of the bottle.

NOTE 5—If the sample is suspected of containing volatile contaminants, the treatment described in 8.1 and 8.2 should be omitted.

METHOD A—BASIC PROCEDURE

9. Procedure

9.1 Thoroughly clean and dry all parts of the cup and its accessories before starting the test, being sure to remove any solvent which had been used to clean the apparatus. Fill the cup with the sample to be tested to the level indicated by the filling mark. Place the lid on the cup and set the latter in the stove. Be sure to have the locating or locking device properly engaged. Insert the thermometer. Light the test flame and adjust it to ⅛ in. (4 mm) in diameter. Supply the heat at such a rate that the temperature as indicated by the thermometer increases 9 to 11°F (5 to 6°C)/min. Turn the stirrer 90 to 120 rpm, stirring in a downward direction.

9.2 If the sample is known to have a flash point of 230°F (110°C) or below, apply the test flame when the temperature of the sample is from 30°F (17°C) to 50°F (28°C) below the expected flash point and thereafter at a temperature reading that is a multiple of 2°F (1°C). Apply the test flame by operating the mechanism on the cover which controls the shutter and test flame burner so that the flame is lowered into the vapor space of the cup in 0.5 s, left in its lowered position for 1 s, and quickly raised to its high position. Do not stir the sample while applying the test flame.

9.3 If the sample is known to have a flash point above 230°F (110°C) apply the test flame in the manner just described at each temperature that is a multiple of 5°F (2°C), beginning at a temperature of 30°F (17°C) to 50°F (28°C) below the expected flash point.

NOTE 6—When testing materials to determine if volatile contaminants are present, it is not necessary to adhere to the temperature limits for initial flame application as stated in 9.2 and 9.3.

9.4 Record as the observed flash point the temperature read on the thermometer at the time the test flame application causes a distinct flash in the interior of the cup. Do not confuse the true flash point with the bluish halo that sometimes surrounds the test flame at applications preceding the one that causes the actual flash.

METHOD B—DETERMINATION OF FLASH POINT OF SUSPENSIONS OF SOLIDS AND HIGHLY VISCOUS MATERIALS

10. Procedure

10.1 Bring the material to be tested and the tester to a temperature of 60 ± 10°F (15 ± 5°C) or 20°F (11°C) lower than the estimated flash point, whichever is lower. Turn the stirrer 250 ± 10 rpm, stirring in a downward direction. Raise the temperature throughout the duration of the test at a rate of not less than 2 nor more than 3°F (1 to 1.5°C)/min. With the exception of these requirements for rates of stirring and heating, proceed as prescribed in Section 9.

11. Calculation and Report

11.1 Observe and record the ambient barometric pressure (Note 7) at the time of the test. When the pressure differs from 760 mm Hg (101.3 kPa), correct the flash point as follows:

(*A*) Corrected flash point = $C + 0.25\ (101.3 - p)$

(*B*) Corrected flash point = $F + 0.06\ (760 - P)$

(*C*) Corrected flash point = $C + 0.033\ (760 - P)$

where:

F = observed flash points, °F,

C = observed flash point, °C

P = ambient barometric pressure, mm Hg, and

p = ambient barometric pressure, kPa.

NOTE 7—The barometric pressure used in this calculation must be the ambient pressure for the laboratory at the time of test. Many aneroid barometers, such as those used at weather stations and airports, are precorrected to give sea level readings. These must not be used.

11.2 Record the corrected flash point to the nearest 1°F (or 0.5°C).

11.3 Report the recorded flash point as the Pensky-Martens Closed Cup Flash Point ASTM D 93 – IP 34, of the sample tested.

12. Precision

12.1 *Method A*—The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95 % probability):

12.1.1 *Repeatability*—Duplicate results by the same operator should be considered suspect if they differ by more than the following amounts:

Material	Flash Point Range, °F (°C)	Repeatability, °F (°C)
Suspensions of solids	95 to 110 (35 to 43)	4 (2)
All others	220 (104) and under	4 (2)
	Above 220 (104)	10 (5.5)

12.1.2 *Reproducibility*—The results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if the two results differ by more than the following amounts:

Material	Flash Point Range, °F (°C)	Reproducibility, °F (°C)
Suspensions of solids	95 to 110 (35 to 43)	6 (3.5)

Material	Flash Point Range, °F (°C)	Reproducibility, °F (°C)
Varnishes	220 (104) and under	6 (3.5)
	Above 220 (104)	15 (8.5)

12.2 *Method B*—The following criteria should be used for judging the acceptability of results (95% confidence) obtained on viscous or heavily pigmented (paint or varnish) materials, or both, which tend to form a surface film.

12.2.1 *Repeatability*—The average of two tests by the same operator on the same day compared to the average of two tests on another day should be considered suspect if they differ by more than 9°F (5°C).

12.2.2 *Reproducibility*—The average of two tests by an operator on the same day compared to the average of two tests by another operator (or another laboratory) on any one day should be considered suspect if they differ by more than 18°F (10.0°C).

12.2.3 The definition of repeatability and reproducibility given here represents different parameters of the variance of the method; those given in 12.1 are derived from standards of ASTM Committee D-2 and the Institute of Petroleum, while those in 12.2 are from ASTM Committee D-1.

ANNEXES

A1. APPARATUS SPECIFICATIONS

A1.1 A typical assembly of the apparatus, gas heated, is shown in Fig. A1.1. The apparatus shall consist of a test cup, cover, and stove conforming to the following requirements:

A1.1.1 *Cup*—The cup shall be of brass, or other nonrusting metal of equivalent heat conductivity, and shall conform to the dimensional requirements in Fig. A1.2. The flange shall be equipped with devices for locating the position of the cup in the stove. A handle attached to the flange of the cup is a desirable accessory. The handle shall not be so heavy as to tip over the empty cup.

A1.1.2 *Cover:*

A1.1.2.1 *Cover Proper*—The cover shown in Fig. A1.3 shall be of brass (A1.1.1.1), and shall have a rim projecting downward almost to the flange of the cup. The rim shall fit the outside of the cup with a clearance not exceeding 0.014 in. (0.36 mm) on the diameter. There shall be a locating or locking device, or both, engaging with a corresponding device on the cup. The four openings in the cover, *A*, *B*, *C*, and *D*, are shown in Fig. A1.3. The upper edge of the cup shall be in close contact with the inner face of the cover throughout its circumference.

A1.1.2.2 *Shutter*—The cover shall be equipped with a brass (Section 3) shutter (Fig. A1.4), approximately ⅛ in. (2.4 mm) thick, operating on the plane of the upper surface of the cover. The shutter shall be so shaped and mounted that it rotates on the axis of the horizontal center of the cover between two stops, so placed, that when in one extreme position, the openings *A*, *B*, and *C* in the cover are completely closed, and when in the other extreme position these openings are completely opened. The mechanism for operating the shutter should be of the spring type and constructed so that when released the shutter shall quickly close the three openings. When operated by means external, the three cover openings shall be quickly open and the tip of the exposure tube shall be fully depressed.

A1.1.2.3 *Flame Exposure Device*—The flame-exposure device (Fig. A1.4) shall have a tip with an opening 0.027 to 0.031 in. (0.69 to 0.79 mm) in diameter. This tip shall be made preferably of stainless steel, although it may be fabricated of other suitable metals. The flame-exposure device shall be equipped with an operating mechanism which, when the shutter is in the "open" position, depresses the tip so that the center of the orifice is between the planes of the under and upper surfaces of the cover proper at a point on a radius passing through the center of the larger opening *A* (Fig. A1.3).

A1.1.2.4 *Pilot Flame*—A pilot flame shall be provided for automatic relighting of the exposure flame. A bead 5/32 in. (4 mm) in diameter may be mounted on the cover so that the size of the test flame can be regulated by comparison. The tip of the pilot flame shall have an opening the same size as the tip of the flame exposure device (0.027 to 0.031 in. (0.69 to 0.79 mm) in diameter).

A1.1.2.5 *Stirring Device*—The cover shall be equipped with a stirring device (Fig. A1.4) mounted in the center of the cover and carrying two 2-bladed metal propellers. A stirrer shaft may be coupled to the motor by a flexible shaft or a suitable arrangement of pulleys.

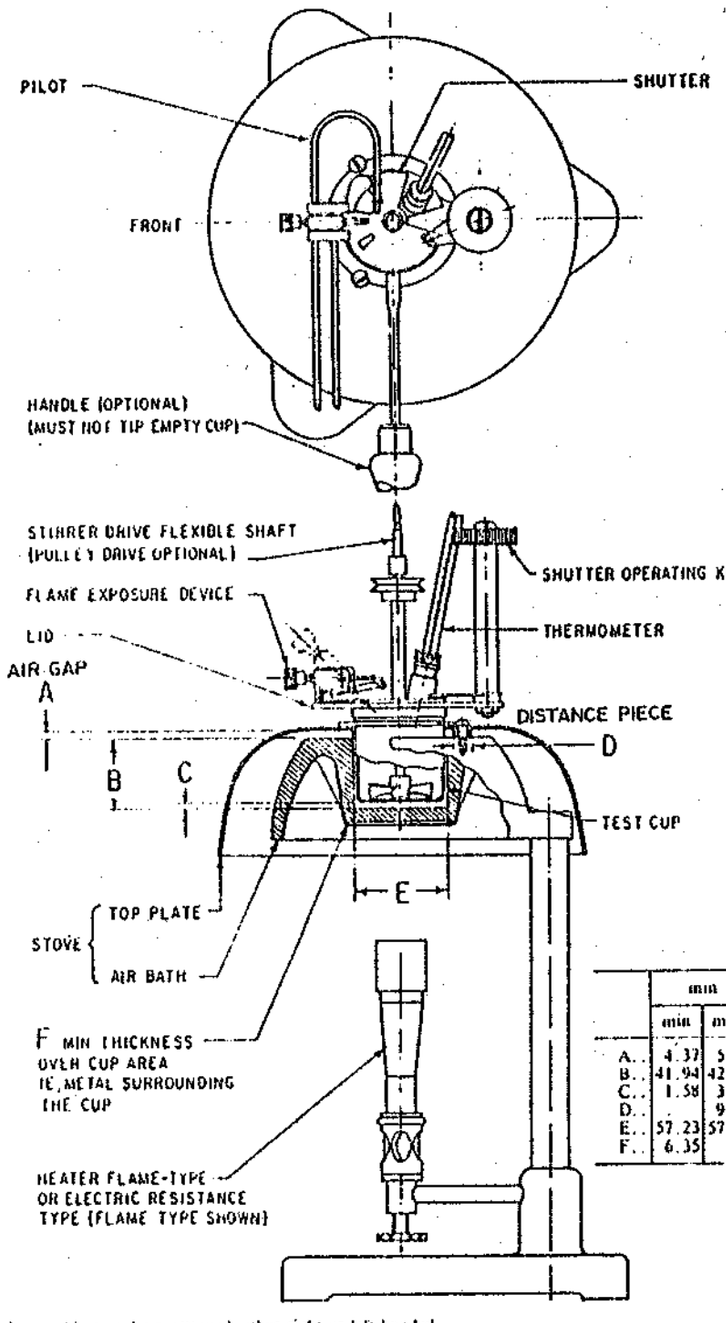
A1.1.3 *Stove*—Heat shall be supplied to the cup by means of a properly designed stove which is equivalent to an air bath. The stove shall consist of an air bath and a top plate on which the flange of the cup rests.

A1.1.3.1 *Air Bath*—The air bath shall have a cylindrical interior and shall conform to the dimensional requirements in Fig. A1.1. The air bath may be either a flame or electrically heated metal casting (Note A1.1), or an electric-resistance element (Note A1.2). In either case, the air bath must be suitable for use at the temperatures to which it will be subjected without deformation.

NOTE A1.1—If the heating element is a flame or electrically heated metal casting, it shall be so designed and used that the temperatures of the bottom and the walls are approximately the same. On this account it should be not less than ⅛ in. (6.4 mm) in thickness. The casting shall be designed so that products of combustion of the flame cannot pass up and come into contact with the cup.

NOTE A1.2—If the air bath is of the electric resistance heated type, it shall be constructed so that all parts of the interior surface are heated uniformly. The wall and bottom of the air bath shall be not less than ⅛ in. (6.4 mm) in thickness.

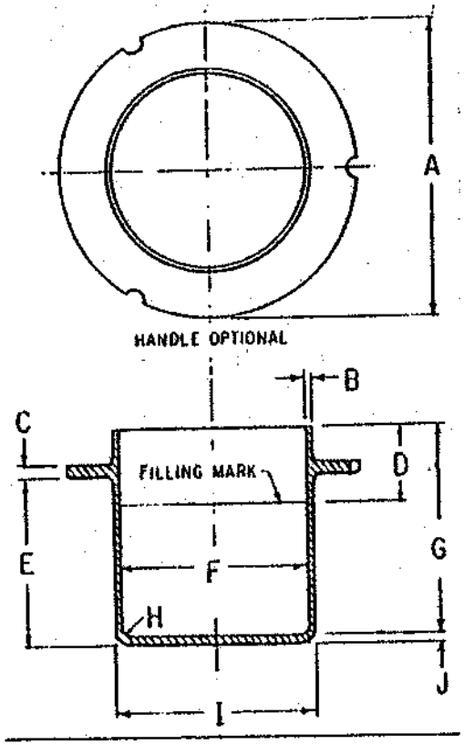
A1.1.3.2 *Top Plate*—The top plate shall be of metal, and shall be mounted with an air gap between it and the air bath. It may be attached to the air bath by means of three screws and spacing bushings. The bushings should be of proper thickness to define an air gap of 3/16 in. (4.8 mm), and they shall be not more than ⅜ in. (9.5 mm) in diameter.



	mm		in.	
	min	max	min	max
A	4.37	5.16	0.172	0.203
B	41.94	42.06	1.651	1.656
C	1.58	3.18	0.062	0.125
D	...	9.52	...	0.375
E	57.23	57.86	2.253	2.278
F	6.35	...	0.25	...

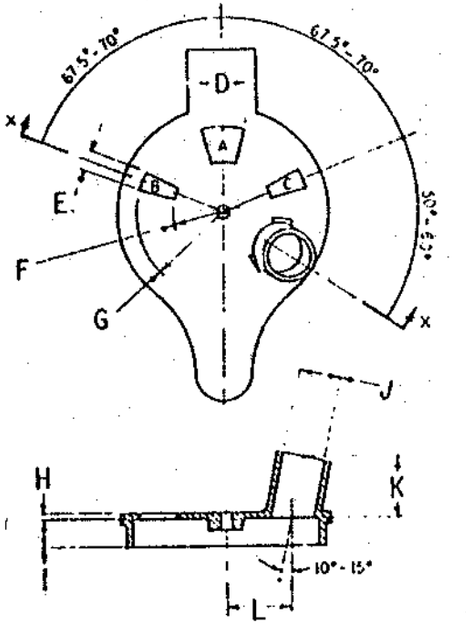
Lid assembly may be positioned either right or left-handed.

FIG. A1.1 Pensky-Martens Closed Flash Tester



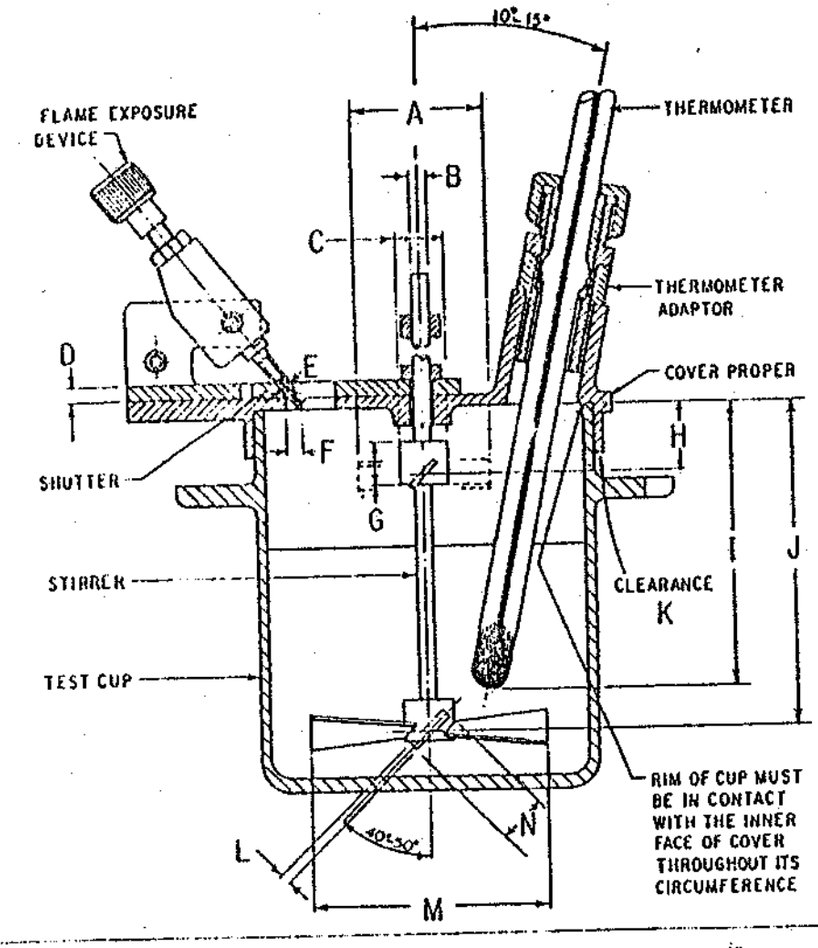
	mm		in.	
	min	max	min	max
A	79.0	79.8	3.11	3.14
B	1.0	...	0.04	...
C	2.8	3.6	0.11	0.14
D	21.72	21.84	0.855	0.860
E	45.47	45.72	1.790	1.800
F	50.72	50.85	1.997	2.002
G	55.75	56.00	2.195	2.205
H	3.8	4.0	0.15	0.16
I	53.90	54.02	2.122	2.127
J	2.29	2.54	0.090	0.100

FIG. A1.2 Test Cup



	mm		in.	
	min	max	min	max
D	12.7	13.5	0.50	0.53
E	4.8	5.6	0.19	0.22
F	13.5	14.3	0.53	0.56
G	23.8	24.6	0.94	0.97
H	1.2	2.0	0.05	0.08
I	7.9	...	0.31	...
J	12.27	12.32	0.483	0.485
K	16.38	16.64	0.645	0.655
L	18.65	19.45	0.734	0.766

FIG. A1.3 Cover Proper



	mm		in.	
	min	max	min	max
A	18.3	19.8	0.72	0.78
B	2.38	3.18	0.094	0.125
C	7.6	8.4	0.30	0.33
D	2.0	2.8	0.08	0.11
E	0.69	0.79	0.027	0.031
F	2.0	2.8	0.08	0.11
G	6.4	10.4	0.25	0.41
H	9.6	11.2	0.38	0.44
J	43.0	46.0	1.69	1.81
K	50.0	51.6	1.97	2.03
L		0.36		0.014
M	1.22	2.06	0.048	0.08
N	42.8	44.4	1.25	1.75
	7.6	8.4	0.30	0.33

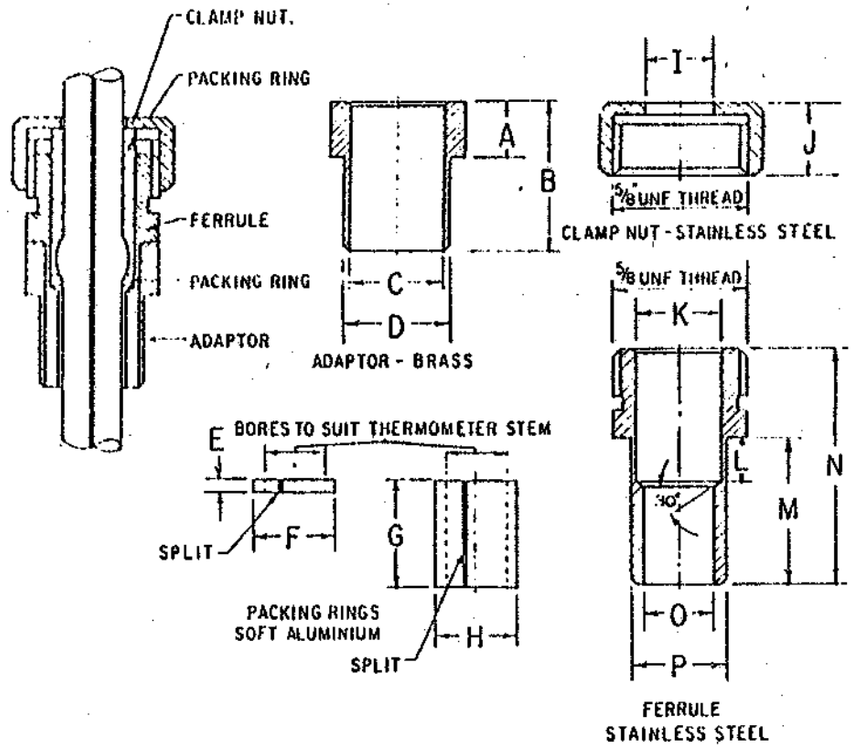
[A] Includes tolerance for lengths of thermometer given in Specification E 1.

FIG. A1.4 Test Cup and Cover Assembly

A2. MANUFACTURING STANDARDIZATION OF THERMOMETER AND FERRULE

A2.1 The low-range thermometer, which conforms also to the specification for the cup thermometer in the Tag closed tester (Method D 56) and which frequently is fitted with a metal ferrule intended to fit the collar on the cover of the Tag flash tester, can be supplemented by an adapter (Fig. A2.4) to be used in the larger diameter collar of the Pensky-Martens apparatus. Differences in dimensions of these collars, which do not affect test results, are a source of unnecessary trouble to manufacturers and suppliers of instruments, as well as to users.

A2.2 Subcommittee 21 on Metalware Laboratory Apparatus, of ASTM Committee E-1 on Methods of Testing, studied this problem and established some dimensional requirements which are shown in Fig. A2.1. Conformity to these requirements is not mandatory, but is desirable to users as well as suppliers of Pensky-Martens testers.



	mm		in.	
	min	max	in.	max
A	6.20	6.50	0.244	0.256
B	17.0	18.0	0.67	0.71
C	9.80	9.85	0.386	0.388
D	12.19	12.24	0.480	0.482
E	1.40	1.65	0.055	0.065
F	8.56	8.61	0.337	0.339
G	12.4	13.0	0.49	0.57
H	8.56	8.61	0.337	0.339
I	8.1	8.6	0.32	0.34
J	9.9	10.7	0.39	0.42
K	8.64	8.69	0.340	0.342
L	5.1	5.6	0.20	0.22
M	17.0	17.5	0.67	0.69
N	27.4	28.2	1.08	1.11
O	7.11	7.16	0.280	0.282
P	9.73	9.78	0.383	0.385

FIG. A2.1 Dimensions for Thermometer Adaptor, Ferrule, and Packing Ring

A3. THERMOMETER SPECIFICATIONS

TABLE A3.1 IP Thermometer Specifications

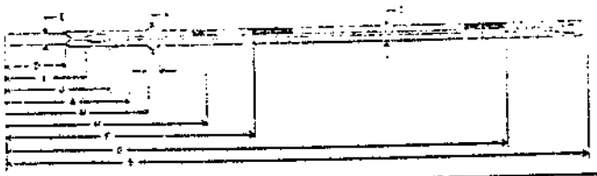
Note – The stem shall be made with an enlargement having a diameter of 1.5 to 2.0 mm greater than the stem and a length of 3 to 5 mm, the bottom of the enlargement being 64 to 66 mm from the bottom of the bulb. These dimensions shall be measured with the test gage shown in Fig. A3.1.

Name	IP 15F	IP 15C	IP 16F	IP 16C
	Pensky-Martens Low		Pensky-Martens High	
Range	20 to 230°F	−7 to 110°C	200 to 700°F	90 to 370°C
Graduation	1°F	0.5°C	5°F	2°C
Immersion, mm	57	57	57	57
Overall length ±10 mm	280	280	280	280
Stem diameter, mm	5.5 to 7.0	5.5 to 7.0	5.5 to 7.0	5.5 to 7.0
Bulb shape	cylindrical	cylindrical	cylindrical	cylindrical
Bulb length, mm	9 to 13	9 to 13	10 max	10 max
Bulb diameter, mm	not less than 5.5 and not greater than stem	not less than 5.5 and not greater than stem	not less than 5.5 and not greater than stem	not less than 5.5 and not greater than stem
Length of graduated portion, mm	143 to 177	143 to 177	143 to 177	143 to 177
Distance bottom of bulb to, mm	20°F 75 to 90	−7°C 75 to 90	200°F 75 to 90	90°C 75 to 90
Longer lines at each	5°F	1 and 5°C	25°F	10 and 20°C
Figured at each	10°F	5°C	50°F	20°C
Expansion chamber	Required	Required	Required	Required
Top finish	Ring	Ring	Ring	Ring
Scale error not to exceed ±	1°F	0.5°C	2.5 to 500°F 3.5°F above 500°F	1 to 260°C 2°C above 260°C
See notes	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures	1 and see table for emergent stem temperatures

Table A3.2 Specifications for [illegible] Thermometers

All dimensions are in millimetres

See Table A3.3 for Standardization Temperature.



ASTM No. and Name	Range	For Test at	Immersion	Graduations: Subdivisions	Graduations: Long Lines at Each	Graduations: Number at Each	Scale Error max	Special Inscription	Expansion Chamber: Permit Heating to	Total Length, ±5	Stem OD	Bulb: Length	Bulb: OD	Scale Location: Bottom of Bulb to Line at	Scale Location: Distance	Scale Location: Bottom of Bulb to Line at	Scale Location: Distance	Ice Point Scale: Range	Ice Point Scale: Bottom of Bulb to Ice Point	Contraction Chamber: Distance to Bottom, min	Contraction Chamber: Distance to Top, max	Stem Enlargement: OD	Stem Enlargement: Length	Stem Enlargement: Distance to Bottom
										B	C	D	E		F		G	H		I	J	K	L	M
9C - 62 Pensky-Martens. Low Range Tag Closed Tester	−5 to +110°C		57	0.5°C	1°C	5°C	0.5°C	ASTM 9C or 9F 57 MM IMM	160°C	287	6.0 to 7.0	9.0 to 13	> stem	0°C	85 to 98	100°C	221 to 237					7.5 to 8.5	2.5 to 5.0[D]	64 to 66
9F - 62	20 to 230°F			1°F	5°F	10°F	1°F		320°F					32°F		212°F								
10C - 62 Pensky-Martens. High Range	90 to 370°C		57	2°C	10°C	20°C	[A]	ASTM 10C or 10F 57 MM IMM	[C]	287	6.0 to 7.0	8.0 to 10	4.5 to 6.0	110°C	86 to 99	360°C	227 to 245					7.5 to 8.5	2.5 to 5.0[D]	64 to 66
10F - 62	200 to 700°F			5°F	25°F	50°F	[B]							230°F		680°F								

[A] Scale error: 1°C up to 260°C; 2°C over 260°C.

[B] Scale error: 2.5°F up to 500°F; 3.5°F over 500°F.

[C] An expansion chamber is provided for relief of gas pressure to avoid distortion of the bulb at higher temperatures. It is not for the purpose of joining mercury seperations; and under no circumstances should the thermometer be heated above the highest temperature reading.

[D] The length of the enlargement, and the distance from the bottom of the enlargement to the bottom of the bulb shall be measured with the test gage shown in Fig. A3.1.

TABLE A3.3 Standardization Temperatures

NOTE—The emergent column temperatures are those attained when using the thermometers in the test equipment for which the thermometers were originally designed. In some cases these temperatures are markedly different from those reached during standardization.

Average Temperature of Emergent Column	Thermometer 9C (−5 to +110°C)	Thermometer 9F (20 to 230°F)	Average Temperature of Emergent Column	Thermometer 10C (90 to 370°C)	Thermometer 10F (200 to 700°F)	Average Temperature of Emergent Column
118°F	48°C	49°C	220°F	104°C	220°F	104°C
66°F	19°C	19°C	140°F	60°C	140°F	60°C
86°F	30°C	30°C	176°F	80°C	176°F	80°C
104°F	40°C	40°C	212°F	100°C	212°F	100°C
122°F	50°C	50°C	248°F	120°C	248°F	120°C
140°F	60°C	60°C	284°F	140°F	284°F	140°F
158°F	70°C	70°C	320°F	160°C	320°F	160°C
176°F	80°C	80°C	356°F	180°C	356°F	180°C
194°F	90°C	90°C	392°F	200°C	392°F	200°C
212°F	100°C	100°C	428°F	220°C	428°F	220°C
230°F	110°C	110°C	464°F	240°C	464°F	240°C
248°F	120°C	120°C	500°F	260°C	500°F	260°C
266°F	130°C	130°C	536°F	280°C	536°F	280°C
284°F	140°C	140°C	572°F	300°C	572°F	300°C
302°F	150°C	150°C	608°F	320°C	608°F	320°C
320°F	160°C	160°C	644°F	340°C	644°F	340°C
338°F	170°C	170°C	680°F	360°C	680°F	360°C
356°F	180°C	180°C	716°F	380°C	716°F	380°C
374°F	190°C	190°C	752°F	400°C	752°F	400°C
392°F	200°C	200°C	788°F	420°C	788°F	420°C
410°F	210°C	210°C	824°F	440°C	824°F	440°C
428°F	220°C	220°C	860°F	460°C	860°F	460°C
446°F	230°C	230°C	896°F	480°C	896°F	480°C
464°F	240°C	240°C	932°F	500°C	932°F	500°C
482°F	250°C	250°C	968°F	520°C	968°F	520°C
500°F	260°C	260°C	1004°F	540°C	1004°F	540°C
518°F	270°C	270°C	1040°F	560°C	1040°F	560°C
536°F	280°C	280°C	1076°F	580°C	1076°F	580°C
554°F	290°C	290°C	1112°F	600°C	1112°F	600°C
572°F	300°C	300°C	1148°F	620°C	1148°F	620°C
590°F	310°C	310°C	1184°F	640°C	1184°F	640°C
608°F	320°C	320°C	1220°F	660°C	1220°F	660°C
626°F	330°C	330°C	1256°F	680°C	1256°F	680°C
644°F	340°C	340°C	1292°F	700°C	1292°F	700°C
662°F	350°C	350°C	1328°F	720°C	1328°F	720°C
680°F	360°C	360°C	1364°F	740°C	1364°F	740°C
698°F	370°C	370°C	1400°F	760°C	1400°F	760°C
716°F	380°C	380°C	1436°F	780°C	1436°F	780°C
734°F	390°C	390°C	1472°F	800°C	1472°F	800°C
752°F	400°C	400°C	1508°F	820°C	1508°F	820°C
770°F	410°C	410°C	1544°F	840°C	1544°F	840°C
788°F	420°C	420°C	1580°F	860°C	1580°F	860°C
806°F	430°C	430°C	1616°F	880°C	1616°F	880°C
824°F	440°C	440°C	1652°F	900°C	1652°F	900°C
842°F	450°C	450°C	1688°F	920°C	1688°F	920°C
860°F	460°C	460°C	1724°F	940°C	1724°F	940°C
878°F	470°C	470°C	1760°F	960°C	1760°F	960°C
896°F	480°C	480°C	1796°F	980°C	1796°F	980°C
914°F	490°C	490°C	1832°F	1000°C	1832°F	1000°C
932°F	500°C	500°C				

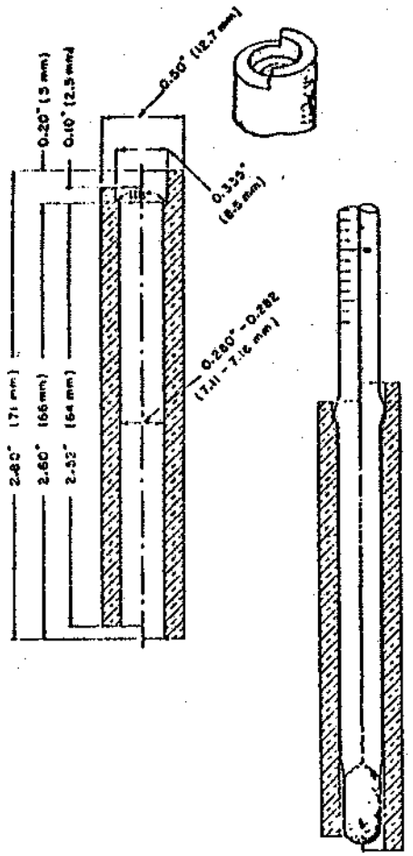


FIG. A3.1 Test Gage for Checking Enlargements on Thermometers

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103, which will schedule a further hearing regarding your comments. Failing satisfaction there, you may appeal to the ASTM Board of Directors.

STANDARD

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS
1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103
Reprinted from the Annual Book of ASTM Standards, Copyright ASTM
If not listed in the current combined index, will appear in the next edition.

Standard Test Methods for FLASH POINT OF LIQUIDS BY SETAFLASH CLOSED TESTER[1]

This standard is issued under the fixed designation D 3278; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval.

1. Scope

1.1 These methods cover the determination of the flash point, by Setaflash® Closed Tester, of paints, enamels, lacquers, varnishes, and related products and their components having flash points between 32 and 230°F (0 to 110°C) and a viscosity[2] lower than 150 st at 77°F (25°C).[3]

NOTE 1—Tests at higher or lower temperatures are possible.

1.2 The procedures may be used to determine whether a material will or will not flash at a specified temperature or to determine the finite temperature at which a material will flash.

1.3 The results from these methods are comparable to those obtained by the Tag Closed Tester procedure described in Method D 56 and the Pensky-Martens Tester method described in Method D 93.[3]

1.4 *This standard should be used to measure and describe the properties of materials, products, or assemblies in response to heat and flame under controlled laboratory conditions and should not be used to describe or appraise the fire hazard or fire risk of materials, products, or assemblies under actual fire conditions. However, results of this test may be used as elements of a fire risk assessment which takes into account all of the factors which are pertinent to an assessment of the fire hazard of a particular end use.*

NOTE 2—This method is also similar to International Standards ISO 3679, Paints and Varnishes, Rapid Test for Determination of Flashpoint and ISO 3680, Paint and Varnishes, Rapid Test for Determination of Danger Classification by Flashpoint.

2. Applicable Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 56 Test for Flash Point by Tag Closed Tester[4]

D 93 Test for Flash Point by Pensky-Martens Closed Tester[4]

D 850 Test for Distillation of Industrial Aromatic Hydrocarbons and Related Materials[4]

D 1015 Test for Freezing Points of High-Purity Hydrocarbons[5]

D 1078 Test for Distillation Range of Volatile Organic Liquids[4]

3. Summary of Methods

3.1 By means of a syringe, 2 ml of sample is introduced through a leakproof entry port into the tightly closed Setaflash Tester or directly into the cup that has been brought to within 5°F (3°C) below the expected flash point. As a flash/no flash test, the *expected* flash point temperature may be a specification or other operating requirement. The temperature of the apparatus is raised to the precise temperature of the expected flash point by slight adjustment of the temperature dial. After 1 min, a test flame is applied inside the cup and note is taken as to whether the test specimen flashes or not. If a repeat test is necessary, a fresh specimen must be used.

---

[1] These methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D-1 on Paint and Related Coatings and Materials, and are the direct responsibility of Subcommittee D01.22 on Health and Safety.

Current edition approved Dec. 21, 1978. Published March 1979. Originally published as D 3278 – 73. Last previous edition D 3278 – 73.

[2] See Annex A 4 for testing more viscous materials.

[3] The U.S. Dept. of Transportation has accepted the use of this method as an alternative to either Methods D 56 or D 93 for determining the fire hazard classification of liquids.

[4] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 29.

[5] *Annual Book of ASTM Standards*, Part 23.

4.2 For a finite flash measurement, the temperature is sequentially increased through the anticipated range, the test flame being applied at 2°F (1°C) intervals until a flash is observed. A repeat determination is then made using a fresh specimen, starting the test at the temperature of the last interval before the flash point of the material and making tests at increasing 1°F (0.5°C) intervals.

4. Apparatus

4.1 *Setaflash Tester*[6], shown in Fig. A1, and described in Annex A1.

4.2 *Thermometers*[7], low, medium, high, Setaflash. Test to determine that the scale error does not exceed 0.5°F (0.25°C). The use of a magnifying lens significantly assists in making temperature observations.

4.3 *Glass Syringe*, 2 ± 0.1-ml capacity at 77°F (25°C), to provide a means of taking a uniform specimen. Check the capacity by discharging water into a weighing bottle and weighing. Adjust plunger if necessary. A disposable syringe of equal precision may be used.

4.4 *Cooling Block*, aluminum (described in Annex A2) which fits snugly within the test cup for rapid cooling of the sample cup.

4.5 *Barometer.*

5. Reagents and Materials

5.1 *p-Xylene*[8]—Reference standard for checking the Setaflash tester.

5.2 *Cooling Mixture*[9] of ice water or dry ice (solid CO_2) and acetone.

5.3 *Liquefied Petroleum Gas.*

5.4 *Heat Transfer Paste*[10]

6. Sampling

6.1 The specimen size for each test is 2 ml. Obtain at least a 25-ml sample from the bulk source and store in a nearly full tightly closed clean glass container or in other container suitable for the type of liquid being sampled.

6.2 Erroneously high-flash points may be obtained if precautions are not taken to avoid loss of volatile material. Do not open sample containers unnecessarily and do not transfer the specimen to the cup unless its temperature is at least 20°F (10°C) below the expected flash point. Discard samples in leaky containers.

7. Preparation of Apparatus

7.1 Prior to initial use or after removal of the thermometer, insert the thermometer into its pocket, Fig. A2, with a good heat transfer paste.

7.2 To help in making the necessary settings during a test, determine the relationship between the temperature control dial and thermometer readings at intervals not over 10°F (5°C) throughout the scale range of heater before the initial use.

7.3 Place the tester in a subdued light and in a position where it is not exposed to disturbing drafts. Provide a black-coated shield, if necessary.

7.4 Read the manufacturer's operating and maintenance instructions on the care and servicing of the tester. Observe the specific suggestions regarding the operation of its various controls.

7.5 Check the accuracy of the tester by determining the flash point of the *p*-xylene reference standard in duplicate (Annex A3). The mean of the results should be 81 ± 1.5°F (27.2 ± 0.8°C). If not, remove the thermometer and observe whether sufficient heat transfer paste surrounds the thermometer to provide good heat transfer from the cup to the thermometer.

METHOD A—FLASH/NO FLASH

8. Procedure—Ambient to 230°F (110°C)

8.1 Inspect the inside of the test cup, lid, and shutter mechanism for cleanliness and freedom from contamination. Use an absorbent tissue to wipe clean, if necessary. Lock the cover lid tightly in place.

[6] Unit shown in Fig. A1 is manufactured by Stanhope-Seta Ltd., Park Close, Egham, Surrey, England. It is available in the USA from Erdco Engineering Corp., 136 Official Road, Addison, Ill. 60101, or from Paul N. Gardner Co., Station 9, P.O. Box 6633, Fort Lauderdale, Fla. 33316.

[7] Thermometers may be obtained from the suppliers of the Setaflash. Specifications for ASTM Setaflash Standard Thermometers are being developed by ASTM E20.05 on Liquid-in-Glass Thermometers and Hydrometers.

[8] *p*-xylene is available as "Flash Point Check Fluid" from Special Products Div., Phillips Petroleum Co., Bartlesville, Okla.

[9] Cooling blocks may be obtained from Erdco Engineering Corp (6).

[10] Heat transfer paste is available from the suppliers of the Setaflash Tester. Dow Corning also can supply a similar paste as their No. 340 silicone.

8.2 Switch the tester on, if not already on, and set to stand-by. To rapidly approach the specification flash temperature of the charged sample, turn the heater dial fully clockwise (Note 2) causing the heater signal (red) light to glow. When the thermometer indicates a temperature of about 5°F (3°C) below the specification or target flash point temperature, reduce the heat input to the test cup by slowly turning the heater control dial counter clockwise until the signal light goes out (Note 3).

NOTE 2—When the correct temperature is dialed on the temperature controller, the elapsed time to reach it may be greater than when turned Full On, but less attention will be required in the intervening period.

NOTE 3—The test cup temperature is stable when the signal light slowly cycles on and off.

8.3 Determine the barometric pressure to determine the corrected specification temperature at that barometric pressure (see 13.2).

8.4 After the test cup temperature has stabilized at the specification or target flash point, charge the syringe with the sample to be tested and transfer the syringe to the filling orifice (Fig. A1.2 taking care not to lose any sample. Discharge the specimen into the test cup by depressing the syringe plunger to its lowest position, then remove the syringe. If the material has a viscosity greater than 45 SUS at 100°F (38°C) or equivalent of 9.5 cSt at 77°F (25.0°C), discharge the contents of the syringe directly into the cup. Immediately close tightly the lid and shutter assembly.

8.5 Set the 1-min timing device by rotating its knob clockwise to the required setting. In the meantime, open the gas control valve and light the pilot and the test flames. Adjust the test flame size with the pinch valve so as to match the size of the 5/32 in. (4-mm) diameter flame gage.

8.6 After 1 min has elapsed, observe the temperature. If at the specification temperature (accounting for the differences of the barometer reading from 760 mm), watch for a flash, apply the test flame by slowly and uniformly opening the slide fully and closing completely over a period of approximately 2½ s.

NOTE 4—When inserted, the nozzle of the ignition device shall be 1 ± 1 mm above the underside of the cover.

NOTE 5—The material is considered to have flashed only if a comparatively large blue flame the liquid. Occasionally, application of the test flame flash point temperature application of the test flame may give rise to a halo; this should be ignored.

8.7 Turn off the test and the pilot flame. Clean the apparatus in preparation for the next test.

9. Procedure—32°F (0°C) to Ambient

9.1 If the specification or target flash point is at or below ambient temperature, cool the sample to 10 to 20°F (5 to 10°C) below that point by some convenient means.

9.2 Cool the tester to approximately the temperature of the sample by inserting the cooling block (Annex A1.2) filled with a cooling mixture (Notes 5 and 6) into the sample well. Dry the cup with a paper tissue to remove any collected moisture prior to adding the sample.

9.2.1 **Caution**—Be careful in handling the cooling mixture and cooling block; wear gloves and goggles. Mixtures such as dry ice and acetone can produce severe frost bite.

NOTE 6: **Caution**—Be careful in inserting the cooling block into the tester cup to prevent damage to the cup.

9.3 Introduce the specimen as in 8.4. Allow the temperature to rise under ambient conditions or increase the temperature of the cup by rotating the heater controller clockwise slowly until the specification temperature adjusted for barometric pressure is reached. Determine whether the material flashes as in 8.5 and 8.6.

9.4 Turn off the test and pilot flames. Clean up the apparatus.

METHOD B—FINITE FLASH POINT

10. Procedure—Ambient to 230°F (110°C)

10.1 *Preliminary or Trial Test*—Follow steps 8.1 to 8.5 omitting the barometric reading and using an estimated finite flash point instead of a specification flash point temperature.

10.2 After 1 min has elapsed, observe the temperature, watch for a flash (Note 5), apply the test flame by slowly and uniformly opening the slide fully and closing completely over a period of 2½ s.

10.3 *Finite Flash Point*—If a flash is observed proceed as below.

10.3.1 Using a temperature of 9°F (5°C) lower than the temperature observed in 10.2, repeat 10.1 and 10.2 (Note 6). If a flash is still observed, repeat at 9°F (5°C) lower intervals until no flash is observed.

NOTE 7—Never make a repeat test on the same specimen. Always take a fresh portion for each test.

10.3.2 Repeat 10.1 and 10.2 with a new specimen, stabilizing the test cup temperature at the temperature at which no flash occurred previously. Observe if a flash occurs at this temperature. If no flash occurs, increase the temperature at 1°F (0.5°C) intervals by making small incremental adjustment to the temperature controller and allowing 1-min intervals between each increment and the flash point test. Record the temperature at which the flash actually occurs. Record the barometric pressure. Turn off pilot and test flames and clean up tester.

10.4 *Finite Flash Point*—If no flash point is observed in 10.2, proceed as follows:

10.4.1 Using a test temperature of 9°F (5°C) higher than the temperature observed in 10.2, repeat steps 10.1 and 10.2 (Note 7). If no flash is observed, repeat at 9°F (5°C) higher intervals until a flash is observed.

10.4.2 Repeat step 10.3.2 with a new specimen.

11. Procedure—32°F (0°C) to Ambient Temperature

11.1 *Preliminary or Trial Test*—Cool the sample to 5 to 10°F (3 to 5°C) below the expected flash point.

11.2 Cool the tester to approximately the temperature of the sample by inserting the cooling block filled with a cooling medium, in the sample well (9.2.1 and Note 6).

11.3 Insert the specimen as in 8.4. Set the test timing device. After 1 min, observe for flash (Note 5), apply the test flame by slowly and uniformly opening the slide fully and closing completely over a period of approximately 1 s. Record the temperature.

11.4 *Finite Flash Point*—If a flash is observed, proceed as follows:

11.4.1 Take a new specimen and recool the test cup to 9°F (5°C) below the previous temperature (11.3). After 1 min, check for a flash as in 11.3. If the material flashes repeat test at 9°F (5°C) lower intervals until no flash is observed.

11.4.2 Repeat with a new specimen, cooling both sample and tester to the temperature at which the material did not flash. After 1 min, observe if a flash occurs at this temperature, if not, increase the temperature at 1°F (0.5°C) intervals by making small incremental adjustments to the temperature controller, allowing 1 min between each increment and the test for the flash point. Record the temperature at which the flash actually occurs. Record the barometric pressure.

11.5 *Finite Flash Point*—If no flash point is observed proceed as follows:

11.5.1 Using a test temperature of 9°F (5°C) higher than the temperature observed in 11.3, repeat step 11.3 (Note 6). If no flash is observed, repeat at 9°F (5°C) higher intervals until flash is observed.

11.5.2 Using a new specimen, repeat 11.4.2 until a flash occurs. Record the temperature at which the flash occurs and the barometric pressure.

12. Clean Up of Apparatus and Preparation for Next Test

12.1 To prepare for the next test, unlock the lid assembly of the tester and raise to the hinge stop. Soak up liquid samples with an absorbent paper tissue and wipe dry. Clean the underside of the lid and filling orifice. A pipe cleaner may be of assistance in cleaning the orifice.

12.2 If the sample is a viscous liquid or contains dispersed solids, after soaking up most of the sample add a small amount of a suitable solvent for the sample to the cup and then soak up the solvent and wipe clean the interior surfaces of the cup with an absorbent tissue paper.

NOTE 8—If necessary to remove residual high boiling solvent residues, moisten tissue with acetone and wipe clean.

NOTE 9—If any further cleaning is necessary, remove the lid and shutter assembly. Disconnect the silicone rubber hose and slide the lid assembly to the right to remove. If warm, handle carefully.

12.3 After the cup has been cleaned, its temperature may be rapidly increased to some stand-by value by turning the temperature control dial to an appropriate point.

NOTE 10—It is convenient to hold the test cup at some stand-by temperature (depending on planned usage) to conserve time in bringing the cup within the test temperature range. The cup temperature may be quickly lowered by inserting the aluminum cooling block filled with an appropriate cooling mixture into the cup.

12.4 The syringe is easily cleaned by filling it several times with acetone or any compatible solvent, discharging the solvent each time, and allowing the syringe to air dry with the plunger removed. Replaced the plunger, and pump several times to replace any solvent vapor with air.

13. Correction for Barometric Pressure

13.1 When the barometric pressure differs from 760 mm Hg (101.3 kPa), calculate the flash point-temperature by means of the following equations:

$$\text{Calculated flash point} = F + 0.06\,(760 - P)$$
$$= C + 0.03\,(760 - P)$$

where:

F, C = observed flash point, °F (or °C), and
P = barometric pressure, mm Hg.

13.2 Likewise determine the corrected specification flash point by the following equation:

$$F = S - 0.06\,(760 - P)$$
$$C = S - 0.03\,(760 - P)$$

where:

F, C = flash point to be observed to obtain the specification flash point at standard pressure (S).
S = specification flash point.

14. Report

14.1 When using the flash/no flash method, report whether the sample flashed at the required flash point and that the flash/no flash method was used.

14.2 If an actual flash point was determined, report the mean of duplicate runs to nearest 1°F (0.5°C) provided the difference between the two values does not exceed 2°F (1°C).

15. Precision[11]

15.1 On the basis of an interlaboratory study of this method in which one operator in each of five laboratories made duplicate tests on two different days on four solvents and three resins and two paints of different flash points the within-laboratory and between-laboratory standard deviations were found to be:

Materials	Standard Deviation	
	Within-Laboratory	Between-Laboratories
Solvents (viscosity below 45 SUS at 100°F)	0.98°F	1.55°F
Resins and Paints (viscosity above 45 SUS at 100°F)	1.89	2.41

Based on these standard deviations the following criteria should be used to judge the precision of results at the 95 % confidence level:

15.2 Liquids at or below 45 SUS at 100°F or equivalent viscosity measurements:

15.2.1 *Repeatability*—Two results, each the mean of duplicate results obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ by more than 3°F (1.7°C).

15.2.2 *Reproducibility*—Two results, each the mean of duplicate measurements obtained in different laboratories, should be considered suspect if they differ by more than 6°F (3.3°C).

15.3 Viscous liquid above 45 SUS at 100°F or liquids with dispersed solids:

15.3.1 *Repeatability*—Two results, each the mean of duplicate results obtained by the same operator on different days should be considered suspect if they differ by more than 6°F (3.3°C).

15.3.2 *Reproducibility*—Two results, each the mean of duplicate measurements obtained by different laboratories should be considered suspect if they differ by more than 9°F (5°C).

[11] Supporting data for these methods have been filed at ASTM Headquarters RR D-1-1000 and reported in *Journal of Pain Technology*, Vol. 45, No. 581 Page 44.

ANNEXES

A1. APPARATUS SPECIFICATIONS

A1.1 A typical apparatus is shown in Fig. A1.1 and A1.2. Electrical heaters are fastened to the cup in a way as to provide for efficient transfer of heat. The tester includes a variable heater control device with a scaled dial and a visible signal to indicate when energy is or is not being applied. Energy may be supplied from a 115 or 230-V a-c main service (for stationary use) or by a 12-V d-c battery service (for field use). An adjustable test flame and a pilot flame to maintain the test flame, are provided. These flames may be fueled by piped gas service (fixed location) or by a self-contained tank of liquefied petroleum gas (5.3) (for portability). A test flame measuring $\frac{1}{16}$ in. (4 mm) in diameter, may be checked against a gage ring; on the surface of the tester. Never recharge the gas tank with the pilot or test flames lighted, nor in the vicinity of other naked flames. A 1-min audible signal is a desirable accessory. The cover is fitted with an opening slide device capable of inserting the ignition flame into the well when the slide is open. When inserted the nozzle of the ignition device shall be 1 ± 0.1 mm above the underside of the cover.

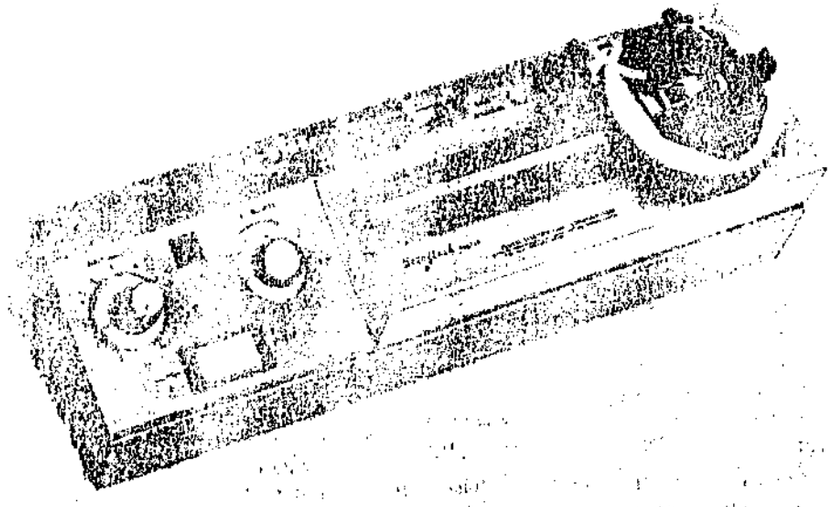
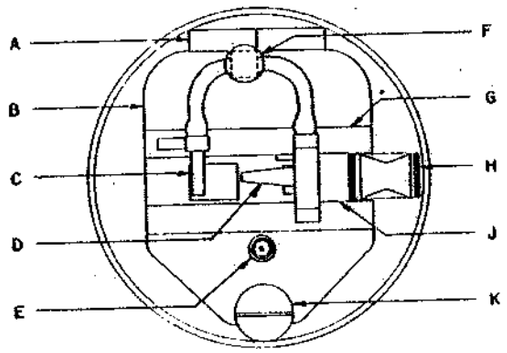
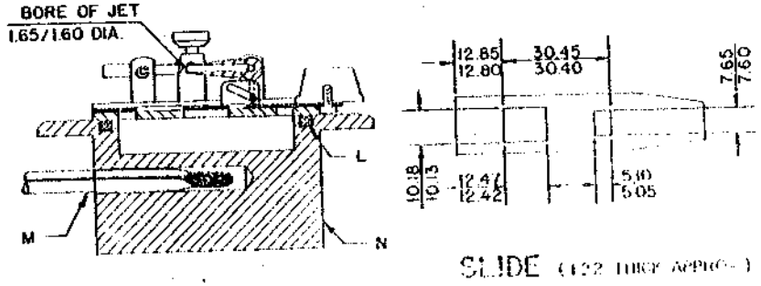


FIG. A1.1 Setaflash Tester.



B - LID
C - PILOT JET
D - TEST JET
E - FILLER ORIFICE
F - GAS CONTROL SCREW
G - SLIDE GUIDE
H - SLIDE KNOB
J - SLIDE
K - LOCK CLOSURE
L - SEALING O-RING
M - THERMOMETER
N - SAMPLE BLOCK
P - THERMOMETER POCKET



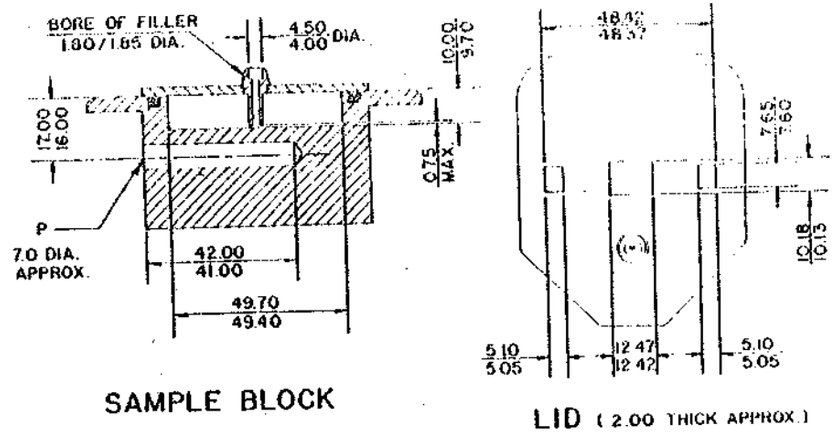


FIG. A1.2 Setaflash Unit.

A2. COOLING BLOCK

A2.1 The cooling block with dimensions as shown in Fig. A2.1, is made of aluminum and covered with pipe insulation.

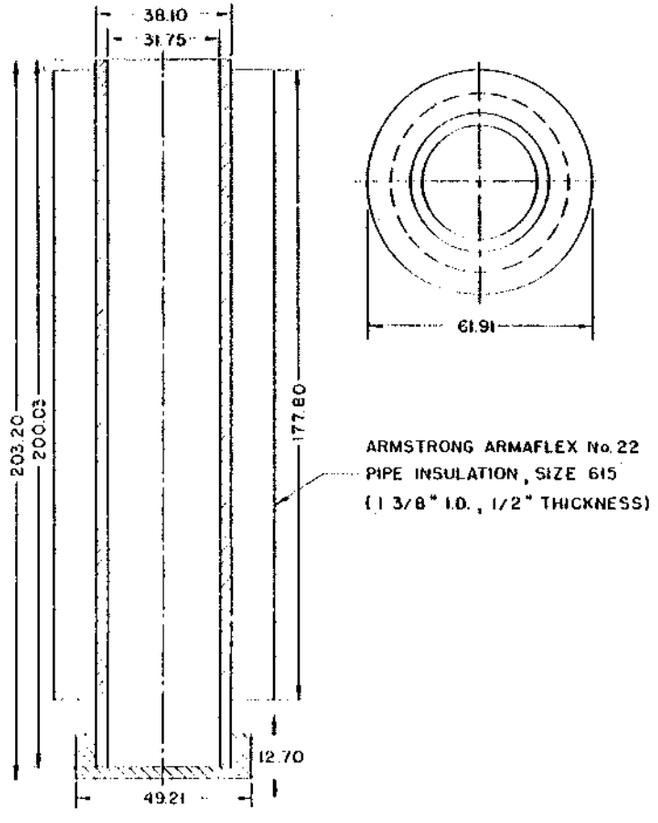


FIG. A2.1 Cooling Block.

A3. SPECIFICATIONS FOR *p*-XYLENE REFERENCE STANDARD

A3.1 *Specific Gravity (60/60°F) (15.6/15.6°C)*—0.860 min, 0.866 max.

A3.2 *Boiling Range*—2°C max from start to dry point when tested by Method D 850 or Method D 1078. The range shall include the boiling point of pure *p*-xylene, which is 138.35°C (281.03°F).

A3.3 *Freezing Point*—11.23°C min (95 % molal purity) as determined by Method D 1015.

A4. TESTING HIGH-VISCOSITY LIQUIDS

A4.1 High-viscosity materials may be added to the cup by the following procedure:

A4.1.1 *Procedure*—Back load a 5 or 10-ml syringe with the sample to be tested and extrude 4 ml into the cup. Spread the specimen as evenly as possible over the bottom of the cup.

A4.1.2 If the sample can not be loaded into a syringe and extruded, other means of adding the sample to the cup may be used such as a spoon. Add approximately 4 ml of material to the spoon and then push the material from the spoon into the cup.

A4.1.3 If the test specimen does not close the sampling port in the cup, seal the cup externally by suitable means.

A4.2 Using the appropriate procedure, either Method A (Section 8 or 9) or Method B (Section 10 or 11) determine the flash point of the specimen which has been added to the tester in accordance with A4.1.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, is entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103, which will schedule a further hearing regarding your comments. Failing satisfaction there, you may appeal to the ASTM Board of Directors.

5-3-7

technical practices committees

NACE Standard TM-01-69
(1972 Revision)

Test Method

Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries

Approved March, 1959
Revised August, 1972
National Association of Corrosion Engineers
2400 West Loop South
Houston, Texas 77027
713/622-8980

TEST METHOD

Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries

CONTENTS

1. General 2

2. Specimen Preparation 2

3. Equipment and Apparatus 3

4. Test Conditions 4

5. Methods of Cleaning Specimens After the Test 7

6. Evaluation of Results 8

7. Calculating Corrosion Rates 9

8. Reporting the Data 10

References 10

Additional copies of this NACE Standard are available at $2 per copy from NACE Headquarters, 2400 West Loop South, Houston, Texas 77027.

---

corrosion; however, the absence of cracking should not be interpreted as indicating resistance. Additional tests should be run to study specifically the effects of stress.

2.7 Final surface treatment of the specimens should include finishing with No. 120 abrasive paper or cloth, or the equivalent, unless the surface is to be used in the mill-finished condition. This resurfacing may cause some surface work-hardening to an extent which will be determined by the vigor of the surfacing operation but is not ordinarily significant.

2.7.1 Coupons of different alloy compositions should never be ground on the same cloth.

2.7.2 Wet grinding should be used on alloys which work harden quickly, such as the austenitic stainless steels.

2.8 The specimens should be finally degreased by scrubbing with bleach-free scouring powder, followed by thorough rinsing in water and in a suitable solvent (such as acetone, methanol, or a mixture of 50% methanol and 50% ether) and air dried. For relatively soft metals such as aluminum, magnesium, and copper, scrubbing with abrasive powder is not always needed and can mar the surface of the specimen. The use of towels for drying may introduce an error through contamination of the specimens with grease or lint.

2.9 The dried specimens should be weighed on an analytical balance to an accuracy of plus or minus 0.5 milligram.

2.10 The method of specimen preparation should be described when reporting tests results to facilitate interpretation of data by other persons.

2.10.1 Reports should include trade name or composition of specimens in the following order of preference: (a) chemical composition determined by analysis, (b) approximate or nominal chemical composition, and (c) trade name or grade and specification (if bought to MIL, ASTM, etc.)

2.10.2 Metallurgical condition of the specimens, including the degree of hot or cold working and heat treatment, should be described as completely as possible.

2.11 The use of welded specimens is often desirable because some welds may be cathodic or anodic to the base metal and may affect the corrosion.

2.11.1 The heat-affected zone is also of importance but should be studied separately because welds on coupons do not faithfully reproduce heat input or size effects of full-size vessels.

2.11.2 Corrosion of a welded coupon is best reported by description and thickness measurements rather than a mils-per-year rate because the attack is normally localized and not representative of the entire surface.

2.11.3 A complete discussion of corrosion testing of welded coupons or the effect of heat treatment on the corrosion resistance of a metal is not within the scope of this Standard.

3. Equipment and Apparatus

3.1 A versatile and convenient apparatus should be used, consisting of a kettle or flask of suitable size (usually 500 to 5000 milliliters), a reflux condenser with atmospheric seal, a sparger for controlling atmosphere or aeration, a thermowell and temperature regulating device, a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. If agitation is required, the apparatus can be modified to accept a suitable stirring mechanism such as a magnetic stirrer. A typical resin flask set up for this type test is shown in Figure 1.

3.2 These suggested components can be modified, simplified, or made more sophisticated to fit the needs of a particular investigation. The suggested apparatus is basic, and the apparatus is limited only by the judgment and ingenuity of the investigator.

3.2.1 A glass reaction kettle can be used where configuration and size of specimens will permit entry through the narrow kettle neck.

3.2.2 In some cases, a wide mouth jar with a suitable closure is sufficient when simple immersion tests at ambient temperatures are to be investigated.

3.2.3 Open beaker tests should not be used because of evaporation and contamination.

3.2.4 In more complex tests, provisions might be needed for continuous flow or replenishment of the corrosive liquid while simultaneously maintaining a controlled atmosphere.

4.6.2 If no specific temperature, such as boiling, is required or if a temperature range is to be investigated, the selected temperatures used in the test must be reported.

4.6.3 For tests at ambient temperatures, the tests should be conducted at the highest temperature anticipated for stagnant storage in summer months. This temperature may be as high as 40 to 45 C (104 to 113 F) in some areas. The variation in temperature should be reported also (e.g., 40 C ± 2 C).

4.7 Aeration of solution.

4.7.1 Unless specified, the solution should not be aerated. Most tests related to process equipment should be run with the natural atmosphere inherent in the process, such as the vapors of the boiling liquid.

4.7.2 If aeration is used, the specimens should not be located in the direct air stream from the sparger. Extraneous effects can be encountered if the air stream impinges on the specimens.

4.7.3 If complete exclusion of dissolved oxygen is necessary, specific techniques are required such as prior heating of the solution and sparging with an inert gas (usually nitrogen). A liquid atmospheric seal is required on the test vessel to prevent further contamination.

4.7.4 If oxygen saturation of the test solution is desired, this can best be achieved by sparging. For other degrees of aeration, the solution should be sparged with synthetic mixtures of air or oxygen with an inert gas.

4.8 Solution velocity

4.8.1 The effect of velocity is not usually determined in normal laboratory tests although specific tests have been designed for this purpose. However, for the sake of reproducibility, some velocity control is desirable.

4.8.2 Tests at the boiling point should be conducted with minimum possible heat input, and boiling chips should be used to avoid excessive turbulence and bubble impingement.

4.8.3 In tests conducted below the boiling point, thermal convection generally is the only source of liquid velocity.

4.8.4 In test solutions with high viscosities, supplemental controlled stirring is recommended.

4.9 Volume of test solution.

4.9.1 The volume of the test solution should be large enough to avoid any appreciable change in its corrosiveness either through exhaustion of corrosive constituents or accumulation of corrosion products that might affect further corrosion.

4.9.2 The preferred minimum volume-to-area ratio is 250 milliliters of solution per square inch of specimen surface as stipulated in ASTM Standard A-279-63 on "Total Immersion Corrosion Test of Stainless Steels."

4.9.3 When the test objective is to determine the effect of a metal or alloy on the characteristics of the test solution (for example, to determine the effects of metals on dyes), it is desirable to reproduce the ratio of solution volume to exposed metal surface that exists in practice. The actual time of contact of the metal with the solution also must be taken into account. Any necessary distortion of the test conditions must be considered when interpreting the results.

4.10 Method of supporting specimens.

4.10.1 The supporting device and container should not be affected by or cause contamination of the test solution.

4.10.2 The method of supporting specimens will vary with the apparatus used for conducting the test but should be designed to insulate the specimens from each other physically and electrically and to insulate the specimens from any metallic container or supporting device used with the apparatus.

4.10.3 Shape and form of the specimen support should assure free contact of the specimen with the corroding solution, the liquid line, or the vapor phase as shown in Figure 1. If clad alloys are exposed, special procedures will be required to insure that only the cladding is exposed unless the purpose is to test the ability of the cladding to protect cut edges in the test solution.

4.10.4 Some common supports are glass or ceramic rods, glass saddles, glass hooks, fluorocarbon plastic strings, and various insulated or coated metallic supports.

4.11 Duration of test.

4.11.1 Although duration of any test will be determined by the nature and purpose of the test, an

the solution after corrosion has occurred. The corrosion rate can be calculated from the concentration of the matrix metal found in the solution, and it can be compared to that determined from the weight loss of the specimens. However, some of the corrosion products usually adhere to the specimen as a scale, and the corrosion rate calculated from the metal content in the solution is not always correct.

5. Methods of Cleaning Specimens After the Test

5.1 Before specimens are cleaned, their appearance should be observed and recorded. Location of deposits, variations in types of deposits, or variations in corrosion products are extremely important in evaluating localized corrosion, such as pitting and concentration cell attack.

5.2 Cleaning specimens after the test is a vital step in the corrosion test procedure and, if not done properly, can cause misleading results.

5.2.1 Generally, the cleaning procedure should

TABLE 2—Methods for Chemical Cleaning of Corrosion Test Specimens After Exposure

Material	Chemical	Time	Temperature	Remarks
Aluminum and Aluminum Alloys	70% HNO_3	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
	or			
	2% CrO_3, 5% H_3PO_4, Soln.	10 min	175-185 F (79-85 C)	Used when oxide film resists HNO_3 treatment. Follow by 70% HNO_3 treatment previously described.
Copper and Copper Alloys	15-20% HCl	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
	or			
	5-10% H_2SO_4	2-3 min	Room	Follow by light scrub.
Lead and Lead Alloys	1% acetic acid	10 min	Boiling	Follow by light scrub. Removes PbO.
	or			
	5% ammonium acetate	5 min	Hot	Follow by light scrub. Removes PbO and/or $PbSO_4$.
	or			
	80 g/l NaOH, 50 g/l mannitol, 0.62 g/l hydrazine sulfate	30 min, or until clean	Boiling	Follow by light scrub.
Iron and Steel	20% NaOH, 200 g/l zinc dust	5 min	Boiling	---
	or			
	conc. HCl, 50 g/l $SnCl_2$ + 20 g/l $SbCl_3$	Until clean	Cold	---
Magnesium and Magnesium Alloys	15% CrO_3, 1% $AgCrO_4$ Soln.	15 min	Boiling	---
Nickel and Nickel Alloys	15-20% HCl	Until clean	Room	---
	or			
	10% H_2SO_4	Until clean	Room	---
Stainless Steel	10% HNO_3	Until clean	140 F (60 C)	Avoid contamination with chlorides
Tin and Tin Alloys	15% Na_3PO_4	10 min	Boiling	Follow by scrubbing.
Zinc	10% NH_4Cl followed by 5% CrO_3, 1% $AgNO_3$ Soln.	5 min 20 sec	Room Boiling	Follow by light scrubbing.
	or			
	Saturated ammonium acetate	Until clean	Room	Follow by light scrub.
	or			
	100 g/l NaCN	15 min	Room	---

7. Calculating Corrosion Rates

7.1 The calculation of corrosion rates requires several pieces of information and several assumptions.

7.1.1 The use of corrosion rates implies that all weight loss has been due to general corrosion and not to localized corrosion, such as pitting or sensitized areas on welded coupons. Localized corrosion is reported separately.

7.1.2 The use of corrosion rates also implies that the material has not been internally attacked as by dezincification or intergranular corrosion.

7.1.3 Internal attack can be expressed as a corrosion rate if desired. However, the calculations must not be based on weight loss, which is usually small, but on microsections which show depth of attack.

7.2 Assuming that localized or internal corrosion is not present or are recorded separately in the report, the corrosion rate expressed as mils penetration per year (mpy) or millimeters per year (mmpy) can be calculated by the equations:

$$\text{mpy} = \frac{\text{wt loss} \times 534}{(\text{area})(\text{time})(\text{metal density})}$$

$$\text{mmpy} = \frac{\text{wt loss} \times 13.56}{(\text{area})(\text{time})(\text{metal density})}$$

where weight loss is in milligrams, area is square inches of metal surface exposed, and time is hours exposed.

Metal density of many common alloys (expressed in grams per cubic centimeter) is listed in Table 3. The density for new or unlisted alloys can be obtained from the producer or from various metal handbooks.

TABLE 3 — Density of Common Metals for Use in Corrosion Rate Calculations[9]

Alloy	Density, g/cc
Aluminum	
99.0 + Al	2.71
Al, 1.2 Mn	2.73
Al, 1.0 Mg, 0.6 Si, 0.25 Cr	2.70
Brass	
85 Cu, 15 Zn	8.75
71 Cu, 28 Zn, 1 Sn	8.53
65 Cu, 35 Zn	8.47
60 Cu, 39.25 Zn, 0.75 Sn	8.41
Bronze	
95 Cu, 5 Sn	8.86
90 Cu, 10 Sn	8.78
85 Cu, 5 Sn, 5 Zn, 5 Pb	8.80
94.8 Cu, 3 Si	8.53
95 Cu, 5 Al	8.17
85-90 Cu, 10 Al	7.58
Copper	
99.90 Cu, 0.01 P	8.91
Cupro-Nickel	
90 Cu, 10 Ni	8.93
70 Cu, 30 Ni	8.94
Iron	
94 Fe, 3.5 C, 2.5 Si	7.00
96 Fe, 3.0 C	7.60
99.94 Fe, 0.025 S, 0.017 Mn, 0.012 C, 0.005 P	7.86
84.3 Fe, 14.5 Si, 0.35 Mn, 0.85 C	7.00
Lead	
99.90 + Pb	11.34
Nickel	
99.4 Ni + Co	8.89
67 Ni, 30 Cu	8.84
62 Ni, 30 Mo, 5 Fe	9.24
58 Ni, 17 Mo, 15 Cr, 5 W, 5 Fe	8.94
80 Ni, 14 Cr, 6 Fe	8.51
Steel	
0.20 C, Mn, P, S	7.85
Stainless Steel	
11.50-13.50 Cr, 0.15 C	7.75
14.00-18.00 Cr, 0.12 C	7.70
18.00-20.00 Cr, 8.00-12.00 Ni, 0.08 C	7.93
16.00-18.00 Cr, 10.00-14.00 Ni, 2.00-3.00 Mo, 0.08 C	7.98
17.00-19.00 Cr, 9.00-12.00 Ni, 0.08 C, Ti	8.02
17.00-19.00 Cr, 9.00-12.00 Ni, 0.08 C, Cb	8.02
19.00-21.00 Cr, 24.00-30.00 Ni, 2.00-3.00 Mo, 3.00-4.00 Cu	8.02
Tantalum	16.60
Tin	7.30
Titanium	4.54
Zirconium	6.53

(2) Rebuilt cylinders shall be considered as new cylinders and shall conform to all the requirements of the specifications applying, including verification of material, examination, inspection, etc., and the rendering of the proper reports to the purchaser, cylinder rebuilder, and the Associate Director for OE. Report must show that cylinders were rebuilt.

(3) Information in sufficient detail regarding previous serial numbers and identification symbols must be filed with the Associate Director for OE.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53 and App. A to Part 1)

[29 FR 18671, Dec. 29, 1964. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967]

NOTE: For amendments to § 173.34 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

Subpart C—Explosives and Blasting Agents; Definitions and Preparation

SOURCE: 29 FR 18683, Dec. 29, 1964, unless otherwise noted. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967.

§ 173.50 An explosive.

(a) For the purpose of Parts 170–189 of this subchapter an explosive is defined as any chemical compound, mixture, or device, the primary or common purpose of which is to function by explosion, i.e., with substantially instantaneous release of gas and heat, unless such compound, mixture, or device is otherwise specifically classified in Parts 170–189 of this subchapter.

§ 173.51 Forbidden explosives.

Unless otherwise provided in this subchapter, the transportation of the following explosives is forbidden:

(a) Explosive compounds, mixtures or devices which ignite spontaneously or undergo marked decomposition when subjected to a temperature of 167° F. (75° C.) for 48 consecutive hours.

(b) New explosive compounds, mixtures or devices except as provided for in § 173.86.

(c) Explosive mixtures or devices containing an ammonium salt and a chlorate.

(d) Explosive mixtures or devices containing an acidic metal salt and a chlorate.

(e) Leaking or damaged packages of explosives.

(f) Nitroglycerin, diethylene glycol dinitrate or other liquid explosives not authorized by §173.53(e) or (h). (For shipment by motor vehicle other than by common carrier, see § 177.822(b) of this subchapter.)

(g) Loaded firearms.

(h) Fireworks that combine an explosive and a detonator or blasting cap.

(i) Fireworks containing yellow or white phosphorous.

(j) Toy torpedoes, the maximum outside dimension of which exceeds ⅞-inch, or toy torpedoes containing a mixture of potassium chlorate, black antimony, and sulfur with an average weight of explosive composition in each torpedo exceeding four grains.

[Amdt. 173-137, 45 FR 34703, May 22, 1980]

§ 173.52 Acceptable explosives.

(a) For the purposes of this subchapter, acceptable explosives are divided into three classes as follows (acceptable military explosives must be transported on board vessels in accordance with 46 CFR 146.29):

(1) Class A explosives; detonating or otherwise of maximum hazard.

(2) Class B explosives; flammable hazard.

(3) Class C explosives; minimum hazard.

[29 FR 18683, Dec. 29, 1964. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 173-94, 41 FR 16064, Apr. 15, 1976]

CLASS A EXPLOSIVES; DEFINITIONS

§ 173.53 Definition of class A explosives.

(a) *Type 1.* Solid explosives which can be caused to deflagrate by contact with sparks or flame such as produced by safety fuse or an electric squib, but cannot be detonated (see Note 1) by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2). Example: Black powder and low explosives.

(b) *Type 2.* Solid explosives which contain a liquid explosive ingredient, and which, when unconfined (see Note 3), can be detonated by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2); or

which can be exploded in at least 50 percent of the trials in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of 4 inches or more, but cannot be exploded in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: High explosives, commercial dynamite containing a liquid explosive ingredient.

(c) *Type 3.* Solid explosives which contain no liquid explosive ingredient and which can be detonated, when unconfined (see Note 3), by means of a No. 8 test blasting cap (see Note 2); or which can be exploded in at least 50 percent of the trials in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of 4 inches or more, but cannot be exploded in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: High explosives, commercial dynamite containing no liquid explosive ingredient, trinitrotoluene, amatol, tetryl, picric acid, urea nitrate, pentolite, and commercial boosters.

(d) *Type 4.* Solid explosives which can be caused to detonate when unconfined (see Note 3), by contact with sparks or flame such as produced by safety fuse or an electric squib; or which can be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4), in more than 50 percent of the trials under a drop of less than 4 inches. Example: Initiating and priming explosives, lead azide, fulminate of mercury, etc., and high explosives.

(e) *Type 5.* Desensitized liquid explosives are explosives which may be detonated separately or when absorbed in sterile absorbent cotton, by a No. 8 test blasting cap (see Note 2); but which cannot be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4), by a drop of less than 10 inches. The desensitizer must not be significantly more volatile than nitroglycerine and the desensitized explosive must not freeze at temperatures above minus 10° F. Example: High explosives, desensitized nitroglycerine.

(f) *Type 6.* Liquid explosives that can be exploded in the Bureau of Explosives' Impact Apparatus (see Note 4) under a drop of less than 10 inches. Example: Nitroglycerin. (See § 173.51(a)(3).)

(g) *Type 7.* An initiating device is a metal or plastic casing containing initiating or priming explosives, Class A-Type 4, either with or without other explosives. It is activated by any one of several means, including an electrical pulse, a flame, a shock or detonation wave, mechanical impact (percussion) pressurized gas, or high intensity light beam. It produces an explosive output that may be used to initiate another explosive or to perform work. A time delay may be incorporated in the means of applying the stimulus, or in the initiating device itself.

(1) A detonator (see Note 5) is an initiating device (other than one properly described as a detonating fuze) which contains no more than 10 grams of total explosives weight, excluding ignition and delay charges per unit. There are different kinds of detonators including the following:

(i) Blasting caps which are activated by safety fuse.

(ii) Blasting caps which are percussion activated.

(iii) Blasting caps which are activated by flexible detonating cord, including—

(A) Delay connectors in plastic sheaths which consist of a plastic sleeve that contains a suitable delay system with receptor and donor explosive charges in the center portion. Each end of the sleeve is made so that flexible detonating cord can be inserted into and locked to the connector;

(B) Delay connectors in metal tubes which consist of a system with a receptor and donor charge positioned between two detonators with the entire assembly placed in a metal tube having both ends open for the insertion of flexible detonating cord;

(C) Delay connectors with detonating cord pigtails which consist of delay connectors as described in paragraph (g)(1)(iii)(B) of this section that have short lenghts of detonating cord inserted into both ends and crimped in place; and

(D) Nonelectric instantaneous and delay caps which consist of blasting caps to which is assembled a length of detonating cord that may have a

transfer explosive charge at the opposite end.

(iv) Blasting caps which are activated by gas pressurization or reaction.

(v) Blasting caps which are activated by a shock tube.

(vi) Electric blasting caps which are activated by an electric current.

(2) A detonating primer (see Note 6) is an initiation device for commercial use which contains more than 10 grams of total explosives weight, excluding ignition and delay charges per unit.

(3) Detonating fuzes, class A, are used in the military service to detonate the high explosive bursting charges of projectiles, mines, bombs, torpedoes, and grenades. In addition to a powerful detonator, they may contain several ounces of a high explosive, such as tetryl or dry nitrocellulose, all assembled in a heavy steel envelope. They may also contain a small amount of radioactive component. Those that are so made and packed that they will not cause functioning of other fuzes, explosives, or explosive devices in the same or adjacent containers are classed as class C explosives.

(h) *Type 8.* Any solid or liquid compound, mixture or device which is not specifically included in any of the above types, and which under special conditions may be so designated and examined by the Bureau of Explosives and approved by the Associate Director for OE. Example: Shape charges, commercial.

(1) A shaped charge, commercial, consists of a plastic, paper, or other suitable container comprising a charge of not to exceed 8 ounces of a high explosive containing no liquid explosive ingredient and with a hollowed-out portion (cavity) lined with a rigid material. Detonators or other initiating elements may not be assembled in the device unless examined by the Bureau of Explosives and approved by the Associate Director for OE.

(i) *Ammunition for cannon.* Ammunition for cannon is fixed, semi-fixed or separate loading ammunition which is fired from a cannon, mortar, gun, howitzer or recoilless rifle.

(j) *Ammunition for cannon with projectiles.* Ammunition for cannon with explosive projectiles, gas projectiles, smoke projectiles, incendiary projectiles, illuminating projectiles, or shell is fixed ammunition assembled in a unit consisting of the cartridge case containing the propelling charge and primer, and the projectiles, or shell, fuzed or unfuzed. Detonating fuzes, tracer fuzes, explosive or ignition devices, or fuze parts with explosives contained therein may not be assembled in ammunition or included in the same outside package unless shipped by or for the Department of Defense (DOD) and in accordance with established practices and procedures specified by DOD.

(k) *Explosive projectiles.* Explosive projectiles are shells, projectiles, warheads, or rocket heads, loaded with explosives or bursting charges, with or without other materials, for use in cannons, guns, tubes, mortars or other firing or launching devices.

(l) *Grenades.* Grenades, hand or rifle, are small metal or other containers designed to be thrown by hand or projected from a rifle. They are filled with an explosive or a liquid, gas, or solid material such as a toxic or tear gas or an incendiary or smoke producing material and a bursting charge. When shipped without explosives or bursting charges, see §§ 173.100(y), 173.330, 173.350, and 173.385.

(m) *Explosive bombs.* Explosive bombs are metal or other containers filled with explosives. They are used in warfare and include aeroplane bombs and depth bombs.

(n) *Explosive mines.* Explosive mines are metal or composition containers filled with a high explosive.

(o) *Explosive torpedoes.* Explosive torpedoes, such as are used in warfare, are metal devices containing a means of propulsion and a quantity of high explosives.

(p) *Rocket ammunition.* Rocket ammunition (including guided missiles) is ammunition designed for launching from a tube, launcher, rails, trough, or other launching device, in which the propellant material is a solid propellant explosive. It consists of an igniter, rocket motor, and projectile (warhead) either fuzed or unfuzed, containing high explosives or chemicals. Rocket ammunition may be shipped complete-

ly assembled or may be shipped unassembled in one outside container.

(q) *Ammunition for small arms with explosive projectiles or incendiary projectiles.* Ammunition for small arms with explosive projectiles and ammunition for small arms with incendiary projectiles is fixed ammunition of caliber 20 millimeters to be used in machine guns or cannons, and consists of a metallic cartridge case, the primer and the propelling charge, with explosive projectile or incendiary projectile with or without detonating fuze; the component parts necessary for one firing being all in one assembly. Detonating fuzes, tracer fuzes, explosive or ignition devices or fuze parts with explosives contained therein must not be assembled in ammunition or included in the same outside package unless shipped by, for or to the Departments of the Army, Navy, and Air Force of the U.S. Government or unless of a type approved by the Department.

(r) *Chemical ammunition.* Chemical ammunition used in warfare is all kinds of explosive chemical projectiles, shells, bombs, grenades, etc., loaded with toxic, tear, or other gas, smoke or incendiary agent, also such miscellaneous apparatus as cloud-gas cylinders, smoke generators, etc., that may be utilized to project chemicals.

(s) *Boosters, bursters, and supplementary charges.* Boosters and supplementary charges consist of a casing containing a high explosive and are used to increase the intensity of explosion of the detonator of a detonating fuze. Bursters consist of a casing containing a high explosive and are used to rupture a projectile or bomb to permit release of its contents.

(t) *Jet thrust units (jato), class A explosives; rocket motors, class A explosives; igniters, jet thrust (jato), class A explosives; and igniters, rocket motor, class A explosives:*

(1) Jet thrust units (jato), class A explosives, are metal cylinders containing a mixture of chemicals capable of burning rapidly and producing considerable pressure. Under certain conditions the chemical fuel with which the unit is loaded may explode. Jet thrust units are designed to be ignited by an electric igniter. They are used to assist aeroplanes to take off.

(2) Rocket motor, class A explosives, is a device containing a propelling charge and consisting of one or more continuous type combustion unit(s) closed at one end (closure may be an igniter with a thrust plate) and with a nozzle(s) at the other end. (The rocket motor carries its own solid oxidizer-fuel combination.) The propelling charge consists of a mixture of chemicals and/or chemical compounds which when ignited is capable of burning rapidly and producing considerable pressure and which will sustain a detonation. Rocket motors, class A explosives, should be nonpropulsive in shipment (see paragraphs (t)(2) (i) and (ii) of this section). Rocket motors, class A explosives, are designed to be ignited by an electrically actuated device which may be an igniter, or by other means. They are used to propel and/or provide thrust for guided missiles, rockets, or spacecraft.

(i) A rocket motor to be considered "nonpropulsive" must be capable of unrestrained burning and will not move appreciably in any direction when ignited by any means. Blast deflectors, thrust neutralizers, or other similar devices must be proven adequate by test prior to authorization for use.

(ii) Rocket motors, class A explosives may be shipped in a propulsive state only under conditions approved by the Department of Defense.

(3) Igniters, jet thrust (jato), class A explosives, and igniters, rocket motor, class A explosives, are devices consisting of an electrically operated or remotely controlled ignition element and a charge of fast-burning composition meeting the definition prescribed for Type 1 class A explosives (see paragraph (a) of this section), assembled in a unit for use in igniting the propelling charge of jet thrust units or rocket motors.

(u) *Charged oil well jet perforating guns.* Charged oil well jet perforating guns are steel tubes or metallic strips into which are inserted shaped charges connected in series by primacord. Shaped charges must be of a type described in paragraph (h)(1) of this section, except that each shaped charge installed in the steel tube or metallic strip shall contain not over 4

60-159 O--81---23

ounces of high explosive. Charged oil well jet perforating guns must not be transported with blasting caps, electric blasting caps, or other firing devices affixed to or installed in the guns.

(v) *Type 9.* Propellant explosives, class A, are solid chemicals or solid chemical mixtures which are designed to function by rapid combustion of successive layers, generally with little or no smoke. The combustion is controlled by composition, size, and form of grain. Propellant explosives, class A, include some types of smokeless powder and some types of solid propellant explosives for jet thrust units, rockets, or other devices. Any propellant explosive is class A which detonates in any one out of five trials when tested in the packages in which it is offered for transportation. In conducting the test, one propellant container shall be surrounded by inert loaded containers of the same weight, including one inert container placed on top of the propellant container. The propellant shall be ignited by means of a commercial electric squib placed within 4 inches of the bottom of the container. The presence of a crater and absence of flame shall be considered as evidences of detonation.

NOTE 1: The detonation test is performed by placing the sample in an open-end fiber tube which is set on the end of a lead block approximately 1½ inches in diameter and 4 inches high which, in turn, is placed on a solid base. A steel plate may be placed between the fiber tube and the lead block.

NOTE 2: A No. 8 test blasting cap is one containing two grams of a mixture of 80 percent mercury fulminate and 20 percent potassium chlorate, or a cap of equivalent strength.

NOTE 3: "Unconfined" as used in this section does not exclude the use of a paper or soft fiber tube wrapping to facilitate tests.

NOTE 4: The Bureau of Explosives Impact Apparatus is a testing device designed so that a guided 8-pound weight may be dropped from predetermined heights so as to impact specific quantities of liquid or solid materials under fixed conditions. Detailed prints may be obtained from the Bureau of Explosives, 1920 L Street, N.W., Washington, D.C. 20036

NOTE 5:See § 173.100 (gg) for criteria that determine whether a particular type of detonator can be classed as a Class C explosive.

NOTE 6:See § 173.100 (hh) for criteria that determine whether a particular type of detonating primer can be classed as a Class C explosive.

[29 FR 18683, Dec. 29, 1964, as amended by Order 72, 31 FR 6423, Apr. 28, 1966; Order 71, 31 FR 9069, July 1, 1966. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967]

NOTE: For amendments to § 173.53 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 173.54 Ammunition for cannon.

(a) Ammunition for cannon with explosive projectiles, gas projectiles, smoke projectiles, incendiary projectiles, illuminating projectiles, or tear gas projectiles must be packed and properly secured in strong wooden or metal containers, or in plastic containers of approved military specifications complying with § 173.7(a).

(b) Each outside package must be plainly marked "AMMUNITION FOR CANNON WITH EXPLOSIVE PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH GAS PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH SMOKE PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH INCENDIARY PROJECTILES," "AMMUNITION FOR CANNON WITH ILLUMINATING PROJECTILES," OR "AMMUNITION FOR CANNON WITH TEAR GAS PROJECTILES, CLASS A EXPLOSIVES," as appropriate.

[Amdt. 173-110, 42 FR 57965, Nov. 7, 1977]

§ 173.55 Ammunition, nonexplosive.

(a) Nonexplosive ammunition is defined as a device which contains no explosives or other dangerous articles, such as cartridge cases, dummy or drill cartridges; empty, sand loaded or solid projectiles with or without tracers (containing not in excess of one ounce of tracer composition), empty mines, empty bombs, solid projectiles, empty torpedoes, or practice bombs. It also includes devices containing no explosives, or other dangerous articles, except installed electric squibs, primers, propellants or thermal batteries required for the activation of the device, provided that it has been proven by test that when initiated the full energy release is contained within the outside shipping container. Such ammunition is exempt from Parts 170-189 of this chapter. Rotating bands

new explosive that has not been examined or approved may transport that new explosive from where it was produced to an explosive testing facility if:

(1) The new explosive is not a forbidden explosive or an initiating explosive according to this subchapter;

(2) The new explosive is a compound or mixture it must be described as high explosive or high explosive, liquid, as appropriate (other than when contained in a device) and packed, marked, labeled, and described on the shipping paper as required by this subchapter;

(3) The new explosive is a device it must be assigned a tentative description and class by the owner and packed, marked, labeled, and described on the shipping paper as required by this subchapter based on its tentative description and class;

(4) The new explosive is transported in a motor vehicle operated by the owner of the explosive, and

(5) The new explosive is accompanied by a person, in addition to the driver of the motor vehicle, who is qualified by training and experience to handle the explosive.

(49 U.S.C. 1803, 1804, 1808; 49 CFR 1.53 and paragraph (a) of App. A to Part 106)

[Amdt. 173-95, 41 FR 15013, Apr. 9, 1976]

NOTE: For amendments to § 173.86 see the List of CFR Sections Affected appearing in the Finding Aids section of this volume.

§ 173.87 Explosives in mixed packaging.

Unless specifically authorized by Parts 110-189 of this subchapter, explosives may not be packed in the same outside packaging with other articles. Inside packages of different explosives (except detonators and initiating explosives) may be packed in one outside packaging in accordance with the requirements of this subchapter if the gross weight of each inside package does not exceed 8 ounces and the gross weight of the completed package does not exceed 50 pounds.

[Amdt. 173-134, 44 FR 70731, Dec. 10, 1979]

CLASS B EXPLOSIVES; DEFINITIONS

§ 173.88 Definition of class B explosives.

(a) Explosives, class B, are defined as those explosives which in general function by rapid combustion rather than detonation and include some explosive devices such as special fireworks, flash powders, some pyrotechnic signal devices and liquid or solid propellant explosives which include some smokeless powders. These explosives are further specifically described in paragraphs (b) to (g) of this section.

(b) Ammunition for cannon with empty projectiles, inert-loaded projectiles, solid projectiles or without projectiles, or shell, and catapult charges exceeding 2 inches in diameter, is fixed ammunition assembled in a unit consisting of the cartridge case containing the propelling charge and primer with empty, inert-loaded, or solid projectiles, or without projectiles, which is fired from a cannon, mortar, gun, howitzer or recoilless rifle.

(c) Rocket ammunition is fixed ammunition which is fired from a tube, launcher, rails, trough, or other device as distinguished from cannon ammunition which is fired from a cannon, gun, or mortar. It consists of an igniter, a rocket motor, and empty projectile, inert-loaded projectile, or solid projectile.

(d) Special fireworks are manufactured articles designed primarily for the purpose of producing visible or audible pyrotechnic effects by combustion or explosion. (See § 173.100(r) for common fireworks.) Examples are toy torpedoes, railway torpedoes, some firecrackers and salutes, exhibition display pieces, aeroplane flares, illuminating projectiles, incendiary projectiles, incendiary bombs or incendiary grenades and smoke projectiles or smoke bombs fuzed or unfuzed and containing expelling charges but without bursting charges, flash powders in inner units not exceeding 2 ounces each, flash sheets in interior packages, flash powder or spreader cartridges containing not over 72 grains of flash powder each (see § 173.60 for shipments made as low explosives) and flash cartridges consisting of a paper cartridge shell, small-arms primer, and

flash composition, not exceeding 180 grains all assembled in one piece. Fireworks must be in a finished state, exclusive of mere ornamentation, as supplied to the retail trade and must be so constructed and packed that loose pyrotechnic composition will not be present in packages in transportation.

(e) Jet thrust units (jato), class B explosives; rocket motors, class B explosives; igniters, jet thrust (jato), class B explosives; and igniters, rocket motors, class B explosives:

(1) Jet thrust units (jato), class B explosives, are metal cylinders containing a mixture of chemicals capable of burning rapidly and producing considerable pressure. Jet thrust units are designed to be ignited by an electric igniter. They are used to assist aeroplanes to take off.

(2) Rocket motor, class B explosives, is a device containing a propelling charge and consisting of one or more continuous type combustion unit(s), closed at one end (closure may be an igniter with a thrust plate) and with a nozzle(s) at the other end. The propelling charge consists of a mixture of chemicals and/or chemical compounds which when ignited is capable of burning rapidly and producing considerable pressure and which will not sustain a detonation. (The rocket motor carries its own solid oxidizer-fuel combination.) Rocket motors, class B explosives, should be nonpropulsive in shipment (see paragraphs (e)(2) (i) and (ii) of this section) Rocket motors, class B explosives, are designed to be ignited by an electrically actuated device which may be an igniter, or by other means. They are used to propel and/or provide thrust for guided missiles, rockets, or spacecraft.

(i) A rocket motor to be considered "nonpropulsive" must be capable of unrestrained burning and will not move appreciably in any direction when ignited by any means. Blast deflectors, thrust neutralizers or other similar devices must be proven by test prior to authorization for use.

(ii) Rocket motors, Class B, explosives, may be shipped in a propulsive state only under conditions approved by the Department of Defense or the National Aeronautics and Space Administration.

(3) Igniters, jet thrust (jato), class B explosives, and igniters, rocket motor, class B explosives, are devices consisting of an electrically operated or remotely controlled ignition element and a fast burning composition which functions by rapid burning rather than detonation, assembled in a unit for use in igniting the propelling charge of jet thrust units, rocket motors, or rocket engines.

(f) *Propellant explosives, class B.* Propellant explosives, class B, are solid or liquid chemicals or chemical mixtures which function by combustion. The combustion is controlled by composition, size, form of grain, or other chemical or mechanical means. Any propellant is class B which fails to detonate in five trials when tested (see Note 2) in the package in which it is offered for shipment. Propellant explosives, class B, include smokeless powder for small arms (see Note 4), smokeless powder for cannon, liquid monopropellant fuel (see Note 3), smokeless powder, or solid propellant explosives for rockets, jet thrust units, or other devices. Black powder is not included in this classification and is defined specifically in § 173.53.

(g) Explosives power devices, Class B, are devices designed to operate ejecting apparatus or other mechanisms by means of a propellant explosive, Class B, and differ from explosive power devices, Class C, in that they contain larger or more powerful propellants. The devices must not rupture on functioning and must be of a type examined by the Bureau of Explosives and approved by the Associate Director for OE, except as otherwise provided in § 173.51(a)(16) and § 173.86(a).

NOTE 1: Fire-extinguisher charges containing not to exceed 50 grains of propellant explosives per unit are exempt from the regulations in Parts 170–189 of this chapter.

NOTE 2: In conducting the test, one propellant container shall be surrounded by inert loaded containers of the same weight, including one inert container placed on top of the propellant container. The propellant shall be ignited by means of a commercial electric squib placed within 4 inches of the bottom of the container. The presence of a crater and absence of flame shall be considered as evidences of detonation.

NOTE 3: A liquid monopropellant fuel is defined as any propellant in which the fuel

and the oxidizer are physically or chemically combined in one form.

NOTE 4: Smokeless powder for small arms in quantities not exceeding 100 pounds net weight in one car or motor vehicle, except shipments by, for, or to the Department of the Army, Navy, or Air Force of the United States Government, shall be classed as a flammable solid for purposes of transportation when packaged in accordance with § 173.197a.

(h) Starter cartridges, jet engine, class B explosives consist of plastic and/or rubber cases, each containing a pressed cylindrical block of propellant explosive and having in the top of the case a small compartment that incloses an electrical squib, small amounts of black powder, and smokeless powder, which constitutes an igniter. The starter cartridge is used to activate a mechanical starter for jet engines.

(i) Rocket engine (liquid), class B explosives is a complete, self-contained rocket propulsion unit which contains an oxidizer and a fuel, each separated by an aluminum or stainless steel wall of not less than 0.250 inch thickness. Double walls are permitted. Pressurization of the propellant tanks is by use of a gas generator. The ignition source must be in an unarmed position for shipment. Rocket engines (liquid) are used to propel or provide thrust for rockets, missiles or spacecraft.

[29 FR 18683, Dec. 29, 1964, as amended by Order 72, 31 FR 6424, Apr. 28, 1966. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 173-104, 42 FR 11239, Feb. 28, 1977; Amdt. 173-138, 45 FR 32694, May 19, 1980]

§ 173.89 Ammunition for cannon with empty projectiles, inert-loaded projectiles, solid projectiles, tear gas projectiles or without projectiles.

(a) Ammunition for cannon with empty projectiles, inert-loaded projectiles solid projectiles, tear gas projectiles, or without projectiles must be well packed and properly secured in strong wooden or metal containers or in plastic containers of approved military specifications complying with § 173.7(a).

(b) Each outside package must be plainly marked "AMMUNITION FOR CANNON WITH EMPTY PROJECTILES", "AMMUNITION FOR CANNON WITH INERT-LOADED PROJECTILES", "AMMUNITION FOR CANNON WITH SOLID PROJECTILES", "AMMUNITION FOR CANNON WITHOUT PROJECTILES", OR "AMMUNITION FOR CANNON WITH TEAR GAS PROJECTILES, CLASS B EXPLOSIVES," as appropriate.

[Amdt. 173-110, 42 FR 57965, Nov. 7, 1977]

§ 173.90 Rocket ammunition with empty, inert-loaded, or solid projectiles.

(a) Rocket ammunition with empty, inert-loaded, or solid projectiles must be well packed and properly secured in strong wooden or metal containers.

(b) Each package must be plainly marked "ROCKET AMMUNITION WITH EMPTY PROJECTILES," "ROCKET AMMUNITION WITH INERT-LOADED PROJECTILES," or "ROCKET AMMUNITION WITH SOLID PROJECTILES," as appropriate.

[Order 72, 31 FR 6424, Apr. 28, 1966. Redesignated at 32 FR 5606, Apr. 5, 1967, and amended by Amdt. 173-94, 41 FR 16066, Apr. 15, 1976]

§ 173.91 Special fireworks.

(a) Special fireworks, except as otherwise authorized, must be securely packed in containers complying with the following specifications:

(1) [Reserved]

(2) Spec. 15A, 15B, 16A, or 19A (§§ 178.168, 178.169, 178.185, or 178.190 of this subchapter). Wooden boxes. Gross weight not to exceed 500 pounds.

(3) Spec. 12B (§ 178.205 of this subchapter). Fiberboard boxes. Gross weight not to exceed 65 pounds except as provided in paragraph (a)(5) of this section. Not permitted for illuminating projectiles and aeroplane flares.

(4) Fireworks that can be exploded en masse, by dropping the completed shipping container from a height of six feet or by the impact of a rifle bullet, if found safe for transportation, may be shipped in accordance with the regulations in this Part applying to high explosives.

(5) Ship distress signals when packed in tight inside metal containers of not less than 24 gauge sheet iron or other

Hazardous waste No.	Substance [1]
U217	Thallium (I) nitrate
U218	Thioacetamide
U219	Thiourea
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U222	o-Toluidine hydrochloride
U223	Toluene diisocyanate
U224	Toxaphene
	2,4,5-TP see U233
U225	Tribromomethane
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane
U228	Trichloroethene
	Trichloroethylene see U228
U229	Trichlorofluoromethane
U230	2,4,5-Trichlorophenol
U231	2,4,6-Trichlorophenol
U232	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U233	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid alpha, alpha, alpha- Trichlorotoluene see U023
	TRI-CLENE see U228
U234	Trinitrobenzene (R,T)
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil mustard
U238	Urethane
	Vinyl chloride see U043
	Vinylidene chloride see U078
U239	Xylene

[1] The Agency included those trade names of which it was aware; an omission of a trade name does not imply that it is not hazardous. The material is hazardous if it is listed under its generic name.

Appendix I—Representative Sampling Methods

The methods and equipment used for sampling waste materials will vary with the form and consistency of the waste materials to be sampled. Samples collected using the sampling protocols listed below, for sampling waste with properties similar to the indicated materials, will be considered by the Agency to be representative of the waste.

Extremely viscous liquid—ASTM Standard D140-70 Crushed or powdered material—ASTM Standard D346-75 Soil or rock-like material—ASTM Standard D420-69 Soil-like material—ASTM Standard D1452-65

Fly Ash-like material—ASTM Standard D2234-76 [ASTM Standards are available from ASTM, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103]

Containerized liquid wastes—"COLIWASA" described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," [1] U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460. [Copies may be obtained from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair St., Cincinnati, Ohio 45268]

Liquid waste in pits, ponds, lagoons, and similar reservoirs.—"Pond Sampler" described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods." [1]

This manual also contains additional information on application of these protocols.

[1] These methods are also described in "Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams," EPA 600/2-80-018, January 1980.

Appendix II—EP Toxicity Test Procedure

A. Extraction Procedure (EP)

1. A representative sample of the waste to be tested (minimum size 100 grams) should be obtained using the methods specified in Appendix I or any other methods capable of yielding a representative sample within the meaning of Part 260. [For detailed guidance on conducting the various aspects of the EP see "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," SW-846, U.S. Environmental Protection Agency Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460.[1]]

2. The sample should be separated into its component liquid and solid phases using the method described in "Separation Procedure" below. If the solid residue [2] obtained using this method totals less than 0.5% of the original weight of the waste, the residue can be discarded and the operator should treat the liquid phase as the extract and proceed immediately to Step 8.

3. The solid material obtained from the Separation Procedure should be evaluated for its particle size. If the solid material has a surface area per gram of material equal to, or greater

[1] Copies may be obtained from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268.

[2] The percent solids is determined by drying the filter pad at 80° C until it reaches constant weight and then calculating the percent solids using the following equation:

$$\frac{\text{(weight of pad + solid)} - \text{(tare weight of pad)}}{\text{initial weight of sample}} \times 100 = \%\ \text{solids}$$

than, 3.1 cm^3 or passes through a 9.5 mm (0.375 inch) standard sieve, the operator should proceed to Step 4. If the surface area is smaller or the particle size larger than specified above, the solid material should be prepared for extraction by crushing, cutting or grinding the material so that it passes through a 9.5 mm (0.375 inch) sieve or, if the material is in a single piece, by subjecting the material to the "Structural Integrity Procedure" described below.

4. The solid material obtained in Step 3 should be weighed and placed in an extractor with 16 times its weight of deionized water. Do not allow the material to dry prior to weighing. For purposes of this test, an acceptable extractor is one which will impart sufficient agitation to the mixture to not only prevent stratification of the sample and extraction fluid but also insure that all sample surfaces are continously brought into contact with well mixed extraction fluid.

5. After the solid material and deionized water are placed in the extractor, the operator should begin agitation and measure the pH of the solution in the extractor. If the pH is greater than 5.0, the pH of the solution should be decreased to 5.0 ± 0.2 by adding 0.5 N acetic acid. If the pH is equal to or less than 5.0, no acetic acid should be added. The pH of the solution should be monitored, as described below, during the course of the extraction and if the pH rises above 5.2, 0.5N acetic acid should be added to bring the pH down to 5.0 ± 0.2. However, in no event shall the aggregate amount of acid added to the solution exceed 4 ml of acid per gram of solid. The mixture should be agitated for 24 hours and maintained at 20°-40° C (68°-104° F) during this time. It is recommended that the operator monitor and adjust the pH during the course of the extraction with a device such as the Type 45-A pH Controller manufactured by Chemtrix, Inc., Hillsboro, Oregon 97123 or its equivalent, in conjunction with a metering pump and reservoir of 0.5N acetic acid. If such a system is not available, the following manual procedure shall be employed:

(a) A pH meter should be calibrated in accordance with the manufacturer's specifications.

(b) The pH of the solution should be checked and, if necessary, 0.5N acetic acid should be manually added to the extractor until the pH reaches 5.0 ± 0.2. The pH of the solution should be adjusted at 15, 30 and 60 minute intervals, moving to the next longer interval if the pH does not have to be adjusted more than 0.5N pH units.

(c) The adjustment procedure should be continued for at least 6 hours.

(d) If at the end of the 24-hour extraction period, the pH of the solution is not below 5.2 and the maximum amount of acid (4 ml per gram of solids) has not been added, the pH should be adjusted to 5.0 ± 0.2 and the extraction continued for an additional four hours, during which the pH should be adjusted at one hour intervals.

6. At the end of the 24 hour extraction period, deionized water should be added to the extractor in an amount determined by the following equation:

V = (20)(W) − 16(W) − A

V = ml deionized water to be added

W = weight in grams of solid charged to extractor

A = ml of 0.5N acetic acid added during extraction

7. The material in the extractor should be separated into its component liquid and solid phases as described under "Separation Procedure."

8. The liquids resulting from Steps 2 and 7 should be combined. This combined liquid (or the waste itself if it has less than ½ percent solids, as noted in Step 2) is the extract and should be analyzed for the presence of any of the contaminants specified in Table I of § 261.24 using the Analytical Procedures designated below.

Separation Procedure

Equipment: A filter holder, designed for filtration media having a nominal pore size of 0.45 micrometers and capable of applying a 5.3 kg/cm^2 (75 psi) hydrostatic pressure to the solution being filtered shall be used. For mixtures containing nonabsorptive solids, where separation can be affected without imposing a 5.3 kg/cm^2 pressure differential, vacuum filters employing a 0.45 micrometers filter media can be used. (For further guidance on filtration equipment or procedures see "Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods.")

Procedure: [3]

(i) Following manufacturer's directions, the filter unit should be assembled with a filter bed consisting of a 0.45 micrometer filter membrane. For difficult or slow to filter mixtures a prefilter bed consisting of the following prefilters in increasing pore size (0.65 micrometer membrane, fine glass fiber prefilter, and coarse glass fiber prefilter) can be used.

(ii) The waste should be poured into the filtration unit.

(iii) The reservoir should be slowly pressurized until liquid begins to flow from the filtrate outlet at which point the pressure in the filter should be immediately lowered to 10-15 psig. Filtration should be continued until liquid flow ceases.

(iv) The pressure should be increased stepwise in 10 psi increments to 75 psig and filtration continued until flow ceases or the pressurizing gas begins to exit from the filtrate outlet.

(v) The filter unit should be depressurized, the solid material removed and weighed and then transferred to the extraction apparatus, or, in the case of final filtration prior to analysis, discarded. Do not allow the material retained on the filter pad to dry prior to weighing.

(vi) The liquid phase should be stored at 4°C for subsequent use in Step 8.

B. Structural Integrity Procedure

Equipment: A Structural Integrity Tester having a 3.18 cm (1.25 in.) diameter hammer weighing 0.33 kg (0.73 lbs.) and having a free fall of 15.24 cm (6 in.) shall be used. This device is available from Associated Design and Manufacturing Company, Alexandria, VA., 22314, as Part No. 125, or it may be fabricated to meet the specifications shown in Figure 1.

Procedure:

1. The sample holder should be filled with the material to be tested. If the sample of waste is a large monolithic block, a portion should be cut from the block having the dimensions of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder. For a fixated waste, samples may be cast in the form of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder for purposes of conducting this test. In such cases, the waste may be allowed to cure for 30 days prior to further testing.

2. The sample holder should be placed into the Structural Integrity Tester, then the hammer should be raised to its maximum height and dropped. This should be repeated fifteen times.

3. The material should be removed from the sample holder, weighed, and transferred to the extraction apparatus for extraction.

Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants

The test methods for analyzing the extract are as follows:

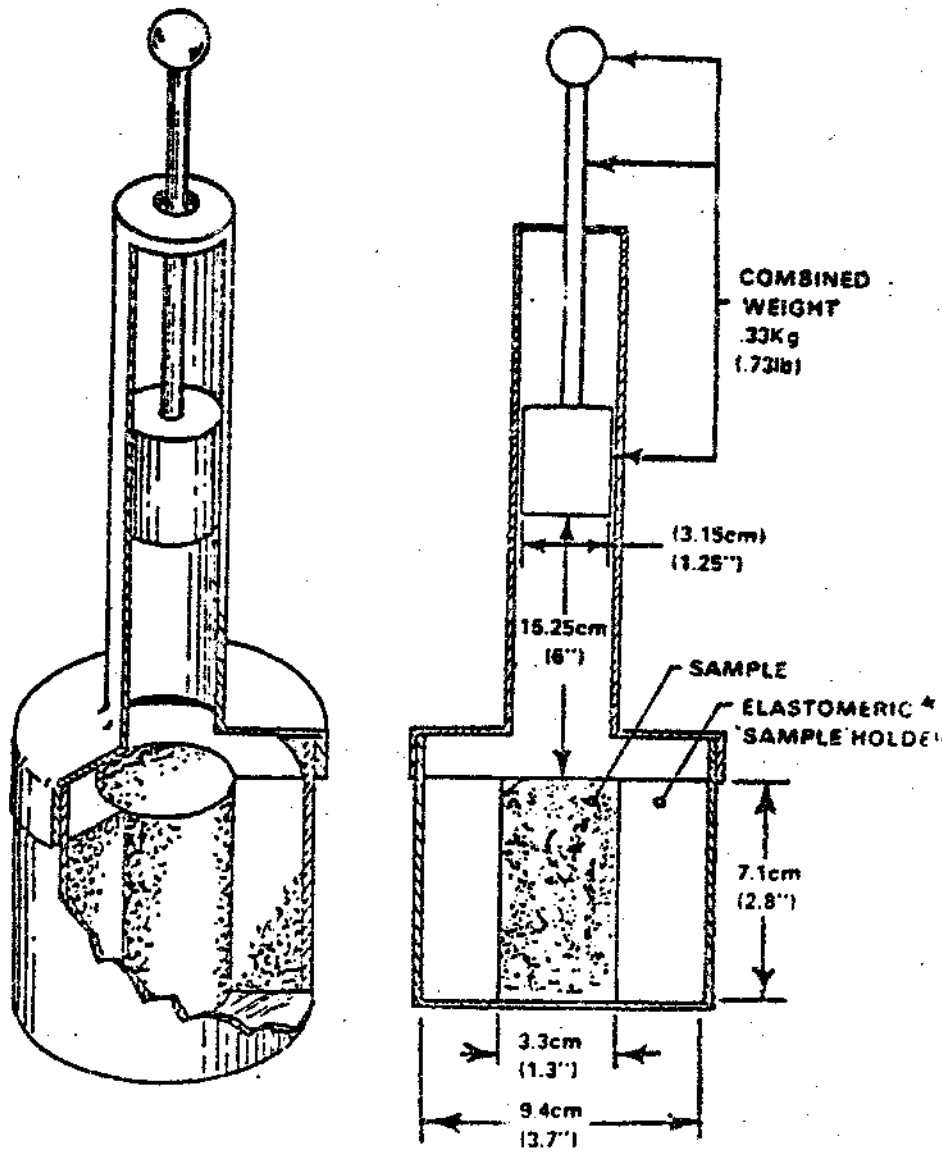
(1) For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium or silver: "Methods for Analysis of Water and Wastes," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA-600/4-79-020, March 1979).

(2) For Endrin; Lindane; Methoxychlor; Toxaphene; 2,4-D; 2,4,5-TP Silver: In "Methods for Benzidine, Chlorinated Organic Compounds, Pentachlorophenol and Pesticides in Water and Wastewater," September 1978, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 42568,

[3] This procedure is intended to result in separation of the "free" liquid portion of the waste from any solid matter having a particle size >0.45um. If the sample will not filter, various other separation techniques can be used to aid in the filtration. As described above, pressure filtration is employed to speed up the filtration process. This does not alter the nature of the separation. If liquid does not separate during filtration, the waste can be centrifuged. If separation occurs during centrifugation the liquid portion (centrifugate) is filtered through the 0.45um filter prior to becoming mixed with the liquid portion of the waste obtained from the initial filtration. Any material that will not pass through the filter after centrifugation is considered a solid and is extracted.

as standardized in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods."

For all analyses, the method of standard addition shall be used for the quantification of species concentration. This method is described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste." (It is also described in "Methods for Analysis of Water and Wastes.")



*ELASTOMERIC SAMPLE HOLDER FABRICATED OF MATERIAL FIRM ENOUGH TO SUPPORT THE SAMPLE

Figure 1

COMPACTION TESTER

ACTION: [illegible] to final rule and [illegible]

SUMMARY: [illegible] Resource Conservation [illegible] Act (RCRA) to [illegible] as promulgated May [illegible] 265.112(a) and 265.142(a) [illegible] all [illegible] facilities [illegible] estimates [illegible] effective [illegible] hazardous [illegible] 265.118(c) and 265.144(a) [illegible] plans [illegible] facility, [illegible] owner or [illegible] hazardous waste facilities [illegible] up to six months *after* [illegible] these regulations to [illegible] a written closure plan, post [illegible] plan (if applicable), and cost [illegible] for closure and post-closure (if [illegible]).

The Agency is extending the period for preparing closure and post closure plans for disposal facilities because planning for closure and post-closure at these facilities is an extremely important activity. Because these plans are so important, the Agency believes that it should provide owners or operators more time to prepare them so that they will be well thought out.

EFFECTIVE DATE: November 19, 1980.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: Lawrence C. Ruzi, Office of Solid Waste (WH-563), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460, (202) 755-9190.

SUPPLEMENTARY INFORMATION:

I. Authority

[illegible] is issued under the [illegible] Sections 1006, 2002(a), and [illegible] the Solid Waste Disposal Act, as [illegible] by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976 (RCRA), as [illegible] 42 U.S.C. 6905, 6912(a), and 6923.

II. Background

[illegible] RCRA [illegible] wastes [illegible] promulgated May 19, 1980 [illegible] Sections 265.112(a) [illegible] 265.142(a) require owners [illegible] hazardous waste facilities to [illegible] closure plans, as well as cost estimates based on these plans, [illegible] effective date of the regulations (November 19, 1980). At the same time, owners or operators of hazardous waste disposal facilities are also required in §§ 265.118(c) and 265.144(a) to have post-closure plans and associated cost estimates. The amendments to the regulations EPA is promulgating today modify these requirements.

The amended regulations allow the owner or operator of a hazardous waste facility up to May 19, 1981 (six months after the effective date of these regulations) to prepare a written closure plan, post closure plan for a disposal facility, and cost estimates for closure and post closure for a disposal facility. An owner or operator of a facility who decides to close his facility within this six-month period must nevertheless submit a closure plan and post-closure plan for a disposal facility at least 180 days before the date he expects to begin closure as required in 40 CFR Part 265, Subpart G, §§ 265.112(c) and 265.118(c).

The Agency is extending the period for preparing closure and post-closure plans for disposal facilities because planning for closure and post-closure at these facilities is an extremely important activity. Because these plans are so important, the Agency believes that it should provide owners or operators more time to prepare them so that they will be well thought out.

As a necessary consequence of extending the time for preparing closure and post-closure plans for facilities, EPA is extending the time for preparing closure and post-closure cost estimates for facilities. Cost estimates must be based on the closure and post-closure plans, so they cannot be prepared until the plans have been prepared.

The Office of Management and Budget recently approved EPA's Part 264 and 265 reporting requirements under the Federal Reports Act on the condition that EPA extend until May 19, 1981, the deadline by which disposal facilities (landfills, land treatment facilities, and surface impoundments which intend to close as landfills) must prepare closure and post-closure monitoring and maintenance plans. The Agency is convinced that owners or operators of *all* facilities, given an additional six months, will be able to prepare better plans and more accurate cost estimates. For this reason, and to avoid confusion as to when these plans are required, EPA is granting the time extension to all facilities.

Dated: October 27, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

For the reasons described above, Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended as follows:

§ 265.112 [Amended]

1. In § 265.112(a), in the first sentence, replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.118 [Amended]

2. In § 265.118(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.142 [Amended]

3. In § 265.142(a), in the first sentence, replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.144 [Amended]

4. In § 265.144(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

[FR Doc. 80-33870 Filed 10-29-80; 8:45 am]

BILLING CODE 6560-30-M

---

40 CFR Part 261

[WH-FRL 1648-4]

Hazardous Waste Management System: Identification and Listing of Hazardous Waste

AGENCY: Environmental Protection Agency (EPA).

ACTION: Technical amendment; final rule.

SUMMARY: In its regulations on the identification and listing of hazardous waste, the Environmental Protection Agency (EPA) is amending the section "Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants" in Appendix II of Part 261. This amendment merely clarifies confusing references to two sets of analytical methods, each of which delineates the same methods insofar as the applicability of the subject section of Appendix II. Therefore, this amendment does not change the substance of Appendix II.

EFFECTIVE DATE: This action is effective immediately.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: David Friedman, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460, (202) 755-9187.

SUPPLEMENTARY INFORMATION: The section on "Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants" in Appendix II of Part 261 promulgated on May 19, 1980 (45 FR at 33128) referenced certain water and wastewater analytical methods and implied that these methods should be used in analyzing EP Toxicity Procedure extracts. That section also referenced "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods" and implied that these methods should be used to analyze these same extracts. These

references to two sets of references have confused the regulated community and have generated many inquiries to the Agency for clarification. Because the latter reference incorporates and clarifies for use in analyzing EP extracts the methods described in the former references, EPA is today promulgating the following technical amendment to change the subject section of Appendix II so that only the latter reference is used.

Dated: October 24, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended by deleting the existing language under the section of Appendix II of Part 261 titled "*Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants*" and substituting the following language:

The test methods for analyzing the extract are as follows:

(1) For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium, silver, endrin, lindane, methoxychlor, toxaphene, 2,4-D[2,4-dichlorophenoxyacetic acid] or 2,4,5-TP [2,4,5-trichlorophenoxypropionic acid]: "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," [SW–846]. U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20480.

(2) [Reserved]

For all analyses, the methods of standard addition shall be used for quantification of species concentration.

[FR Doc. 80-33871 Filed 10–29–80; 8:45 am]

BILLING CODE 5560–29–M

ACTION: [illegible] to final rule and [illegible]

SUMMARY: [illegible] Resource Conservation [illegible] Act (RCRA) [illegible] hazardous [illegible] as promulgated May [illegible] 265.112(a) and 265.142(a) [illegible] operators of all [illegible] facilities to [illegible] estimates [illegible] the effective [illegible] These regulations [illegible] hazardous [illegible] 265.118(c) and 265.144(a) [illegible] plans [illegible] closure, [illegible] the owner or [illegible] hazardous waste [illegible] up to six months *after* [illegible] these regulations to [illegible] a written closure plan, post [illegible] plan (if applicable), and cost [illegible] for closure and post-closure (if [illegible]).

The Agency is extending the period for preparing closure and post-closure plans for disposal facilities because planning for closure and post-closure at these facilities is an extremely important activity. Because these plans are so important, the Agency believes that it should provide owners or operators more time to prepare them so that they will be well thought out.

EFFECTIVE DATE: November 19, 1980.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: Lawrence G. Butz, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460, (202) 755-9190.

SUPPLEMENTARY INFORMATION:

I. Authority

[illegible] is issued under the [illegible] Sections 1006, 2002(a), and [illegible] the Solid Waste Disposal Act, as [illegible] by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976 (RCRA), as [illegible] 1980, 42 U.S.C. [illegible] and 6974.

II. Background

[illegible] RCRA [illegible] regulations were [illegible] promulgated May 19, [illegible] 45 FR [illegible] Subpart G in Sections [illegible] require owners [illegible] hazardous waste [illegible] facilities to [illegible] closure plans, as well as cost [illegible] based on these plans, [illegible] effective date of the regulations (November 19, 1980). At the same time, owners or operators of hazardous waste disposal facilities are also required in §§ 265.118(c) and 265.144(a) to have post-closure plans and associated cost estimates. The amendments to the regulations EPA is promulgating today modify these requirements.

The amended regulations allow the owner or operator of a hazardous waste facility up to May 19, 1981 (six months after the effective date of these regulations) to prepare a written closure plan, post closure plan for a disposal facility, and cost estimates for closure and post closure for a disposal facility. An owner or operator of a facility who decides to close his facility within this six-month period must nevertheless submit a closure plan and post-closure plan for a disposal facility at least 180 days before the date he expects to begin closure as required in 40 CFR Part 265, Subpart G, §§ 265.112(c) and 265.118(c).

The Agency is extending the period for preparing closure and post-closure plans for disposal facilities because planning for closure and post-closure at these facilities is an extremely important activity. Because these plans are so important, the Agency believes that it should provide owners or operators more time to prepare them so that they will be well thought out.

As a necessary consequence of extending the time for preparing closure and post-closure plans for facilities, EPA is extending the time for preparing closure and post-closure cost estimates for facilities. Cost estimates must be based on the closure and post-closure plans, so they cannot be prepared until the plans have been prepared.

The Office of Management and Budget recently approved EPA's Part 264 and 265 reporting requirements under the Federal Reports Act on the condition that EPA extend until May 19, 1981, the deadline by which disposal facilities (landfills, land treatment facilities, and surface impoundments which intend to close as landfills) must prepare closure and post-closure monitoring and maintenance plans. The Agency is convinced that owners or operators of *all* facilities, given an additional six months, will be able to prepare better plans and more accurate cost estimates. For this reason, and to avoid confusion as to when these plans are required, EPA is granting the time extension to all facilities.

Dated: October 27, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

For the reasons described above, Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended as follows:

§ 265.112 [Amended]

1. In § 265.112(a), in the first sentence, replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.118 [Amended]

2. In § 265.118(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.142 [Amended]

3. In § 265.142(a), in the first sentence, replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

§ 265.144 [Amended]

4. In § 265.144(a), in the first sentence replace the phrase "On the effective date of these regulations" with the phrase: "On May 19, 1981."

[FR Doc. 80-33870 Filed 10-29-80; 8:45 am]

BILLING CODE 6560-26-M

---

40 CFR Part 261

[WH-FRL 1648-4]

Hazardous Waste Management System: Identification and Listing of Hazardous Waste

AGENCY: Environmental Protection Agency (EPA).

ACTION: Technical amendment; final rule.

SUMMARY: In its regulations on the identification and listing of hazardous waste, the Environmental Protection Agency (EPA) is amending the section "Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants" in Appendix II of Part 261. This amendment merely clarifies confusing references to two sets of analytical methods, each of which delineates the same methods insofar as the applicability of the subject section of Appendix II. Therefore, this amendment does not change the substance of Appendix II.

EFFECTIVE DATE: This action is effective immediately.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: David Friedman, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460, (202) 755-9187.

SUPPLEMENTARY INFORMATION: The section on "Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants" in Appendix II of Part 261 promulgated on May 19, 1980 (45 FR at 33128) referenced certain water and wastewater analytical methods and implied that these methods should be used in analyzing EP Toxicity Procedure extracts. That section also referenced "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods" and implied that these methods should be used to analyze these same extracts. These

references to two sets of references have confused the regulated community and have generated many inquiries to the Agency for clarification. Because the latter reference incorporates and clarifies for use in analyzing EP extracts the methods described in the former references, EPA is today promulgating the following technical amendment to change the subject section of Appendix II so that only the latter reference is used.

Dated: October 24, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended by deleting the existing language under the section of Appendix II of Part 261 titled "*Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants*" and substituting the following language:

The test methods for analyzing the extract are as follows:

[1] For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium, silver, endrin, lindane, methoxychlor, toxaphene, 2,4-D[2,4-dichlorophenoxyacetic acid] or 2,4,5-TP [2,4,5-trichlorophenoxypropionic acid]: "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," [SW-846]. U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460.

[2] [Reserved]

For all analyses, the methods of standard addition shall be used for quantification of species concentration.

[FR Doc. 80-33071 Filed 10-29-80; 8:45 am]

BILLING CODE 6560-29-M

§ 261.33 Discarded commercial chemical products, off-specification species, containers, and spill residues thereof.

The following materials or items are hazardous wastes if and when they are discarded or intended to be discarded:

(a) Any commercial chemical product, or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(b) Any off-specification commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless:

(1) The container or inner liner has been triple rinsed using a solvent capable of removing the commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate;

(2) The container or inner liner has been cleaned by another method that has been shown in the scientific literature, or by tests conducted by the generator, to achieve equivalent removal; or

(3) In the case of a container, the inner liner that prevented contact of the commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate with the container, has been removed.

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

[Comment: The phrase "commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in . . ." refers to a chemical substance which is manufactured or formulated for commercial or manufacturing use. It does not refer to a material, such as a manufacturing process waste, that contains any of the substances listed in paragraphs (e) or (f). Where a manufacturing process waste is deemed to be a hazardous waste because it contains a substance listed in paragraphs (e) or (f), such waste will be listed in either §§ 261.31 or 261.32 or will be identified as a hazardous waste by the characteristics set forth in Subpart C of this part.]

(e) The commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates, referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5(c). These wastes and their corresponding EPA Hazardous Waste Numbers are:

Hazardous waste No.	Substance [1]
	1080 see P058
	1081 see P057
	(Acetato)phenylmercury see P092
P001	3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts
P002	1-Acetyl-2-thiourea
P003	Acrolein
	Agarin see P007
	Agrosan GN 5 see P092
	Aldicarb see P068
	Aldifen see P048
P004	Aldrin
	Algimycin see P092
P005	Allyl alcohol
P006	Aluminum phosphide (R)
	ALVIT see P037
	Aminoethylene see P054
P007	5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol
P008	4-Aminopyridine
	Ammonium metavanadate see P119
P009	Ammonium picrate (R)
	ANTIMUCIN WDR see P092
	ANTURAT see P073
	AQUATHOL see P088
	ARETIT see P020
P010	Arsenic acid
P011	Arsenic pentoxide
P012	Arsenic trioxide
	Athrombin see P001
	AVITROL see P008
	Aziridine see P054
	AZOFOS see P061
	Azophos see P061
	BANTU see P072
P013	Barium cyanide
	BASENITE see P020
	BCME see P016
P014	Benzenethiol
	Benzopin see P050
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
	BLADAN-M see P071
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P019	2-Butanone peroxide
	BUFEN see P092
	Butaphene see P020
P020	2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol
P021	Calcium cyanide
	CALDON see P020
P022	Carbon disulfide
	CERESAN see P092

F011—Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations.
F015—Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations.

§ 261.32 [Amended]

9. Amend § 261.32 by removing the following waste streams:

K064—Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production.
K065—Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities.
K066—Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production.
K067—Electrolytic anode slimes/sludges from primary zinc production.
K068—Cadmium plant leachate residue (iron oxide) from primary zinc production.

10. Amend § 261.33 by revising the first sentence of paragraphs (c), (d), (e) and (f) to read as follows:

§ 261.33 Discarded commercial chemical products, off-specification species, containers, and spill residues thereof.

* * * * *

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic names listed in paragraph (e) of this section, or any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless: * * *

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill into or on any land or water of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section, or any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any off-specification chemical product and manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraph (e) or (f) of this section. * * *

(e) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates or off-specification commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5(e). * * *

(f) The commercial chemical products, manufacturing chemical intermediates, or off-specification commercial chemical products referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as toxic wastes (T) unless otherwise designated and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5 (a) and (f). * * *

* * * * *

11. Amend § 261.33(f) by removing the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U245	1-(p-Chlorobenzoyl)-5 methoxy-2-methylindole-3-acetic acid.
U248	Indomethacin.

12. Amend § 261.33(f) by adding the following waste stream:

Hazardous waste No.	Substance
U247	Methoxychlor.
U247	Ethane,1,1,1,-trichloro-2,2-bis(p-methoxyphenyl).

Appendix VII [Amended]

13. Amend Appendix VII of 40 CFR 261 by removing the following "Hazardous constituents for which listed" from the "Basis for Listing Hazardous Waste:"

F014—cyanide (complexed)
F015—cyanide (salts)
K064—lead, cadmium
K065—lead, cadmium
K066—lead, cadmium
K067—lead, cadmium
K068—lead, cadmium

14. Appendix VIII of 40 CFR 261 is revised to read as follows:

Appendix VIII

Hazardous Constituents

Acetonitrile (Ethanenitrile)
Acetophenone (Ethanone, 1-phenyl)
3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts (Warfarin)
2-Acetylaminofluorene (Acetamide, N-(9H-fluoren-2-yl)-)
Acetyl chloride (Ethanoyl chloride)
1-Acetyl-2-thiourea (Acetamide, N-(aminothioxomethyl)-)
Acrolein (2-Propenal)
Acrylamide (2-Propenamide)
Acrylonitrile (2-Propenenitrile)
Aflatoxins
Aldrin (1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a,8b-hexahydro-endo,exo-1,4:5,8-Dimethanonaphthalene)
Allyl alcohol (2-Propen-1-ol)
Aluminum phosphide
4-Aminobiphenyl ([1,1'-Biphenyl]-4-amine)
6-Amino-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8-(hydroxymethyl)-8a-methoxy-5-methylcarbamate azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, (ester) (Mitomycin C)
(Azirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-4,7-dione, 6-amino-8-[((amino-carbonyl)oxy)methyl]-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8amethoxy-5-methy-)
5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol (3(2H)-Isoxazolone, 5-(aminomethyl)-)4-aminopyridine (4-Pyridinamine)
Amitrole (1H-1,2,4-Triazol-3-amine)
Aniline (Benzenamine)
Antimony and compounds, N.O.S.*
Aramite (Sulfurous acid, 2-chloroethyl-, 2-[4-(1,1-dimethylethyl)phenoxy]-1-methylethyl ester)
Arsenic and compounds, N.O.S.*
Arsenic acid (Orthoarsenic acid)
Arsenic pentoxide (Arsenic (V) oxide)
Arsenic trioxide (Arsenic (III) oxide)
Auramine (Benzenamine, 4,4'-carbonimidoylbis[N,N-Dimethyl-, monohydrochloride)
Azaserine (L-Serine, diazoacetate (ester))
Barium and compounds, N.O.S.*
Barium cyanide
Benz[c]acridine (3,4-Benzacridine)
Benz[a]anthracene (1,2-Benzanthracene)
Benzene (Cyclohexatriene)
Benzenearsonic acid (Arsonic acid, phenyl-)
Benzene, dichloromethyl- (Benzal chloride)
Benzenethiol (Thiophenol)
Benzidine ([1,1'-Biphenyl]-4,4'diamine)
Benzo[b]fluoranthene (2,3-Benzofluoranthene)
Benzo[j]fluoranthene (7,8-Benzofluoranthene)
Benzo[a]pyrene (3,4-Benzopyrene)
p-Benzoquinone (1,4-Cyclohexadienedione)
Benzotrichloride (Benzene, trichloromethyl-)
Benzyl chloride (Benzene, (chloromethyl)-)
Beryllium and compounds, N.O.S.*
Bis(2-chloroethoxy)methane (Ethane, 1,1'-(methylenebis(oxy))bis[2-chloro-])
Bis(2-chloroethyl) ether (Ethane, 1,1'-oxybis[2-chloro-])
N,N-Bis(2-chloroethyl)-2-naphthylamine (Chlornaphazine)
Bis(2-chloroisopropyl) ether (Propane, 2,2'-oxybis[2-chloro-])
Bis(chloromethyl) ether (Methane, oxybis[chloro-])
Bis(2-ethylhexyl) phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester)
Bromoacetone (2-Propanone, 1-bromo-)
Bromomethane (Methyl bromide)
4-Bromophenyl phenyl ether (Benzene, 1-bromo-4-phenoxy-)
Brucine (Strychnidin-10-one, 2,3-dimethoxy-)
2-Butanone peroxide (Methyl ethyl ketone, peroxide)
Butyl benzyl phthalate (1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl phenylmethyl ester)
2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol (DNBP) (Phenol, 2,4-dinitro-6-(1-methylpropyl)-)
Cadmium and compounds, N.O.S.*
Calcium chromate (Chromic acid, calcium salt)
Calcium cyanide
Carbon disulfide (Carbon bisulfide)
Carbon oxyfluoride (Carbonyl fluoride)
Chloral (Acetaldehyde, trichloro-)
Chlorambucil (Butanoic acid, 4-[bis(2-chloroethyl)amino]benzene-)

* The abbreviation N.O.S. (not otherwise specified) signifies those members of the general class not specifically listed by name in this appendix.

federal register

Monday
May 19, 1980

No. 2863

Date: March 5, 1982 10:30 A.M.

Approved: Carlos S. Quirós
Secretary of State

By: .....
Assistant Secretary of State

Environmental Protection Agency

Hazardous Waste and Consolidated Permit Regulations

5-19-80
Vol. 45—No. 98
BOOK 2:
PAGES
33063-33285

federal register

Book 2 of 3 Books
Monday, May 19, 1980

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY
Hazardous Waste Management System

33066 Part II
Hazardous Waste Management System; General

33084 Part III
Identification and Listing of Hazardous Waste

33136 Part IV
Proposal To Modify 40 CFR Part 261—Hazardous Waste Lists

33140 Part V
Standards Applicable to Generators of Hazardous Waste

33150 Part VI
Standards Applicable to Transporters of Hazardous Waste

33154 Part VII
Standards and Interim Status Standards for Owners and Operators of Hazardous Waste Treatment, Storage, and Disposal Facilities

33260 Part VIII
Proposal To Modify 40 CFR Part 265—Subpart H—Financial Requirements

33280 Part IX
Proposal To Modify 40 CFR Part 265—Subpart R—Underground Injection

federal register

Monday
May 19, 1980

Part II

Environmental Protection Agency

Hazardous Waste Management System: General

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY

40 CFR Part 260

[FRL 1395-7]

Hazardous Waste Management System: General

AGENCY: Environmental Protection Agency.

ACTION: Revisions to final rule and interim final rule and request for comments.

SUMMARY: Subtitle C of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (RCRA), directs the Environmental Protection Agency (EPA) to promulgate regulations to protect human health and the environment from the improper management of hazardous waste. The first phase of EPA's regulations implementing this directive are contained in Parts 262 and 263 of this chapter (which were promulgated on February 26, 1980) and Parts 261, 264, 265, 122, 123, and 124 of this chapter (which are being promulgated today).

This regulation (Part 260) sets forth definitions of words and phrases which appear in Parts 261 through 265 and contains provisions which are generally applicable to all those regulations. It was originally published on February 26, 1980, concurrent with the promulgation of EPA's Part 262 and 263 regulations. It is now being amended to add new provisions required by today's publication of Parts 261, 264 and 265 and to revise one of the definitions published in February.

DATES: Effective date: November 19, 1980. Comment date: For the interim final portions of this regulation, public comments will be accepted until July 18, 1980.

ADDRESSES: Comments on interim final portions should be sent to Docket Clerk [Docket No. 3000], Office of Solid Waste (WH-562), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460. The public docket for this regulation is located in Room 2711 of the above address, and is available for viewing from 9:00 a.m. to 4:00 p.m., Monday through Friday, excluding holidays.

Single copies of these regulations will be available approximately 30 days after publication from Ed Cox, Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 West St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268 (513) 684-5362. Multiple copies will be available from the Superintendent of Documents, Washington, D.C. 20402.

For information on the implementation of these regulations, contact the EPA Regional Offices below:

Region I—Dennis Huebner, Chief, Waste Management Branch, John F. Kennedy Building, Boston, Massachusetts 02203 (617) 223-5777;

Region II—Dr. Ernest Regna, Chief, Solid Waste Branch, 26 Federal Plaza, New York, New York 10007 (212) 264-0504/5;

Region III—Robert L. Allen, Chief, Hazardous Materials Branch, 6th and Walnut Streets, Philadelphia, Pennsylvania 19106 (215) 597-0980;

Region IV—James Scarbrough, Chief, Residuals Management Branch, 345 Courtland Street N.E., Atlanta, Georgia 30365 (404) 881-3016;

Region V—Karl J. Klepitsch, Jr., Chief, Waste Management Branch, 230 South Dearborn Street, Chicago, Illinois 60604 (312) 886-6148.

Region VI—R. Stan Jorgensen, Acting Chief, Solid Waste Branch, 1201 Elm Street, First International Building, Dallas, Texas 75270 (214) 767-2645

Region VII—Robert L. Morby, Chief, Hazardous Materials Branch, 324 E. 11th Street, Kansas City, Missouri 64106 (816) 374-3307

Region VIII—Lawrence P. Gazda, Chief, Waste Management Branch, 1860 Lincoln Street, Denver, Colorado 80203 (303) 837-2221

Region IX—Arnold R. Den, Chief, Hazardous Materials Branch, 215 Fremont Street, San Francisco, California 94105 (415) 556-4606

Region X—Kenneth D. Feigner, Chief, Waste Management Branch, 1200 6th Avenue, Seattle, Washington 98101 (206) 442-1260

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: John P. Lehman, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, SW., Washington D.C. 20460 (202) 755-9185.

SUPPLEMENTARY INFORMATION:

I. Authority

This regulation is issued under the authority of Sections 1006, 2002(a), 3001 through 3007, 3010, and 7004 of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (RCRA), 42 U.S.C. 6905, 6912(a), 6921 through 6927, 6930, and 6974.

II Background

Subtitle C of RCRA establishes a Federal program to provide comprehensive regulation of hazardous waste. When fully implemented, this program will provide "cradle-to-grave" regulation of hazardous waste. Section 3001 of Subtitle C directs EPA to identify the characteristics of and to list those hazardous wastes which are subject to regulation under Subtitle C. Sections 3002 and 3003 require EPA to establish standards for generators and transporters of hazardous waste which will ensure proper recordkeeping and reporting, the use of a manifest system to track shipments of hazardous waste, the use of proper labels and containers, and the delivery of the waste to properly permitted treatment, storage, and disposal facilities. To ensure that these facilities are designed, constructed, and operated in a manner which protects human health and the environment, Section 3004 of RCRA directs EPA to promulgate technical, administrative, monitoring, and financial standards for them. These independently enforceable standards will be used by EPA to issue permits to owners and operators of facilities under Section 3005. For those States interested in administering the RCRA program instead of EPA, Section 3006 requires the Agency to issue guidelines under which States may seek authorization to carry out the program. Finally, under Section 3010, all persons engaging in activities subject to control under Sections 3002 through 3004 above must notify EPA or States having authorized RCRA hazardous waste programs.

Early this year, EPA began issuing the regulations which comprise the Subtitle C hazardous waste management system. On February 26, 1980, it promulgated standards for generators and transporters of hazardous waste under Sections 3002 and 3003 of RCRA, respectively (Parts 262 and 263), and issued a public notice establishing procedures for filing a notice of hazardous waste activity under Section 3010. Today EPA is publishing permit procedures and guidelines for the approval of State hazardous waste programs under Sections 3005 and 3006, respectively (Parts 122, 123, and 124), and the first phase of its Section 3001 hazardous waste list and characteristics and Section 3004 facility standards (Parts 261, 264, and 265). As discussed in the preambles to those two latter regulations, EPA expects to be amending its Sections 3001 and 3004 regulations later this year to bring additional wastes into the hazardous waste management system and to add additional facility standards.

Table 1 below, shows where each of these regulations appears in the **Federal Register.**

Table 1[1]

40 CFR	Corresponding RCRA section and descriptive title	Federal Register date
Part:		
260	Definitions used in other Parts corresponding to the Sections 3001 through 3004 rules, and general provisions applicable to these Parts.	5/19/80 Part II.
261	Section 3001: Identification and Listing of Hazardous Waste.	5/19/80 Part III.
262	Section 3002: Standards Applicable to Generators of Hazardous Waste.	5/19/80. Part V.
263	Section 3003: Standards Applicable to Transporters of Hazardous Waste.	5/19/80. Part VI.
264	Section 3004: Standards Applicable to Owners and Operators of Hazardous Waste Treatment, Storage, and Disposal Facilities.	5/19/80. Part VII.
265	Section 3004: Interim Status Standards Applicable to Owners and Operators of Hazardous Waste Treatment, Storage, and Disposal Facilities.	5/19/80 Part VII.
122 and 124.	Section 3005: Permits for Treatment, Storage, and Disposal of Hazardous Waste.	5/19/80 Part X.
123	Section 3006: Guidelines for Authorized State Hazardous Waste Programs.	5/19/80. Part X.
	Section 3010: Preliminary Notification of Hazardous Waste Activity.	2/26/80. (45 FR 12746)

[1] This table is self-explanatory except for that portion of it dealing with section 3004 of RCRA. There are three groups of owners and operators of hazardous waste facilities subject to control under this Section: owners and operators with interim status, those who own or operate RCRA permitted facilities, and those with neither interim status nor a permit. Owners and operators in the first group are subject to the Part 265 rules; those in the second group must comply with RCRA permits based on the Part 264 rules; those in the third group must stop operations on the effective date of these regulations. (See the preamble to the Parts 264 and 265 rules issued elsewhere in today's FEDERAL REGISTER for an explanation of how owners and operators qualify for interim status.)

The purpose of this regulation (Part 260) is to consolidate in one place a number of provisions which are applicable to all the Part 261 through 265 regulations. Subpart A contains rules concerning the designation and handling of confidential information and rules of grammatical construction which are generally applicable to Parts 261 through 265. Subpart B contains definitions of key words and phrases which are used in those Parts. Subpart C outlines the general procedures which EPA will follow in acting on petitions to amend Parts 260 through 265 and special procedures applicable to petitions for the approval of equivalent testing and analytical methods and petitions to amend Part 261. Finally, Appendix I contains a "road map" to the Subtitle C regulations which is designed to acquaint persons unfamiliar with EPA's Subtitle C regulations with the most important regulatory provisions in Parts 260 through 265 and Parts 122 through 124. (Note that Appendix I contains guidance, not regulations. If any part of the appendix is inconsistent with the regulations, the regulations should be considered controlling.)

III. Subpart A

1. *Section 260.1 (Purpose, scope, and applicability).* This section explains the purpose of Part 260 and outlines the contents of the remaining sections. It is largely self-explanatory.

2. *Section 260.2 (Availability of information; confidentiality of information).* The Agency expressed its basic stance on confidentiality in § 250.27 of the proposed Section 3002 regulations, which stated that all information provided in connection with the requirements of RCRA must be made available to any person, as authorized by Section 3007(b) of RCRA, the Freedom of Information Act (FOIA, 5 U.S.C. 552), and the EPA regulations adopted to implement the FOIA and Section 3007(b) (40 CFR Part 2). Proposed § 250.27 applied also to the recordkeeping and reporting systems under Section 3004 of the proposed regulations, because they were designed to use information supplied on the manifest as the data base.

A number of commenters argued that all RCRA reports and information should be made known to the public because public knowledge of this information is essential to the effective enforcement of RCRA. In particular, they argued that in order for the public oversight and citizen suit provisions of RCRA to be effective, the public must have information on the types and amounts of waste being handled by facilities, data from the monitoring of ground water and surface water, information on the type of process generating the waste and the hazardous properties of the waste, and any information reported to the Agency regarding fires, explosions, and discharges of hazardous waste, including data on the degradation of ground water.

The Agency has sought to balance the public need for information against legitimate claims of confidentiality. Neither Section 3007(b) of RCRA nor the Freedom of Information Act, however, authorize or require full public disclosure of information collected pursuant to RCRA. Section 3007(b) directs the Administator to consider as confidential any information which would be entitled to protection under Section 1905 of Title 18 of the United States Code, upon a satisfactory showing by the claimant that his information does indeed warrant confidential treatment. The provisions of the Freedom of Information Act concerning the availability of information do not apply to confidential trade secrets and commercial or financial information (Section 552(b)(4)).

Because of this provision in RCRA, the Agency cannot impose a blanket requirement in the regulations that specific information must be released to the public in all cases. However, the public may obtain information on the type of process producing the wastes listed in the Section 3001 rules from the background documents supporting the Section 3001 regulations. In addition, the Subpart D rules require owners or operators to notify local authorities of fires, explosions, or discharges of hazardous waste which have the potential for adversely affecting human health and the environment outside the facility. Thus, information of this type may also be available to the public.

Several commenters suggested that EPA should clearly state that the confidentiality provisions of proposed § 250.27 apply to the information required in the Section 3004 rules. The Agency agrees, and has therefore placed the provisions concerning confidentiality in Part 260 of the final rules. Section 260.1 of this Part makes it clear that the § 260.2 confidentiality provisions apply to all information required to be submitted under the final Sections 3001 through 3004 standards.

3. *Section 260.3 (Use of number and gender).* This section establishes simple rules of grammatical construction concerning number and gender. It has been added to allow EPA to simplify the drafting of its final Part 261 through 265 regulations by eliminating the need for such awkward phrases as "he/she/it" or "the owner (or in event there is more than one owner, the owners)". It is self-explanatory.

Although there is no direct counterpart to this section in the proposed Subtitle C rules, the Agency is issuing it as a final, rather than interim final standard. This is simply a rule of usage and, therefore, it is unnecessary to solicit comments on it.

IV. Supart B

In EPA's proposed regulations, each regulation had its own set of definitions (*see* §§ 250.11, 250.21, 250.31, and 250.41). To eliminate the unnecessary repetition this produced, all the definitions which are applicable to more than one of EPA's final regulations have been consolidated into this subpart. Definitions of terms which are used only once, or only in conjunction with a single section or subpart, will generally be defined in the section or subpart in which they are used. We hope this reorganization will make the regulations less cumbersome and easier to follow.

When Part 260 was published in February, it contained definitions of twelve terms used in EPA's Parts 262 and 263 regulations and a preamble discussion of each (45 FR 12722). Except for the definition of "on-site", which has been revised since February, these terms will not be discussed again here.

Of the new definitions which are being added to Part 260 today, most are self-explanatory and non-controversial and therefore need not be addressed in this preamble. Those which do require explanation are either dealt with in the preambles accompanying the regulation in which the term is used or in the discussion which follows.

1. *Definition of Active Portion.* The proposed difinition of "active portion" stated that portions of facilities closed in accordance with the facility closure plan, and all applicable closure requirements, were not active portions. Several commenters were concerned that portions of facilities which were closed before the effective date of the regulations, but not in accordance with the Section 3004 closure requirements, would be considered to be active portions. If this were the case, they argued that it was unreasonable to require owners and operators to re-close these portions in accordance with the RCRA standards.

The Agency believed that the following statement in the preamble to the proposed Section 3004 regulations stated that Agency's intent generally *not* to regulate portions of facilities closed before the effective date of the regulations:

> RCRA is written in the present tense and its regulatory scheme is organized in a way which seems to contemplate coverage only of those facilities which continue to operate after the effective date of the regulations. The Subpart D standards and Subpart E permitting procedures are not directed at inactive facilities. (43 FR 58984)

However, the Agency realizes that its original intent would have been more clearly stated if the words "or inactive portions of active facilities" had been added to the above sentence. The Agency's intent is not to regulate under Subtitle C portions of facilities closed before the effective date of the regulations. The only exception to this is that owners and operators of facilities which continue to operate after the effective date of the regulations must ensure that portions of facilities closed before the effective date of these rules do not interfere with the monitoring or control of active portions. This requirement regulates the facility which operates under the RCRA regulations, although it may require the owner or operator, before he receives a permit, or as a permit condition, to take certain measures on portions of his facility closed before the effective date of these regulations.

2. *Definitions of Disposal and Disposal Facility.* Several commenters suggested that the statutory definition of "disposal" given in Section 1004(3) of RCRA should be reworded to make it clear that an unplanned release or discharge of hazardous waste does not constitute disposal. They argued that this change is necessary because, otherwise, accidental discharges will have to be permitted before they are allowed to occur.

Regardless of whether a discharge of hazardous waste is intentional or not, the human health and environmental effects are the same. Thus, intentional and unintentional discharges are included in the definition of "disposal".

However, the Agency agrees that permits logically can only be required for intentional disposal of hazardous waste. Therefore, the definition of "disposal facility" has been modified to indicate the Agency's intent that the term does not apply to activities involving truly accidental discharge of hazardous waste.

In addition, the definition has been further modified to make it clear that only facilities at which hazardous waste is to remain after closure are, for the purposes of these regulations, disposal facilities. Thus, for example, a surface impoundment used for waste treatment from which the emplaced waste and waste residue is to be removed before closure of the impoundment, for purposes of these regulations, is not both a treatment and a disposal facility, but rather, only a treatment facility. That does not mean it might not be "disposing" of wastes within the meaning of that term in Section 1004(3) of RCRA. It merely means that EPA, for purposes of reference in these regulations, will call it a "treatment facility."

3. *Definition of Existing Facility.* Several commenters pointed out what they perceived as a serious fault in Section 3005(e) of RCRA, which is that the Section limits interim status to owners and operators of facilities "in existence" on or before October 21, 1976. The statute requires that, in order to operate legally, facilities which have come into existence after October 21, 1976, must obtain a permit by the effective date of the Section 3005 regulations (i.e., within 180 days after the promulgation date of the regulations). Because it is unlikely that permits can be issued within 180 days for all facilities not "in existence" by October 21, 1976, the commenters felt that the language of the statute was unfair to the owners and operators of these facilities.

EPA agrees that the language of the statute as it now stands would make the RCRA program unworkable. However, the language of RCRA is clear and EPA has had no alternative but to follow it in the regulations. As the preamble to the Part 122 regulations discusses, EPA expects that amendments to RCRA now in conference will be passed shortly and will cure this problem.[2]

In the proposed rules, existing facilities were limited to those which were in operation or under "physical construction" by a certain date. Physical construction was defined as:

> excavation, movement of earth, erection of forms or structures, the purchase of equipment or any other activity involving the actual preparation of the Hazardous Waste Management facility.

The Agency has expanded this aspect of the definition of "existing facility" in the final rules. The Agency believes that facilities for which substantial financial commitments have been incurred through contractual obligations to purchase specially designed structures or equipment, should also be considered to be existing facilities. Accordingly, the final Part 260 definition provides that a facility which has "commenced construction" by a certain date is an "existing facility".

In determining whether construction has commenced, as the term is defined in Part 260, it is first necessary to determine whether the owner or operator has obtained and continues to hold all necessary preconstruction approvals or permits required by Federal, State, and local laws and regulations. If all such permits have not been obtained or maintained, construction has not commenced.

Assuming that the permit requirement is satisfied, in order to have "commenced construction," it is still necessary for facilities to meet one of two additional requirements. The first requirement is that a continuous physical on-site construction program has begun by the date in question. The words "continuous" and "on-site" are key to this test. It will not suffice merely to have begun erection of auxiliary buildings or construction sheds unless there is clear evidence (through contracts or otherwise) that construction of the entire facility will go forward in a

[2] Accordingly, EPA encourages every facility built or under construction on the promulgation date of the RCRA program regulations to notify EPA and file Part A of the permit application so that it can be quickly processed for Interim Status when the change in the law takes effect.

continuous manner (no breaks greater than 18 months). Nor will it suffice that erection of certain components began off-site.

The alternative requirement is that by the date in question, binding agreements—which cannot be canceled or modified without substantial loss—were established for construction of the facility to be completed within a reasonable time. The words "substantial" and "for construction" are key to this test. In order to minimize administrative burdens and to provide some certainty, the Agency will consider a loss as being substantial if the cost to cancel a construction agreement is more than 10 percent of the total project cost. Whether a loss equal to or less than 10 percent is substantial will be considered on a case-by-case basis. The loss must also be related to contractual obligations for construction. Options to purchase or contracts for feasibility, engineering, or design studies will not be considered to be contractual obligations for construction.

These conditions for "commenced construction" are adopted from EPA's Prevention of Significant Deterioration (PSD) regulations issued under the Clean Air Act (see 43 FR 26395).

4. *Definition of Generator.* Several comments on the proposed definition of "generator" concerned corporations controlling plants in several locations which each produce hazardous waste. They questioned whether each plant, or only the corporate headquarters, is the generator. Some commenters thought that the latter should be designated as the generator because this would allegedly reduce the number of manifests and records that the corporation would collectively be required to develop.

RCRA directs the Agency to monitor and control the movement of hazardous waste. The only way that the Agency can do so is to know the source of the waste. If the reports which EPA received on hazardous waste identified the corporate headquarters as the generator, EPA would not know which of the corporation's plants produced the waste and, thus, would be unable to monitor the waste's movement. For this reason, the final definition has been modified to make it clear that the plant, and not the parent company, is the generator. However, corporate headquarters may prepare and submit separate reports for each of the corporation's facilities.

Certain producers (e.g., farmers and small generators) were excluded from the proposed definition of "generator." Because these exclusions are specifically dealt with in the final Part 261 and Part 262 regulations, it is unnecessary to attempt to include the substance of these regulations in the final definition of "generator".

5. *Definition of On-Site.* The Agency is amending the definition of "on-site", which was promulgated in the Part 260 regulations issued on February 26, 1980 (45 FR 12724). In the preamble which accompanied that definition, the Agency pointed out that the manifest is necessary "to safeguard human health and the environment in the transportation of hazardous waste, regardless of the distance that the waste is being transported." However, the preamble went on to say that:

> Merely *crossing* the public right-of-way to gain access to property under the control of the generator does not create the same dangers to the public that transportation upon public highways entails. [emphasis added]

For this reason, the proposed definition of "on-site" (43 FR 58976) was revised to include as "on-site," non-contiguous property owned by the generator which is connected by "a right-of-way which he controls and to which the public does not have access." This revision allowed generators to transport their waste within these confined limits without preparing a manifest for it.

The Agency now realizes, however, that the revised definition of "on-site" (45 FR 12724) cold be interpreted to allow unmanifested waste to be transported *along* a public right-of-way. This was not what the Agency had intended when revising the proposed definition. Therefore, that definition has been amended to make it clear that the entrance and exit of the geographically contiguous property—which may be divided by a public or private right-of-way—must be directly across from each other in order to be considered to be the same site.

6. *Definition of Representative Sample.* The Agency mistakenly provided two definitions of the term "representative sample" in the proposed rules, one in § 250.11(b)(5), and the other in § 250.41(b)(73). The latter was concerned solely with samples characteristic of ground water beneath a facility. Several commenters pointed out that the definition was too restrictive because the proposed regulations required samples to be taken of things other than ground water. The Agency agrees, and has restructured the final ground-water monitoring standards so that a definition of "representative sample" specific to ground water is no longer needed. It has therefore been deleted from the final rules.

The definition provided in § 250.11(b)(5) was broader than that contained in § 250.41(b)(73). § 250.11(b)(5) defined representative sample as:

> Any sample of the waste which is *statistically equivalent* to the total waste in composition, and in physical and chemical properties. Representative samples may be generated using the methods set out in Appendix I of this Subpart. [emphasis added]

Many commenters objected to the aspect of this definition which required that the sample be statistically equivalent to the total waste. They argued that statistical equivalence has an exact meaning, and that interpreted literally, the proposed definition would have required the entire waste stream to be sampled, or a statistical data base established for it, in order to ensure that every constituent of the waste stream was known to some level of accuracy and precision. These commenters felt that this aspect of the definition was unreasonable.

The Agency agrees that requiring a representative sample to be statistically equivalent to the waste is currently infeasible for most waste streams. This is particularly true for "composite" or heterogeneous wastes. The Agency will, in the future, develop and publish in SW–846, "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste", practical procedures for obtaining statistically equivalent representative samples of hazardous waste. However, until they are developed, the Agency agrees that the definition of "representative sample" should not require that the samples be statistically equivalent to the total waste. Therefore, the definition has been changed to require that representative samples exhibit the average properties of the universe or whole (e.g., waste or ground water).

V. Subpart C

1. *Section 260.20 (General).* Section 7004 of RCRA states that any person may petition EPA for the promulgation, amendment, or repeal of any regulation under RCRA. That section further directs the Administrator to develop and publish minimum guidelines for the public to participate in this process.

EPA's proposed Subtitle C regulations contained no guidelines to assist the public in framing rulemaking petitions or to advise them of the procedures EPA would follow in acting on their petitions. EPA received a number of comments, often in the context of a specific regulatory provision (e.g., the list of hazardous wastes issued under Section 3001), suggesting that EPA establish rulemaking procedures for Subtitle C.

EPA agrees this would be desirable, and accordingly is adding a subpart to its final rules which (1) establishes the procedures for petitioning EPA to amend, modify, or revoke any provision in Parts 260 through 265 and (2) establishes procedures governing EPA's action on these petitions.

These procedures reflect normal informal rulemaking practice under the Administrative Procedures Act and are largely self-explanatory. Except for two types of petitions—petitions to approve equivalent methods and petitions to amend Part 261 to exclude a waste produced by a particular facility—EPA is not establishing information requirements for petitions. These requirements will of necessity vary with the nature of the regulatory provision which the petitioner is seeking to add or amend, and are not readily susceptible to precise articulation in a regulation. However, petitioners should be able to glean a great deal of information which would be useful in drafting rulemaking petitions from preamble discussions of provisions and associated background documents. In the case of EPA's hazardous waste characteristics and list, the regulations themselves identify the criteria against which all rulemaking (including that initiated by EPA) will be evaluated.

This entire subpart is being published in interim final form to give the public an opportunity to comment on EPA's procedures.

2. *Section 260.21 (Petitions for equivalent testing or analytical methods).* In its proposed Section 3001 regulations, EPA required persons to determine whether their waste exhibited one of the Agency's proposed hazardous waste characteristics using specified testing and analytical methods or "an equivalent method". (See proposed §§ 250.13(a) (i) and (ii), (a)(2)(i), (b)(i), and (d)(2)(ii)). Section 250.11(b)(2) of the proposed rules defined "equivalent method" as any method:

> which the Administrator determines to be functionally equivalent or superior to the method specified.

The proposed rules did not, however, provide any procedures for requesting EPA to approve testing or analytical methods as equivalent to those specified in proposed Section 3001. Several commenters suggested that such procedures should be included in the regulations.

EPA agrees and believes the procedures set forth in § 260.20 will work well for petitions for equivalent methods. However, because specific types of data are required to determine whether a testing or analytical protocol is "equivalent" or "superior" to an existing method, EPA has also established specific information requirements for petitions for equivalent methods. These requirements necessarily require a petitioner to fully evaluate the alternative method and to undertake a thorough comparative analysis of this method and EPA's. Requiring less data would place too large a burden on EPA, considering its limited resources for developing alternative testing methods. The Agency believes that those who desire to use a method other than that prescribed in the final rules will typically have the data required in § 260.21 because they will have found the prescribed method to be inappropriate for their purposes, and will have already committed resources to develop an equivalent method.

3. *Section 260.22 (Petitions to amend Part 261 to exclude a waste produced at a particular facility).* This provision is discussed in Section VII of the preamble to Part 261.

Regulatory Analysis

The Agency has prepared for the regulations promulgated under Sections 3001 through 3004 and 3010 of RCRA, an Economic Impact Analysis, an Environmental Impact Statement, a Reports Impact Analysis, an Operations Resources Impact Analysis, and an Evaluation Plan. EPA has prepared a summary regulatory analysis of its final regulations based on the above reports. This Regulatory Analysis describes the various alternative approaches that the Agency might have used to implement the hazardous waste program, and explains why certain choices were made.

Except for the Evaluation Plan (which was prepared under Executive Order 12044), or as otherwise specified below, copies of these documents may be reviewed in the EPA Regional Office libraries, and at the EPA headquarters library, Room 2404, Waterside Mall, 401 M Street, SW., Washington, D.C. 20460. The Evaluation Plan will be available for review only at the EPA headquarters library.

I. Economic Analysis

The Agency prepared an Economic Impact Analysis under Executive Order 11821, as amended by Executive Order 11949. It indicates that there are both costs and benefits associated with this regulatory program.

1. *Benefits.* The Subtitle C regulatory program will reduce the damage to human health and the environment from improper management of hazardous waste. The following is a brief list of some of the many expected improvements:

(1) Ground-water pollution from leaching of toxic pollutants from improperly designed and managed landfills and surface impoundments will be reduced.

(2) Poisoning and injury due to direct contact with randomly dumped wastes will be reduced.

(3) Pollution of surface waters from hazardous waste stored or disposed of in fields and on riverbanks will be reduced.

(4) Illicit dumping of waste in farm fields, wooded areas, along roadsides, and in ditches and streams will be reduced.

(5) Emission of toxic gases from improperly run incinerators will be reduced.

(6) Accidents, mistakes, and malfunctions at hazardous waste management facilities, which could affect people near the site, will be reduced in number and in severity, due to improved training of personnel, monitoring and inspections, and required emergency equipment.

(7) Contingency plans will spell out procedures to ensure rapid and effective responses to emergencies to minimize any danger to off-site residents and the environment.

(8) Facilities will be decontaminated or otherwise secured at closure, and disposal sites will be monitored and maintained after closure, to reduce the possibility of future adverse impacts on human health or the environment.

The Agency believes these improvements will be substantial and noticeable. The expected improvements are not quantifiable, however, since records of past practices and problems are extremely limited. Also, it is difficult or impossible to quantify benefits deriving from reduced adverse impacts on health or the environment. The dollar value of preventing a case of cancer, for example, is not truly ascertainable. In addition to the major non-quantifiable economic benefits expected from decreases in human health problems and in pollution of our air, land, and water, EPA expects an improvement in economic efficiency and equity, and substantial direct savings from avoiding clean up costs in the future.

An economy functions efficiently and equitably when the price of goods produced in the society reflects the actual social and private costs of production (i.e., when the costs are internalized). Until now, in most states, firms could dispose of wastes in environmentally unsafe ways at a cost substantially less than that for adequate disposal. Thus, the price of goods often

did not reflect the full social cost of production.

Pre-RCRA practices for managing hazardous waste created economic inequities. The costs of disposal often fell randomly on individuals affected by improper management or on the public at large since tax revenues were used to clean up inadequate facilities. It would be more equitable for the costs of adequate hazardous waste management to fall on the consumers and producers of the products which generate the hazardous waste.

Pre-RCRA management practices also caused economic inefficiencies. Because the price of goods did not reflect the cost of properly managing the waste produced as part of the manufacturing process, these goods were priced too low relative to other goods. Because prices were lower than the true social cost of producing the product, consumers were able to buy more of these goods than they could if proper waste management costs were included in the product price. Thus, companies manufactured and sold more of these products and generated more hazardous waste than was economically efficient. These products, thus, had an unfair competitive edge over other products which didn't generate hazardous waste. Furthermore, because companies did not have to either pay the cost of proper waste management or pass it along to customers, the incentives to develop technology and process changes to lessen the quantity of hazardous waste generated or to recover the waste as a useful material were weak compared to what they might have been if proper waste management was required. Additionally, companies which wanted to properly manage their wastes were put at a competitive disadvantage by doing so because they bore costs which their competitors did not.

The RCRA Subtitle C Regulations will ensure that those generating hazardous waste will pay appropriately for their safe management. Most of this cost will be passed on to consumers, while some may be borne by the generator, particularly where price increases are held down in some way (e.g., by foreign competition or competition with other products). In either case, the economy will be more efficient and equitable because those receiving the benefits will also pay the costs, and prices will serve as a more efficient allocator of resources.

In recent years, with increasing frequency, society has been forced to properly dispose of waste that was previously disposed of haphazardly. The best known example of this is Love Canal in New York, where 20,000 tons of waste were buried over a period of years. The diagnosis of a severe health hazard in the area due to wastes seeping into house basements and surfacing in backyards caused society to take remedial action. The price tag to the State and Federal governments is expected to be about $36 million for clean up, relocating residents, health and environmental testing services, and other expenses associated with the disaster. Thus, society is spending about $1,800 per ton in its effort to clean up waste improperly disposed of, and more will be spent before the area is returned to normal. Further, the $1,800 per ton excludes human health costs and suffering, which might easily outweigh actual dollar costs. Given that average disposal costs after the RCRA regulatory program is in place are estimated to be around $80 per ton, it clearly pays to do the job right in the first place.

Given that damages from improper hazardous waste management often take decades to surface, we may be paying dearly for past waste mismanagement for many years to come. Further, without a regulatory program, new problem sites would continue to be developed. Ultimately, clean up of all of these sites could cost billions of dollars.

2. *Costs and Impacts.* Phase I of the RCRA Subtitle C program will broadly affect American industry. The Agency focused its Economic Impact Analysis (EIA) on major hazardous waste-generating segments within 22 [3] industries. The study covered approximately 29,000 generators who produced an estimated 13.7 million metric tons of hazardous waste in 1978. The RCRA hazardous waste standards are expected to cover about 67,000 hazardous waste generators that are expected to produce about 41 million metric tons of hazardous waste in 1980. The Agency's analysis shows that 62% of this hazardous waste is from the chemical and allied industries.

As a result of the Phase I regulations, the annual hazardous waste disposal costs for the 29,000 generators covered by the EIA are predicted to increase by $510 million.[4] Of this annual cost, about 50% is for compliance with surface impoundment requirements. Recurring operational and administrative expenses account for $430 million (1980 dollars) of the total annual cost; the rest is for capital and other initial expenditures (as annualized). Total capital and other initial expenditures are estimated at $310 million.

The distribution of the annual compliance cost by major RCRA hazardous waste management activity is provided in Table I. The major part of the cost is for treatment and disposal facility closure and post-closure activities which will occur in the future, but which EPA assumes owners will prepare for in advance of their occurrence. The $510 million annual cost amounts to less than 0.2 percent of the value of sales of the affected industries.

Table I.—*Distribution of RCRA Costs by Type of Requirement*

Compliance activity	Annual incremental cost in millions of dollars	Percent of total cost
Closure/post-closure	$303.3	59
Treatment and disposal	56.8	11
Monitoring/testing	67.5	13
Administration	28.7	6
Contingency planning	23.2	5
Recordkeeping/reporting	15.2	3
Training	15.8	3
Total	*$510.0	100

*Detail does not add to total due to independent rounding.

The Phase I standards establish the RCRA Subtitle C program, and will be followed by Phase II, which will establish the standards for permit issuance. These are scheduled to be promulgated in the fall of 1980. While the regulations have not yet been written, it is conceivable that the added costs of the Phase II regulations could double the total costs for the affected industries.

As part of the EIA, the Agency performed detailed analyses of parts of six major industries which EPA believed could be substantially affected economically by the regulations. They were segments of the textiles, leather tanning, electroplating, inorganic chemicals, organic chemicals, and nonferrous metal smelting and refining industries. The analyses showed that 86 plants may close out of the 4200 studied, costing as many as 5300 jobs. Negative impacts are concentrated in the following industry sectors: Primary zinc and secondary lead smelting and refining, sodium dichromate and titanium dioxide production, cattlehide non-chrome and sheephide (no beamhouse) tanning, electroplating job shops, and woven fabric finishing and

[3] The study included one additional segment, metals mining, which is not included in this summary. The calculations have not been completed and there are major questions as to whether significant quantities of waste from this industry will prove hazardous.

[4] This is an annualized cost developed by multiplying a capital recovery factor by the initial capital cost and adding the product to the recurring program costs. This provides an even projection of expenditures although generators will typically incur disproportionately more expenses in the beginning of the program and at the end of the useful life of the facility.

felted fabric processing in the textile industry. Overall, price increases resulting from the regulation for products from these industries were not found to be substantial except for projected price increases for electroplating job shops (6.6%) and cattlehide non-chrome tanneries (1–3%). Table II summarizes these impacts.

Table II.—*Summary of Costs and Impacts*

Industry	Plants generating hazardous waste (#)	Potential closure (#)	Potential employment loss	Possible price increase (percent)	Annual costs (in millions)
Electroplating[1]	2,336	60	1,680	6.6	$80.7
Inorganic chemicals[2]	95	3	607	<1	49.8
Leather tanning[3]	271	11	795	<1	11.8
Nonferrous smelting[4]	252	2	1,500	<1	64.2
Organic chemicals[5]	45	0	0	0	13.3
Textiles[6]	1,166	10	740	0	23.3
Other manufacturing	.....	.....	.....	.....	258.9
Service industries	.....	.....	.....	.....	8.0
Total	29,000	.....	.....	.....	510.0

[1] Job shops only.
[2] Cost study covered seven product lines, detailed impact study covered four. Significant impacts possible in sodium dichromate (1 closure of 3 plants—45 jobs) and titanium dioxide (2 closures of 13 plants—562 jobs).
[3] Significant impacts possible in cattlehide (6 closures of 16 plants—695 jobs) and sheephides (5 closures of 29 plants—100 jobs).
[4] Significant impact possible in primary zinc industry (1 closure of 6 plants—500 to 1,500 jobs).
[5] Cost study covered ten product lines, detailed impact study covered five.
[6] Cost study includes costs for five industry segments whose wastes are no longer listed as hazardous waste. Significant impact possible in the felted fabric processing segment (2 closures of 19 plants—326 jobs).

EPA performed less detailed analyses for the other industry segments in the EIA. This qualitative analysis shows the possibility of plant closures in some sectors of the explosives, petroleum rerefining, pharmaceuticals, organic chemicals, and plastics industries.

The effects of the Phase I requirements will interact with those of some other EPA regulations. It is too early to estimate these effects in general. But, as an example, the water pretreatment standards for electroplaters were expected to close 587 job shops until the Agency, working with the Small Business Administration, developed a Federal assistance program. As a result of the RCRA Subtitle C program alone, 60 job shops may close, and the Agency may find it more difficult to mitigate the effect of the pretreatment regulations on other plants.

3. *Limits of Analysis.* In order to make the economic analysis practical, the Agency had to make some fundamental assumptions and limit the scope of the analysis to what it believed were the major waste generating industries. The EIA could not cover all industry segments which generate hazardous waste. Simple extrapolation of the compliance cost for the 29,000 generators studied to the 67,000 generators that are expected to be regulated during Phase I, would more than double the EIA estimate. The costs for surface impoundments alone, for those industries not included in the analysis, have been roughly estimated to be somewhere between $60–900 million.[5]

The EIA was based on hazardous waste volumes believed to exist in the covered industry segments because their waste appeared on EPA's hazardous waste list or was believed to exhibit one of the four hazardous waste characteristics. The uncertainty over this latter aspect of the analysis is somewhat reflected in the 1980 waste volume estimate which EPA believes could range between 28 million and 56 million metric tons. The 41 million metric tons previously quoted is EPA's best estimate. To the extent these generators delist or discover that their specific wastes do not meet the hazardous waste characteristics, the costs and impacts will be less.

The EIA made two major assumptions: (1) Although disposal prices may increase significantly under RCRA, the study assumed that generators would be unable to reduce the volume of waste disposed and will not be able to find a cheaper way to manage it, and (2) acceptable off-site waste disposal capacity will be readily available.

Finally, the analysis is based on final Sections 3002 and 3003 regulations and a January 1980 draft of the Sections 3001 and 3004 requirements. The draft regulations have substantially changed since that time. In most instances, the alterations have led to cost reductions. For instance, a number of changes which would greatly reduce the amount of waste covered by the regulations have not been factored into the analysis. Also, the financial requirements have been deferred in the Part 265 regulations but are still covered in the economic impact study. On the other hand, control of underground injection has been added to the regulations, but it is not covered in the EIA.

The Agency is now analyzing the final Phase I regulations and will make the results publicly available this summer in an economic analysis summary. EPA will publish a notice in the **Federal Register** concerning its availability. In the interim, anyone wishing to review the current version of the economic analysis may do so at EPA Headquarters and Regional Office libraries. A more extensive summary of the economic analysis can be found in the Regulatory Analysis which is also available in the Regional Office and EPA Headquarters libraries.

II. Environmental Analysis

EPA voluntarily prepared an Environmental Impact Statement (EIS) under the National Environmental Policy Act 42 U.S.C. § 4321 *et seq.* (NEPA). (See the NEPA discussion in the preamble accompanying the Parts 264 and 265 rules issued elsewhere in today's **Federal Register.**) EPA will publish a **Federal Register** notice within 90 days of the promulgation of these regulations announcing the availability of the EIS for those interested in obtaining a copy of it.

Industry Assistance

The Agency recognizes that these regulations may have a substantial impact on certain industrial sectors, particularly on firms in a poor competitive position. The Agency will provide a limited degree of assistance to such firms. For example, the Agency is preparing guidance manuals which interpret the regulations and offer advice on efficient compliance with substantive requirements. Seminars and public hearings will be held to explain the regulations, respond to questions, and describe available financial

[5] Based on varied assumptions on site life and actual number of hazardous waste sites. Also, this estimation was based on a fixed $25 million cost assumption for closure of impoundments over 150 acres. The costs would have been nearly double that without this assumption and with strict use of a model cost equation used for impoundments of less area. However, uncertainty in the data base over site life, impoundment size and hazardousness of wastes, and the Agency belief that operators could develop less costly closure plans that EPA would accept, support this assumption.

assistance. Limited technological assistance may be available.

The Agency has also established an industry assistance program in the Office of Solid Waste. The staff of this program have been charged with (1) identifying industry and community RCRA compliance problems and seeking solutions to them, (2) coordinating assistance activities with the States, other parts of EPA, and other Federal agencies (e.g., the Small Business Administration and the Economic Development Administration), (3) planning and conducting seminars, and (4) coordinating production of written material designed to assist those least able to cope with the regulatory burden.

The Agency would ideally like to provide this assistance to anyone who wants it. However, because the industry assistance program may receive more requests for help than it can initially respond to, it may be necessary to establish priorities to determine which requests should be answered first. If this is the case, the program will concentrate first on the following industry sectors, which the Agency believes most need this help: chrome pigments, chlorine, electroplating (job shops), woven fabric finishing, felt fabric finishing, sheepskin tanneries, vegetable tanners, primary and secondary aluminum, primary and secondary copper, primary and secondary lead, primary tungsten, primary zinc, petroleum rerefining, pesticides, plastics, and pharmaceuticals. EPA plans to meet with the trade associations of these industries in order to define specific assistance responses.

Anyone having suggestions on how the Agency can help industry comply with these regulations should contact: Michael Barclay, RCRA Industry Assistance Coordinator, Office of Solid Waste (WH-565), U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C. 20460 (202) 755-9190.

Dated: May 2, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

Title 40 CFR Part 260 is revised to read as follows:

PART 260—HAZARDOUS WASTE MANAGEMENT SYSTEM: GENERAL

Subpart A—General

Sec.

260.1 Purpose, scope and applicability.
260.2 Availability of information, confidentiality of information.
260.3 Use of number and gender.

Subpart B—Definitions

260.10 Definitions.

Subpart C—Rulemaking Petitions

260.20 General.
260.21 Petitions for equivalent testing or analytical methods.
260.22 Petitions to amend Part 261 to exclude a waste produced at a particular facility.
Appendix I—Overview of Subtitle C Regulations

Authority: Secs. 1006, 2002(a), 3001 through 3007, 3010, and 7004, of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (42 U.S.C. 6905, 6912(a), 6921 through 6927, 6930, and 6974).

Subpart A—General

§ 260.1 Purpose, scope, and applicability.

(a) This part provides definitions of terms, general standards, and overview information applicable to Parts 260 through 265 of this Chapter.

(b) In this part: (1) Section 260.2 sets forth the rules that EPA will use in making information it receives available to the public and sets forth the requirements that generators, transporters, or owners or operators of treatment, storage, or disposal facilities must follow to assert claims of business confidentiality with respect to information that is submitted to EPA under Parts 260 through 265 of this Chapter.

(2) Section 260.3 establishes rules of grammatical construction for Parts 260 through 265 of this Chapter.

(3) Section 260.10 defines terms which are used in Parts 260 through 265 of this Chapter.

(4) Section 260.20 establishes procedures for petitioning EPA to amend, modify, or revoke any provision of Parts 260 through 265 of this Chapter and establishes procedures governing EPA's action on such petitions.

(5) Section 260.21 establishes procedures for petitioning EPA to approve testing methods as equivalent to those prescribed in Parts 261, 264, or 265 of this Chapter.

(6) Section 260.22 establishes procedures for petitioning EPA to amend Subpart D of Part 261 to exclude a waste from a particular facility.

§ 260.2 Availability of information; confidentiality of information.

(a) Any information provided to EPA under Parts 260 through 265 of this Chapter will be made available to the public to the extent and in the manner authorized by the Freedom of Information Act, 5 U.S.C. section 552, section 3007(b) of RCRA and EPA regulations implementing the Freedom of Information Act and section 3007(b), Part 2 of this Chapter, as applicable.

(b) Any person who submits information to EPA in accordance with Parts 260 through 265 of this Chapter may assert a claim of business confidentiality covering part or all of that information by following the procedures set forth in § 2.203(b) of this Chapter. Information covered by such a claim will be disclosed by EPA only to the extent, and by means of the procedures, set forth in Part 2, Subpart B of this Chapter. However, if no such claim accompanies the information when it is received by EPA, it may be made available to the public without further notice to the person submitting it.

§ 260.3 Use of number and gender.

As used in Parts 260 through 265 of this Chapter:

(a) Words in the masculine gender also include the feminine and neuter genders; and

(b) Words in the singular include the plural; and

(c) Words in the plural include the singular.

Subpart B—Definitions

§ 260.10 Definitions.

(a) When used in Parts 260 through 265 of this Chapter, the following terms have the meanings given below: (1) "Act" or "RCRA" means the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended, 42 U.S.C. section 6901 et seq.

(2) "Active portion" means that portion of a facility where treatment, storage, or disposal operations are being or have been conducted after the effective date of Part 261 of this Chapter and which is not a closed portion. (See also "closed portion" and "inactive portion".)

(3) "Administrator" means the Administrator of the Environmental Protection Agency, or his designee.

(4) "Aquifer" means a geologic formation, group of formations, or part of a formation capable of yielding a significant amount of ground water to wells or springs.

(5) "Authorized representative" means the person responsible for the overall operation of a facility or an operational unit (i.e., part of a facility), e.g., the plant manager, superintendent or person of equivalent responsibility.

(6) "Closed portion" means that portion of a facility which an owner or operator has closed in accordance with the approved facility closure plan and all applicable closure requirements. (See also "active portion" and "inactive portion".)

(7) "Confined aquifer" means an aquifer bounded above and below by

impermeable beds or by beds of distinctly lower permeability than that of the aquifer itself; an aquifer containing confined ground water.

(8) "Constituent" or "hazardous waste constituent" means a constituent which caused the Administrator to list the hazardous waste in Part 261, Subpart D, of this Chapter, or a constituent listed in Table 1 of § 261.24 of this Chapter.

(9) "Container" means any portable device in which a material is stored, transported, treated, disposed of, or otherwise handled.

(10) "Contingency plan" means a document setting out an organized, planned, and coordinated course of action to be followed in case of a fire, explosion, or release of hazardous waste or hazardous waste constituents which could threaten human health or the environment.

(11) "Designated facility" means a hazardous waste treatment, storage, or disposal facility which has received an EPA permit (or a facility with interim status) in accordance with the requirements of 40 CFR Parts 122 and 124 of this Chapter, or a permit from a State authorized in accordance with Part 123 of this Chapter, that has been designated on the manifest by the generator pursuant to § 262.20.

(12) "Dike" means an embankment or ridge of either natural or man-made materials used to prevent the movement of liquids, sludges, solids, or other materials.

(13) "Discharge" or "hazardous waste discharge" means the accidental or intentional spilling, leaking, pumping, pouring, emitting, emptying, or dumping of hazardous waste into or on any land or water.

(14) "Disposal" means the discharge, deposit, injection, dumping, spilling, leaking, or placing of any solid waste or hazardous waste into or on any land or water so that such solid waste or hazardous waste or any constituent thereof may enter the environment or be emitted into the air or discharged into any waters, including ground waters.

(15) "Disposal facility" means a facility or part of a facility at which hazardous waste is intentionally placed into or on any land or water, and at which waste will remain after closure.

(16) "EPA hazardous waste number" means the number assigned by EPA to each hazardous waste listed in Part 261, Subpart D, of this Chapter and to each characteristic identified in Part 261, Subpart C, of this Chapter.

(17) "EPA identification number" means the number assigned by EPA to each generator, transporter, and treatment, storage, or disposal facility.

(18) "EPA region" means the states and territories found in any one of the following ten regions:

Region I—Maine, Vermont, New Hampshire, Massachusetts, Connecticut, and Rhode Island.
Region II—New York, New Jersey, Commonwealth of Puerto Rico, and the U.S. Virgin Islands.
Region III—Pennsylvania, Delaware, Maryland, West Virginia, Virginia, and the District of Columbia.
Region IV—Kentucky, Tennessee, North Carolina, Mississippi, Alabama, Georgia, South Carolina, and Florida.
Region V—Minnesota, Wisconsin, Illinois, Michigan, Indiana and Ohio.
Region VI—New Mexico, Oklahoma, Arkansas, Louisiana, and Texas.
Region VII—Nebraska, Kansas, Missouri, and Iowa.
Region VIII—Montana, Wyoming, North Dakota, South Dakota, Utah, and Colorado.
Region IX—California, Nevada, Arizona, Hawaii, Guam, American Samoa, Commonwealth of the Northern Mariana Islands.
Region X—Washington, Oregon, Idaho, and Alaska.

(19) "Equivalent method" means any testing or analytical method approved by the Administrator under §§ 260.20 and 260.21.

(20) "Existing hazardous waste management facility" or "existing facility" means a facility which was in operation, or for which construction had commenced, on or before October 21, 1976. Construction had commenced if:

(i) The owner or operator has obtained all necessary Federal, State, and local preconstruction approvals or permits; and either

(ii)(*a*) A continuous physical, on-site construction program has begun, or

(*b*) The owner or operator has entered into contractual obligations—which cannot be cancelled or modified without substantial loss—for construction of the facility to be completed within a reasonable time.

(21) "Facility" means all contiguous land, and structures, other appurtenances, and improvements on the land, used for treating, storing, or disposing of hazardous waste. A facility may consist of several treatment, storage, or disposal operational units (e.g., one or more landfills, surface impoundments, or combinations of them).

(22) "Federal agency" means any department, agency, or other instrumentality of the Federal Government, any independent agency or establishment of the Federal Government including any Government corporation, and the Government Printing Office.

(23) "Food-chain crops" means tobacco, crops grown for human consumption, and crops grown for feed for animals whose products are consumed by humans.

(24) "Freeboard" means the vertical distance between the top of a tank or surface impoundment dike, and the surface of the waste contained therein.

(25) "Free liquids" means liquids which readily separate from the solid portion of a waste under ambient temperature and pressure.

(26) "Generator" means any person, by site, whose act or process produces hazardous waste identified or listed in Part 261 of this Chapter.

(27) "Ground water" means water below the land surface in a zone of saturation.

(28) "Hazardous waste" means a hazardous waste as defined in § 261.3 of this Chapter.

(29) "Inactive portion" means that portion of a facility which is not operated after the effective date of Part 261 of this Chapter. (See also "active portion" and "closed portion".)

(30) "Incinerator" means an enclosed device using controlled flame combustion, the primary purpose of which is to thermally break down hazardous waste. Examples of incinerators are rotary kiln, fluidized bed, and liquid injection incinerators.

(31) "Incompatible waste" means a hazardous waste which is unsuitable for:

(i) Placement in a particular device or facility because it may cause corrosion or decay of containment materials (e.g., container inner liners or tank walls); or

(ii) Commingling with another waste or material under uncontrolled conditions because the commingling might produce heat or pressure, fire or explosion, violent reaction, toxic dusts, mists, fumes, or gases, or flammable fumes or gases.

(See Part 265, Appendix V, of this Chapter for examples.)

(32) "Individual generation site" means the contiguous site at or on which one or more hazardous wastes are generated. An individual generation site, such as a large manufacturing plant, may have one or more sources of hazardous waste but is considered a single or individual generation site if the site or property is contiguous.

(33) "In operation" refers to a facility which is treating, storing, or disposing of hazardous waste.

(34) "Injection well" means a well into which fluids are injected. (See also "underground injection".)

(35) "Inner liner" means a continuous layer of material placed inside a tank or container which protects the

construction materials of the tank or container from the contained waste or reagents used to treat the waste.

(36) "International shipment" means the transportation of hazardous waste into or out of the jurisdiction of the United States.

(37) "Landfill" means a disposal facility or part of a facility where hazardous waste is placed in or on land and which is not a land treatment facility, a surface impoundment, or an injection well.

(38) "Landfill cell" means a discrete volume of a hazardous waste landfill which uses a liner to provide isolation of wastes from adjacent cells or wastes. Examples of landfill cells are trenches and pits.

(39) "Land treatment facility" means a facility or part of a facility at which hazardous waste is applied onto or incorporated into the soil surface; such facilities are disposal facilities if the waste will remain after closure.

(40) "Leachate" means any liquid, including any suspended components in the liquid, that has percolated through or drained from hazardous waste.

(41) "Liner" means a continuous layer of natural or man-made materials, beneath or on the sides of a surface impoundment, landfill, or landfill cell, which restricts the downward or lateral escape of hazardous waste, hazardous waste constituents, or leachate.

(42) "Management" or "hazardous waste management" means the systematic control of the collection, source separation, storage, transportation, processing, treatment, recovery, and disposal of hazardous waste.

(43) "Manifest" means the shipping document originated and signed by the generator which contains the information required by Part 262, Subpart B, of this Chapter.

(44) "Manifest document number" means the serially increasing number assigned to the manifest by the generator for recording and reporting purposes.

(45) "Mining overburden returned to the mine site" means any material overlying an economic mineral deposit which is removed to gain access to that deposit and is then used for reclamation of a surface mine.

(46) "Movement" means that hazardous waste transported to a facility in an individual vehicle.

(47) "New hazardous waste management facility" or "new facility" means a facility which began operation, or for which construction commenced after October 21, 1976. (See also "Existing hazardous waste management facility".)

(48) "On-site" means the same or geographically contiguous property which may be divided by public or private right-of-way, provided the entrance and exit between the properties is at a cross-roads intersection, and access is by crossing as opposed to going along, the right-of-way. Non-contiguous properties owned by the same person but connected by a right-of-way which he controls and to which the public does not have access, is also considered on-site property.

(49) "Open burning" means the combustion of any material without the following characteristics:

(i) Control of combustion air to maintain adequate temperature for efficient combustion,

(ii) Containment of the combustion-reaction in an enclosed device to provide sufficient residence time and mixing for complete combustion, and

(iii) Control of emission of the gaseous combustion products.

(See also "incineration" and "thermal treatment".)

(50) "Operator" means the person responsible for the overall operation of a facility.

(51) "Owner" means the person who owns a facility or part of a facility.

(52) "Partial closure" means the closure of a discrete part of a facility in accordance with the applicable closure requirements of Parts 264 or 265 of this Chapter. For example, partial closure may include the closure of a trench, a unit operation, a landfill cell, or a pit, while other parts of the same facility continue in operation or will be placed in operation in the future.

(53) "Person" means an individual, trust, firm, joint stock company, Federal Agency, corporation (including a government corporation), partnership, association, State, municipality, commission, political subdivision of a State, or any interstate body.

(54) "Personnel" or "facility personnel" means all persons who work, at, or oversee the operations of, a hazardous waste facility, and whose actions or failure to act may result in noncompliance with the requirements of Parts 264 or 265 of this Chapter.

(55) "Pile" means any non-containerized accumulation of solid, nonflowing hazardous waste that is used for treatment or storage.

(56) "Point source" means any discernible, confined, and discrete conveyance, including, but not limited to any pipe, ditch, channel, tunnel, conduit, well, discrete fissure, container, rolling stock, concentrated animal feeding operation, or vessel or other floating craft, from which pollutants are or may be discharged. This term does not include return flows from irrigated agriculture.

(57) "Publicly owned treatment works" or "POTW" means any device or system used in the treatment (including recycling and reclamation) of municipal sewage or industrial wastes of a liquid nature which is owned by a "State" or "municipality" (as defined by Section 502(4) of the CWA). This definition includes sewers, pipes, or other conveyances only if they convey wastewater to a POTW providing treatment.

(58) "Regional Administrator" means the Regional Administrator for the EPA Region in which the facility is located, or his designee.

(59) "Representative sample" means a sample of a universe or whole (e.g., waste pile, lagoon, ground water) which can be expected to exhibit the average properties of the universe or whole.

(60) "Run-off" means any rainwater, leachate, or other liquid that drains over land from any part of a facility.

(61) "Run-on" means any rainwater, leachate, or other liquid that drains over land onto any part of a facility.

(62) "Saturated zone" or "zone of saturation" means that part of the earth's crust in which all voids are filled with water.

(63) "Sludge" means any solid, semi-solid, or liquid waste generated from a municipal, commercial, or industrial wastewater treatment plant, water supply treatment plant, or air pollution control facility exclusive of the treated effluent from a wastewater treatment plant.

(64) "Solid waste" means a solid waste as defined in § 261.2 of this Chapter.

(65) "State" means any of the several States, the District of Columbia, the Commonwealth of Puerto Rico, the Virgin Islands, Guam, American Samoa, and the Commonwealth of the Northern Mariana Islands.

(66) "Storage" means the holding of hazardous waste for a temporary period, at the end of which the hazardous waste is treated, disposed of, or stored elsewhere.

(67) "Surface impoundment" or "impoundment" means a facility or part of a facility which is a natural topographic depression, man-made excavation, or diked area formed primarily of earthen materials (although it may be lined with man-made materials), which is designed to hold an accumulation of liquid wastes or wastes containing free liquids, and which is not an injection well. Examples of surface impoundments are holding, storage,

settling, and aeration pits, ponds, and lagoons.

(68) "Tank" means a stationary device, designed to contain an accumulation of hazardous waste which is constructed primarily of non-earthen materials (e.g., wood, concrete, steel, plastic) which provide structural support.

(69) "Thermal treatment" means the treatment of hazardous waste in a device which uses elevated temperatures as the primary means to change the chemical, physical, or biological character or composition of the hazardous waste. Examples of thermal treatment processes are incineration, molten salt, pyrolysis, calcination, wet air oxidation, and microwave discharge. (See also "incinerator" and "open burning".)

(70) "Totally enclosed treatment facility" means a facility for the treatment of hazardous waste which is directly connected to an industrial production process and which is constructed and operated in a manner which prevents the release of any hazardous waste or any constituent thereof into the environment during treatment. An example is a pipe in which waste acid is neutralized.

(71) "Transportation" means the movement of hazardous waste by air, rail, highway, or water.

(72) "Transporter" means a person engaged in the offsite transportation of hazardous waste by air, rail, highway, or water.

(73) "Treatment" means any method, technique, or process, including neutralization, designed to change the physical, chemical, or biological character or composition of any hazardous waste so as to neutralize such waste, or so as to recover energy or material resources from the waste, or so as to render such waste non-hazardous, or less hazardous; safer to transport, store, or dispose of; or amenable for recovery, amenable for storage, or reduced in volume.

(74) "Underground injection" means the subsurface emplacement of fluids through a bored, drilled or driven well; or through a dug well, where the depth of the dug well is greater than the largest surface dimension. (See also "injection well".)

(75) "Unsaturated zone" or "zone of aeration" means the zone between the land surface and the water table.

(76) "United States" means the 50 States, the District of Columbia, the Commonwealth of Puerto Rico, the U.S. Virgin Islands, Guam, American Samoa, and the Commonwealth of the Northern Mariana Islands.

(77) "Water (bulk shipment)" means the bulk transportation of hazardous waste which is loaded or carried on board a vessel without containers or labels.

(78) "Well" means any shaft or pit dug or bored into the earth, generally of a cylindrical form, and often walled with bricks or tubing to prevent the earth from caving in.

(79) "Well injection": (See "underground injection".)

Subpart C—Rulemaking Petitions

§ 260.20 General.

(a) Any person may petition the Administrator to modify or revoke any provision in Parts 260 through 265 of this Chapter. This section sets forth general requirements which apply to all such petitions. Section 260.21 sets forth additional requirements for petitions to add a testing or analytical method to Parts 261, 264 or 265. Section 260.22 sets forth additional requirements for petitions to exclude a waste at a particular facility from § 261.3 of this Chapter or the lists of hazardous wastes in Subpart D of Part 261.

(b) Each petition must be submitted to the Administrator by certified mail and must include:

(1) The petitioner's name and address;
(2) A statement of the petitioner's interest in the proposed action;
(3) A description of the proposed action, including (where appropriate) suggested regulatory language; and
(4) A statement of the need and justification for the proposed action, including any supporting tests, studies, or other information.

(c) The Administrator will make a tentative decision to grant or deny a petition and will publish notice of such tentative decision, either in the form of an advanced notice of proposed rulemaking, a proposed rule, or a tentative determination to deny the petition, in the **Federal Register** for written public comment.

(d) Upon the written request of any interested person, the Administrator may, at his discretion, hold an informal public hearing to consider oral comments on the tentative decision. A person requesting a hearing must state the issues to be raised and explain why written comments would not suffice to communicate the person's views. The Administrator may in any case decide on his own motion to hold an informal public hearing.

(e) After evaluating all public comments the Administrator will make a final decision by publishing in the **Federal Register** a regulatory amendment or a denial of the petition.

§ 260.21 Petitions for equivalent testing or analytical methods.

(a) Any person seeking to add a testing or analytical method to Parts 261, 264, or 265 of this Chapter may petition for a regulatory amendment under this section and § 260.20. To be successful, the person must demonstrate to the satisfaction of the Administrator that the proposed method is equal to or superior to the corresponding method prescribed in Parts 261, 264, or 265 of this Chapter, in terms of its sensitivity, accuracy, and precision (i.e., reproducibility).

(b) Each petition must include, in addition to the information required by § 260.20(b):

(1) A full description of the proposed method, including all procedural steps and equipment used in the method;
(2) A description of the types of wastes or waste matrices for which the proposed method may be used;
(3) Comparative results obtained from using the proposed method with those obtained from using the relevant or corresponding methods prescribed in Parts 261, 264, or 265 of this Chapter;
(4) An assessment of any factors which may interfere with, or limit the use of, the proposed method; and
(5) A description of the quality control procedures necessary to ensure the sensitivity, accuracy and precision of the proposed method.

(c) After receiving a petition for an equivalent method, the Administrator may request any additional information on the proposed method which he may reasonably require to evaluate the method.

(d) If the Administrator amends the regulations to permit use of a new testing method, the method will be incorporated in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste: Physical/Chemical Methods," SW–846, U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460.

[Comment: This manual will be provided to any person on request, and will be available for inspection or copying at EPA headquarters or any EPA Regional Office.]

§ 260.22 Petitions to amend Part 261 to exclude a waste produced at a particular facility.

(a) Any person seeking to exclude a waste at a particular generating facility from the lists in Subpart D of Part 261 may petition for a regulatory amendment under this section and § 260.20. To be successful, the petitioner must demonstrate to the satisfaction of the Administrator that the waste

produced by a particular generating facility does not meet any of the criteria under which the waste was listed as a hazardous waste and, in the case of an acutely hazardous waste listed under § 261.11(a)(2), that it also does not meet the criterion of § 261.11(a)(3). A waste which is so excluded may still, however, be a hazardous waste by operation of Subpart C of Part 261.

(b) The procedures in this section and § 260.20 may also be used to petition the Administrator for a regulatory amendment to exclude from § 261.3(a)(2)(ii) or (c), a waste which is described in those sections and is either a waste listed in Subpart D, contains a waste listed in Subpart D, or is derived from a waste listed in Subpart D. This exclusion may only be issued for a particular generating, storage, treatment, or disposal facility. The petitioner must make the same demonstration as required by paragraph (a) of this section, except that where the waste is a mixture of solid waste and one or more listed hazardous wastes or is derived from one or more hazardous wastes, his demonstration may be made with respect to each constituent listed waste or the waste mixture as a whole. A waste which is so excluded may still be a hazardous waste by operation of Subpart C of Part 261.

(c) If the waste is listed with codes "I", "C", "R", or "E" in Subpart D, the petitioner must show that demonstration samples of the waste do not exhibit the relevant characteristic defined in §§ 261.21, 261.22, 261.23, or 261.24 using any applicable test methods prescribed therein.

(d) If the waste is listed with code "T" in Subpart D, the petitioner must demonstrate that:

(1) Demonstration samples of the waste do not contain the constituent (as defined in Appendix VII) that caused the Administrator to list the waste, using the appropriate test methods prescribed in Appendix III; or

(2) The waste does not meet the criterion of § 261.11(a)(3) when considering the factors in § 261.11(a)(3) (i) through (xi).

(e) If the waste is listed with the code "H" in Subpart D, the petitioner must demonstrate that the waste does not meet both of the following criteria:

(1) The criterion of § 261.11(a)(2).

(2) The criterion of § 261.11(a)(3) when considering the factors listed in § 261.11(a)(3) (i) through (xi).

(f) [Reserved for listing radioactive wastes.]

(g) [Reserved for listed infectious wastes.]

(h) Demonstration samples must consist of enough representative samples, but in no case less than four samples, taken over a period of time sufficient to represent the variability or the uniformity of the waste.

(i) Each petition must include, in addition to the information required by § 260.20(b):

(1) The name and address of the laboratory facility performing the sampling or tests of the waste;

(2) The names and qualifications of the persons sampling and testing the waste;

(3) The dates of sampling and testing;

(4) The location of the generating facility;

(5) A description of the manufacturing processes or other operations and feed materials producing the waste and an assessment of whether such processes, operations, or feed materials can or might produce a waste that is not covered by the demonstration;

(6) A description of the waste and an estimate of the average and maximum monthly and annual quantities of waste covered by the demonstration;

(7) Pertinent data on and discussion of the factors delineated in the respective criterion for listing a hazardous waste, where the demonstration is based on the factors in § 261.11(a)(3);

(8) A description of the methodologies and equipment used to obtain the representative samples;

(9) A description of the sample handling and preparation techniques, including techniques used for extraction, containerization and preservation of the samples;

(10) A description of the tests performed (including results);

(11) The names and model numbers of the instruments used in performing the tests; and

(12) The following statement signed by the generator of the waste or his authorized representative:

I certify under penalty of law that I have personally examined and am familiar with the information submitted in this demonstration and all attached documents, and that, based on my inquiry of those individuals immediately responsible for obtaining the information, I believe that the submitted information is true, accurate, and complete. I am aware that there are significant penalties for submitting false information, including the possibility of fine and imprisonment.

(j) After receiving a petition for an exclusion, the Administrator may request any additional information which he may reasonably require to evaluate the petition.

(k) An exclusion will only apply to the waste generated at the individual facility covered by the demonstration and will not apply to waste from any other facility.

(l) The Administrator may exclude only part of the waste for which the demonstration is submitted where he has reason to believe that variability of the waste justifies a partial exclusion.

(m) The Administrator may (but shall not be required to) grant a temporary exclusion before making a final decision under § 260.20(d) whenever he finds that there is a substantial likelihood that an exclusion will be finally granted. The Administrator will publish notice of any such temporary exclusion in the **Federal Register.**

Appendix I.—Overview of Subtitle C Regulations

The Agency believes that there are many people who suspect, but are not sure, that their activities are subject to control under the RCRA Subtitle C rules. This appendix is written for these people. It is designed to help those who are unfamiliar with the hazardous waste control program to determine with which, if any, of the regulations they should comply.

Definition of Solid Waste

The first question which such a person should ask himself is: "Is the material I handle a solid waste?" If the answer to this question is "No", then the material is not subject to control under RCRA and, therefore, the person need not worry about whether he should comply with the Subtitle C rules.

Section 261.2 of this Chapter provides a definition of "solid waste" which expands the statutory definition of that term given in section 1004(27) of RCRA. This definition is diagrammed in Figure 1 below.

Figure 1 explains that all materials are either: (1) Garbage refuse, or sludge; (2) solid, liquid, semi-solid or contained gaseous material; or (3) something else. No materials in the third category are solid waste. All materials in the first category are solid waste. Materials in the second category are solid waste unless they are one of the five exclusions specified in § 261.4(a).

Definition of Hazardous Waste

If a person has determined that his material is a "solid waste", the next question he should ask is: "Is the solid waste I handle a hazardous waste?"

Hazardous waste is defined in § 261.3 of this chapter. Section 261.3 provides that, in general, a solid waste is a hazardous waste if: (1) It is, or contains, a hazardous waste listed in Subpart D of

Part 261 of this Chapter, or (2) the waste exhibits any of the characteristics defined in Subpart C of Part 261. However, Parts 260 and 261 also contain provisions which exclude (§§ 261.4(b), 260.20, and 260.22) certain solid wastes from the definition of "hazardous waste", even though they are listed in Subpart D or exhibit one or more of the characteristics defined in Subpart C. Figure 2 depicts the interplay of these special provisions with the definition of "hazardous waste". It presents a series of questions which a person should ask himself concerning his waste. After doing so, the person should be able to determine if the solid waste he handles is a hazardous waste.

Hazardous Waste Regulations

If this is the case, the person should look at Figure 3. Figure 3 depicts the special provisions specified in the final Part 261 rules for hazardous waste which:

1. Is generated by a small quantity generator
2. Is or is intended to be legitimately and beneficially used, re-used, recycled, or reclaimed
3. Is a sludge; is listed in Part 261, Subpart D; or is a mixture containing a waste listed in Part 261, Subpart D.

For each of these Groups, Figure 3 indicates with which Subtitle C regulations (if any) the person handling these wastes must comply. Figure 3 also explains that, if a person handles hazardous waste which is not included in any one of the above three categories, his waste is subject to the Subtitle C regulations diagrammed in Figure 4.

Figure 4 is a flowchart which identifies the three categories of activities regulated under the Subtitle C rules, and the corresponding set of rules with which people in each of these categories must comply. It points out that all people who handle hazardous waste are either: (1) Generators of hazardous waste, (2) transporters of hazardous waste, (3) owners or operators of hazardous waste treatment, storage, or disposal facilities, or (4) a combination of the above. Figure 4 indicates that all of these people must notify EPA of their hazardous waste activities in accordance with the Section 3010 Notification Procedures (see 45 FR 12746 *et seq.*), and obtain an EPA identification number.

It should be noted that people handling wastes listed in Subpart D of Part 261 who have filed, or who intend to file an application to exempt their waste from regulation under the Subtitle C rules, must also comply with the notification requirements of section 3010.

If a person generates hazardous waste, Figure 4 indicates that he must comply with the Part 262 rules. If he transports it, he must comply with the Part 263 rules. The standards in both these Parts are designed to ensure, among other things, proper recordkeeping and reporting, the use of a manifest system to track shipments of hazardous waste, the use of proper labels and containers, and the delivery of the waste to a permitted treatment, storage, or disposal facility.

If a person owns or operates a facility which treats, stores, or disposes of hazardous waste, the standards with which he must comply depend on a number of factors. First of all, if the owner or operator of a *storage* facility is also the person who generates the waste, and the waste is stored at the facility for less than 90 days for subsequent shipment off-site, then the person must comply with § 262.34 of the Part 262 rules.

All other owners or operators of treatment, storage, or disposal facilities must comply with either the Part 264 or the Part 265 rules. To determine with which of these sets of rules an owner or operator must comply, he must find out whether his facility qualifies for interim status. To qualify, the owner or operator must: (1) Have been treating, storing, or disposing of the hazardous waste, or commenced facility construction on or before October 21, 1976, (2) comply with the Section 3010 notification requirements, and (3) apply for a permit under Part 122 of this Chapter.

If the owner or operator has done all of the above, he qualifies for interim status, and he must comply with the Part 265 rules. These rules contain administrative requirements, monitoring and closure standards, and an abbreviated set of technical and closure and post-closure cost estimate requirements. The owner or operator must comply with these standards until final administrative disposition of his permit application is made. If a permit is issued to the owner or operator, he must then comply with the permit which will be based on the Part 264 rules.

If the owner or operator has not carried out the above three requirements, he does not qualify for interim status. Until he is issued a permit for his facility, the owner or operator must stop waste management operations (if any) at the facility, and send his hazardous waste (if any) to a facility whose owner or operator has interim status or to a storage facility following the Part 262 rules.

In order to apply for a permit, the owner or operator must comply with the procedures specified in Part 122 of this Chapter.

It should be noted that the Agency will be periodically revising the rules depicted in Figures 3 and 4. All persons are encouraged to write to EPA to verify that the regulations which they are reading are up-to-date. To obtain this verification, contact: Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 West St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268 (513) 684–5362.

[FR Doc. 80–14306 Filed 5–16–80; 8:45 am]
BILLING CODE 6560–01–M

FIGURE 1

DEFINITION OF A SOLID WASTE

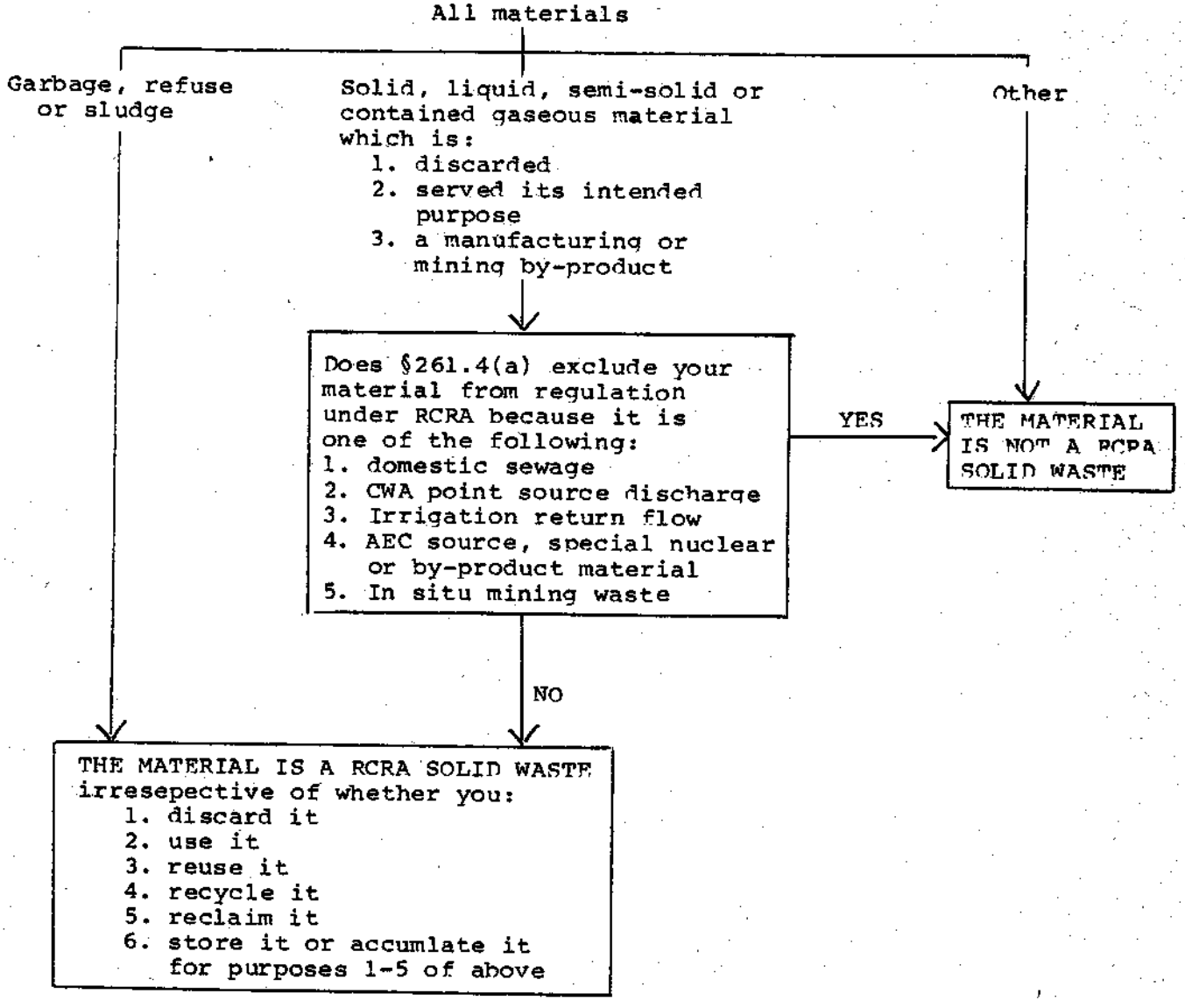


FIGURE 2

DEFINITION OF A HAZARDOUS WASTE

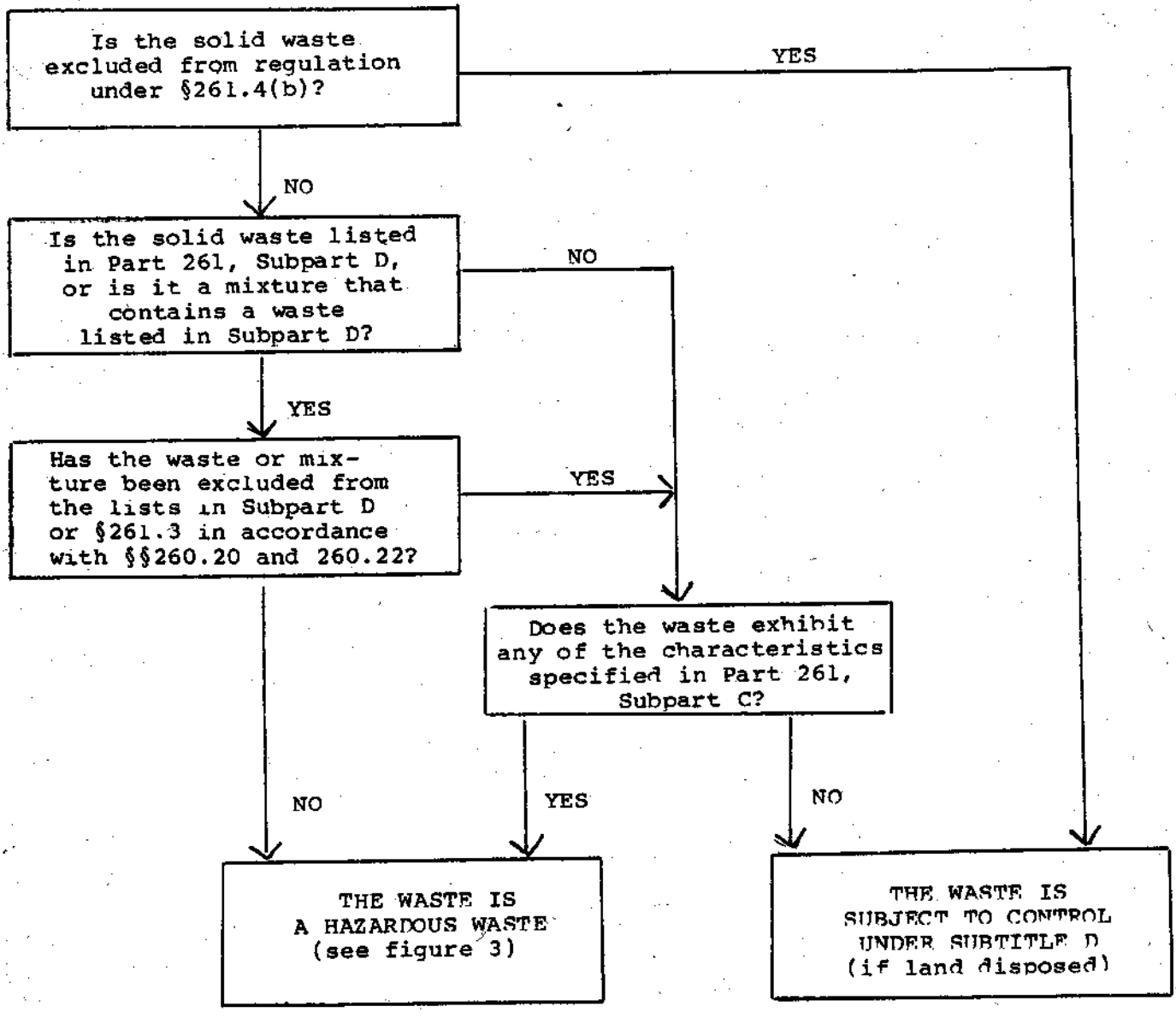


FIGURE 3

SPECIAL PROVISIONS FOR CERTAIN HAZARDOUS WASTE

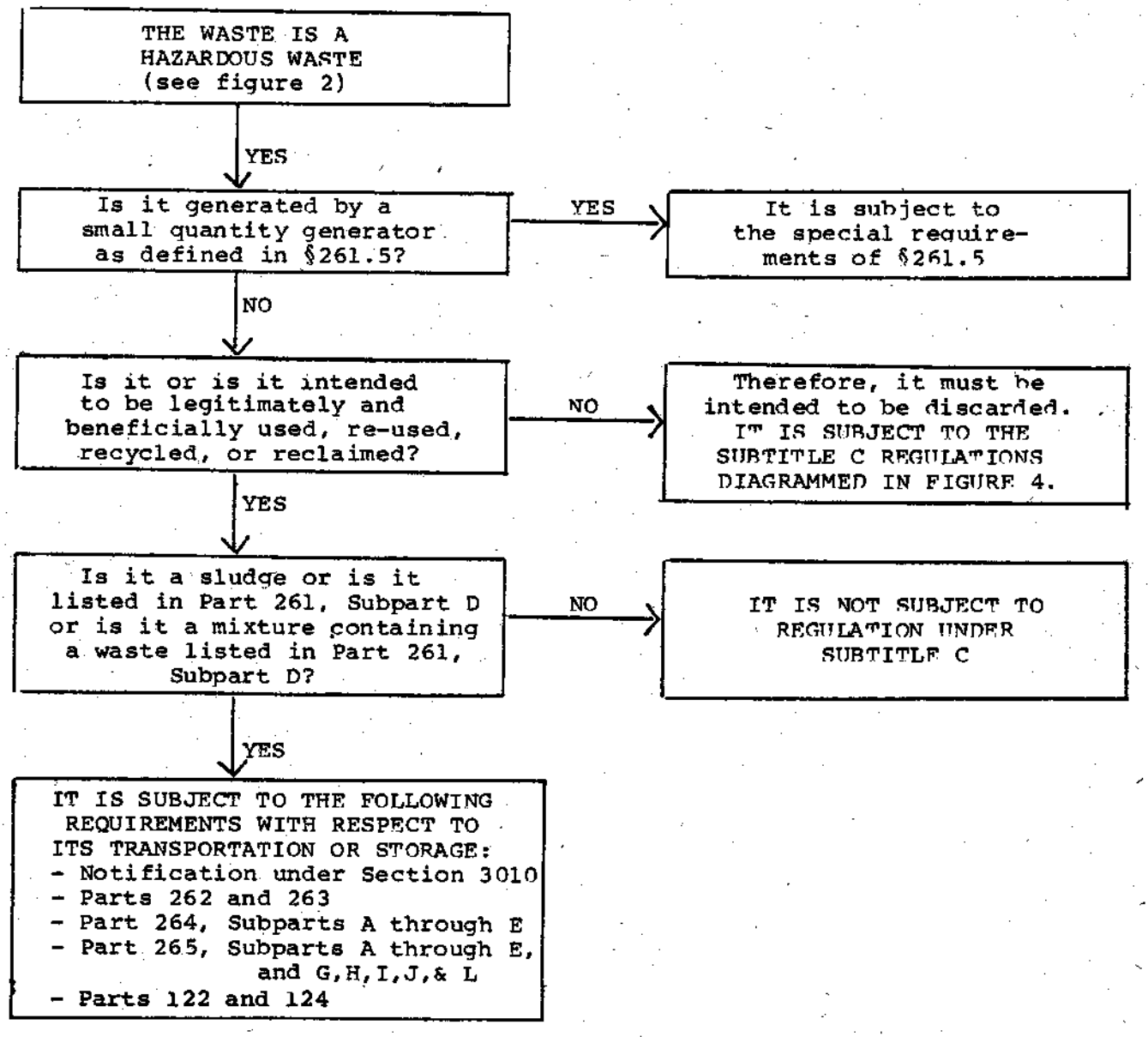
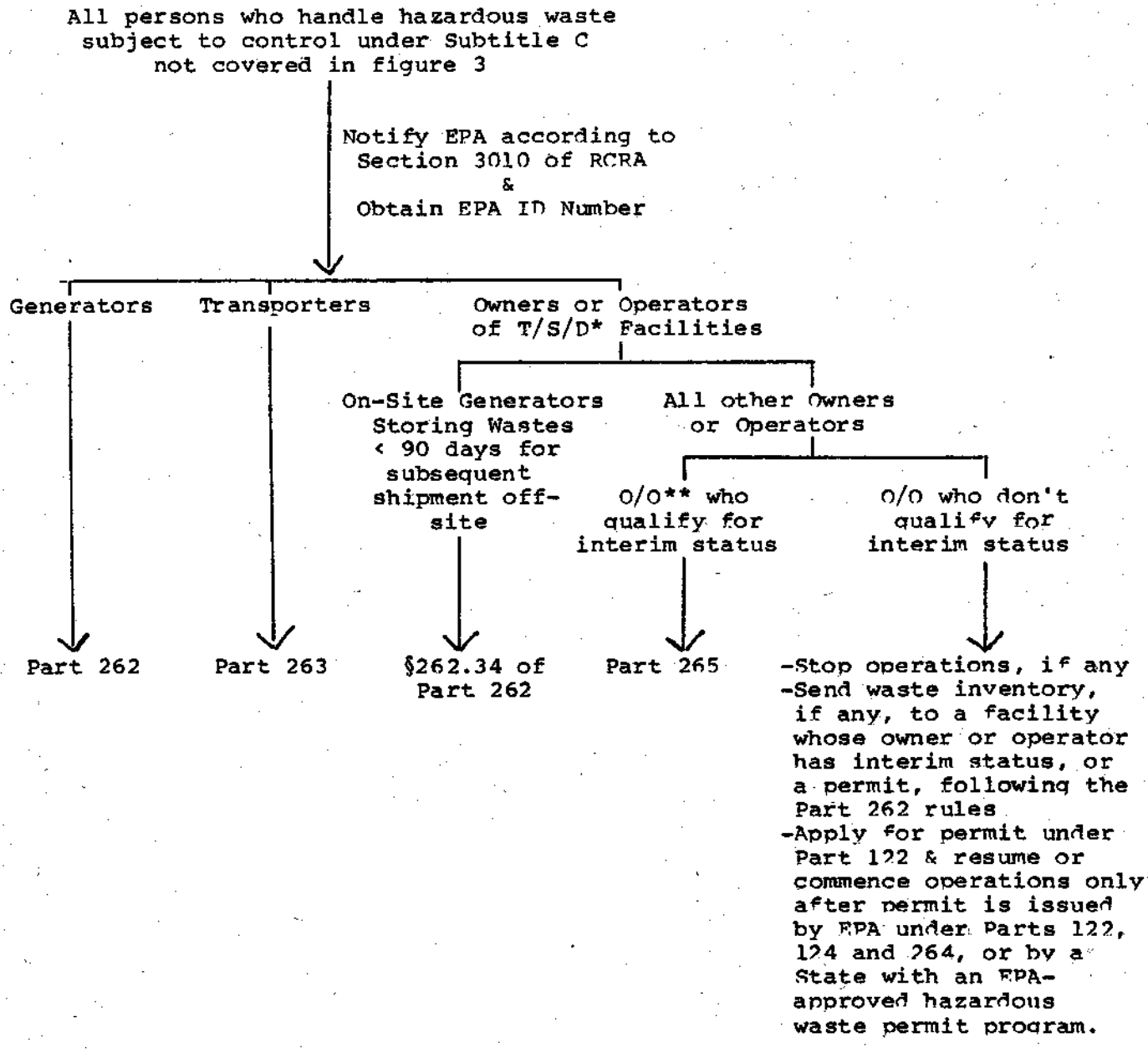


FIGURE 4

REGULATIONS FOR HAZARDOUS WASTE
NOT COVERED IN DIAGRAM 3



* T/S/D stands for Treatment, Storage, or Disposal
** O/O stands for Owners or Operators

BILLING CODE 6560-01-C

federal register

Monday
May 19, 1980

Part III

Environmental Protection Agency

Hazardous Waste Management System

Identification and Listing of Hazardous Waste

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY

40 CFR Part 261

[FRL 1471-3]

Hazardous Waste Management System: Identification and Listing of Hazardous Waste

AGENCY: Enviromental Protection Agency.

ACTION: Final rule, interim final rule, and request for comments.

SUMMARY: Subtitle C of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended ("RCRA"), requires the Environmental Protection Agency ("EPA") to promulgate regulations establishing a Federal hazardous waste management system. The keystone of Subtitle C is Section 3001, which requires EPA to identify the characteristics of and to list those solid wastes which must be managed as hazardous wastes under that system.

This regulation is the first phase of EPA's implementation of Section 3001. It identifies four characteristics of hazardous waste to be used by persons handling solid waste to determine if that waste is a hazardous waste. In addition, it lists 85 process wastes as hazardous wastes and approximately 400 chemicals as hazardous wastes if they are discarded. Persons who generate, transport, treat, store or dispose of hazardous wastes identified or listed in this regulation must comply with all applicable requirements of Parts 122, 124, and 262 through 265 of this Chapter and the notification requirements of Section 3010 of RCRA.

In addition to identifying and listing hazardous wastes, this regulation also sets forth the criteria used by EPA to identify characteristics of hazardous wastes and to list hazardous wastes.

DATES:

Effective Date: These regulations, in the form published today, complete EPA's initial rulemaking on the subjects covered and are final agency action. They become effective on November 19, 1980, which is six months from the date of promulgation as Section 3010 requires. Today's promulgation begins the various schedules provided by RCRA for filing notifications and permit applications, and for States to apply for interim authorization.

Comment Dates: EPA will accept public comments on these regulations as follows:

Regulation and Deadline for Submission of Comments

Final regulations—technical errors only (*e.g.*, typographical errors, inaccurate cross references); July 18, 1980.

Use, re-use, recycling and reclamation of wastes (see section IV.B. of the preamble and § 261.4(c) of the regulations); August 18, 1980.

Interim final regulations (§§ 261.2, 261.4(a)(1) and 261.11, Subpart D and Appendix VIII); July 18, 1980.

Public Meetings: EPA will hold three all-day public meetings each beginning at 9 a.m. on the following dates:

May 30, 1980—San Francisco, California.

June 2, 1980—Washington, D.C.

June 6, 1980—Chicago, Illinois.

ADDRESSES: Comments on interim final portions should be sent to Docket Clerk [Docket No. 3001], Office of Solid Waste (WH-562), U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460.

Public Docket: The public docket for this regulation is located in Room 2711, U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C., and is available for viewing from 9 a.m. to 4 p.m., Monday through Friday, excluding holidays. Among other things, the docket contains background documents which explain, in more detail than the preamble to this regulation, the basis for many of the provisions in this regulation.

Copies of Regulations: Single copies of this regulation will be available approximately 30 days after date of publication from Ed Cox, Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. Saint Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268, (513) 684-5362. Multiple copies will be available from the Superintendent of Documents, Washington, D.C. 20402.

Public Meetings: EPA will hold three all-day public meetings, each beginning at 9 a.m., to answer questions about all of its final and interim final Subtitle C regulations. The dates and locations of these meetings are:

May 30, 1980—Sheraton Palace Hotel, 639 Market Place, San Francisco, California.

June 2, 1980—HEW Auditorium, HEW North Building, 330 Independence Avenue, S.W., Washington, D.C.

June 6, 1980—Palmer House Hotel, 17 East Monroe Street, Chicago, Illinois.

FOR FURTHER INFORMATION CONTACT: For general information, contact Alan S. Corson, Office of Solid Waste, U.S. Environmental Protection Agency, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460, (202) 755-9187. For information on implementation, contact:

Region I, Dennis Huebner, Chief, Radiation, Waste Management Branch, John F. Kennedy Building, Boston, Massachusetts 02203 (617) 223-5777.

Region II, Dr. Ernest Regna, Chief, Solid Waste Branch, 26 Federal Plaza, New York, New York 10007, (212) 264-0504/5.

Region III, Robert L. Allen, Chief, Hazardous Materials Branch, 6th & Walnut Streets, Philadelphia, Pennsylvania 19106, (215) 597-0980.

Region IV, James Scarbrough, Chief, Residuals Management Branch, 345 Courtland Street, N.E., Atlanta, Georgia 30365, (404) 881-3016.

Region V, Karl J. Klepitsch, Jr., Chief, Waste Management Branch, 230 South Dearborn Street, Chicago, Illinois 60604, (312) 886-6148.

Region VI, R. Stan Jorgensen, Acting Chief, Solid Waste Branch, 1201 Elm Street, First International Building, Dallas, Texas 75270, (214) 767-2645.

Region VII, Robert L. Morby, Chief, Hazardous Materials Branch, 324 E. 11th Street, Kansas City, Missouri 64106, (816) 374-3307.

Region VIII, Lawrence P. Gazda, Chief, Waste Management Branch, 1860 Lincoln Street, Denver, Colorado 80203, (303) 837-2221.

Region IX, Arnold R. Den, Chief, Hazardous Materials Branch, 215 Fremont Street, San Francisco, California 94105, (415) 556-4606.

Region X, Kenneth D. Feigner, Chief, Waste Management Branch, 1200 6th Avenue, Seattle, Washington 98101, (206) 442-1260.

For further information about these meetings, contact Geraldine Wyer, Public Participation Officer, Office of Solid Waste (WH-562), U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C. 20460, (202) 755-9157.

SUPPLEMENTARY INFORMATION:

I. Introduction

The improper management of hazardous waste is probably the most serious environmental problem in the United States today. EPA estimates that in 1979 the United States generated almost 60 million metric tons of hazardous waste, but that only 10 percent of this waste was managed in an environmentally sound manner. The remainder—over 50 million tons—was transported, treated, stored or disposed of in a manner which potentially threatens human health and the environment.

This mismanagement has tragic consequences. EPA has on file hundreds of cases of damage to human health or the environment resulting from the

indiscriminate dumping or other improper management of hazardous waste. The vast majority of these cases involve the pollution of groundwater—the source of drinking water for about half the nations's population—from the open dumping of wastes or from improperly operated landfills and surface impoundments. In many of these cases, groundwater supplies were so badly contaminated with toxic or cancer-causing chemicals and heavy metals that residents in the area had to obtain drinking water from other sources. In other more tragic cases, residents were not aware of the contamination, continued to drink the water, and suffered serious health effects.

Groundwater pollution is not the only problem posed by improper hazardous waste management. EPA's damage case file also includes incidents where the improper disposal of hazardous waste has polluted streams, rivers, lakes and other surface waters, killing aquatic life, destroying wildlife, and denuding areas of vegetation. In other cases, the vaporization of volatile organic materials from wastes which were improperly disposed of has been linked to respiratory illnesses, skin diseases (including skin cancer) and elevated levels of toxic materials in the blood and tissues of humans and domestic livestock. In still other cases, the mismanagement of hazardous waste has resulted in fires, explosions or the generation of toxic gases which have killed or seriously injured workers and firemen.

It is against the backdrop of such incidents that Congress enacted the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended, 42 U.S.C. 6901 *et seq.* ("RCRA" or "Act"). Although the Act has several objectives (including the promotion of resource recovery and the proper management of non-hazardous solid waste), Congress' "overriding concern" (H.R. Rep. No. 96–1461, 96th Cong., 1st Sess. 3 (1976) ("H.R. Rep.")) in enacting RCRA was to establish the statutory framework for a national system which would insure the proper management of hazardous waste.

That framework is contained in Subtitle C of the statute. It requires EPA to establish a Federal "cradle to grave" management system for hazardous waste, including standards for generators of hazardous waste (Section 3002), standards for transporters of hazardous waste (Section 3003), standards and permit requirements for owners and operators of facilities that treat, store or dispose of hazardous waste (Sections 3004 and 3005) and a manifest system which will track the movement of the waste from the point of generation to the point of disposal (Sections 3002, 3003 and 3004). Under Section 3006 of Subtitle C, EPA may authorize States to operate a State hazardous waste program in lieu of the Federal program if they meet certain requirements.

The centerpiece of this system is Section 3001 of Subtitle C, which requires EPA to identify and list those solid wastes which must be managed as hazardous wastes according to the standards established by EPA under Sections 3002 through 3005. This identification is a two-part process. First, EPA is required to develop criteria for identifying the characteristics of hazardous waste and for listing hazardous wastes (Section 3001(a)). Then, based on these criteria, EPA must actually identify specific characteristics of hazardous waste and list particular hazardous wastes (Section 3001(b)).

EPA began developing regulations to implement these requirements shortly after RCRA was enacted. During 1977 and 1978, the Agency met extensively with experts in hazardous waste management, States, Federal agencies, industry, environmental groups and other individuals and organizations to discuss possible criteria, and to obtain suggestions for characteristics and listed wastes. Drafts of proposed regulations were developed and widely disseminated to the public for comment. Based on these meetings, several public hearings, written comments on its draft regulations and information collected by EPA, a final proposed regulation was developed and published in the **Federal Register** on December 18, 1978 (43 FR 58949–58968).

EPA held five public hearings on its December 18, 1978, proposal (43 FR 58946). Several hundred persons testified at these hearings. In addition, EPA received an estimated 1,000 sets of written comments on its proposed Section 3001 regulations.

Based in part on these comments, EPA proposed a supplemental list of hazardous wastes on August 22, 1979 (44 FR 49402–49404). The Agency also held a hearing on this proposal and received a number of written comments.

The Agency has carefully considered the comments received on its December 18, 1978, and August 22, 1979, proposals, as well as comments received on a number of reports, studies and other documents associated with its Section 3001 rulemaking which were noticed for public comment after the close of the comment period on the proposed regulations,[1] in developing the final and interim final regulations published today.

II. Organization of Regulations and Preamble

In response to comment that its proposed Subtitle C regulations were difficult to read, EPA has totally reorganized them. Regulations implementing Section 3001, which were originally proposed as Subpart A of Part 250 of Title 40 of the Code of Federal Regulations have been recodified as Part 261 of Title 40. Similar changes have been made in the remainder of the Subtitle C regulations. The following table shows the correlation between the statutory provisions of Subtitle C and the sections of EPA's proposed and final regulations which implement those provisions:

Statutory section	Proposed rule	Final rule
General provisions and definitions.	§§ 250.12(c), 250.11, 250.21, 250.31, 250.41	Part 260.
3001	§§ 250.10 (a) and (b), 250.12 through 250.15, 250.29(a)	Part 261.
3002	§§ 250.22 through 250.28, 250.29(b)	Part 262.
3003	§§ 250.32 through 250.38	Part 263.
3004 (permitting standards).	§§ 250.4 (a), (b), (d), and (e), 250.42 through 250.46–6	Part 264.
3004 (interim status standards).	§§ 250.40(c), 250.46	Part 265.
3005	Parts 122 and 124	Parts 122 and 124.
3006	Part 123, §§ 250.10(c), 250.20(b), 250.30(d)	Part 123.
3010	Part 250, Subpart E	45 FR 12746 (Feb. 26, 1980).

The recodification of EPA's Section 3001 regulations from a Subpart of Part 250 to Part 261 has necessitated some major reorganization of those regulations. Proposed § 250.10 is now largely incorporated in Subpart A. The purpose of this subpart is to tell the reader what materials are subject to the Federal hazardous waste management system established by Parts 262 through 265, 122 and 124. It contains a definition of solid waste, a definition of hazardous waste, and a list of materials which are excluded from all or a portion of the requirements in those parts. It also designates the points in the waste generation and handling process when a hazardous waste must begin to be managed in accordance with EPA's Parts 262 through 265 standards and explains when a hazardous waste ceases to be a hazardous waste. Finally, it establishes special requirements for small quantity generators of hazardous waste (originally contained in § 250.29(a) of EPA's proposed generator standards).

[1] See 44 FR 49277, 49278 (August 22, 1979); 44 FR 56724 (October 2, 1979); 44 FR 76827 (December 28, 1979); 45 FR 2059 (January 10, 1980); 45 FR 14232 (March 5, 1980).

Subpart B (§§ 250.12 and 250.14 of the proposed rule) establishes the criteria used by EPA in identifying the characteristics of hazardous waste and listing particular hazardous wastes. Subpart C (proposed § 250.13) contains the hazardous waste characteristics which EPA has identified and Subpart D (proposed § 250.14) the particular hazardous wastes which EPA has listed to date based on those criteria. As noted in the definition of hazardous waste in Subpart A, these two subparts are the cornerstone for the Federal hazardous waste management system because they identify which solid wastes will be regulated as hazardous wastes under that system.

The following table provides a rough correlation between the various provisions of EPA's proposed and final Section 3001 regulations:

Subject	Proposed rule	Final rule
Purpose of regulations	§ 250.10(a)	§ 261.1.
General definitions	§ 250.11	§§ 260.10, 261.2, 261.3.
Definition of solid waste	§ 250.10(b)	§ 261.2.
Definition of hazardous waste	§ 250.10(d)(1)	§ 261.3.
Exclusions	§§ 250.10(d)(2), 250.11(a)(7), 250.20(c)(4)	§ 261.4.
Small quantity generators	§ 250.29(a)	§ 261.5.
Criteria	§§ 250.12 (a) and (b), 250.14	Subpart B.
For identifying characteristics	§ 250.12(a)	§ 261.10.
For listing	§§ 250.12(b), 250.14	§ 261.11.
Characteristics	§ 250.13	Subpart C.
Ignitability	§ 250.13(a)	§ 261.21.
Corrosivity	§ 250.13(b)	§ 261.22.
Reactivity	§ 250.13(c)	§ 261.23.
Toxicity	§ 250.13(d)	§ 261.24.
Lists	§ 250.14	Subpart D.
Nonspecific sources	§ 250.14(a)	§ 261.31.
Specific sources	§ 250.14(b)(2)	§ 261.32.
Discarded chemicals	§ 250.14(a)	§ 261.33.
Procedures for exempting listed wastes from particular generating facilities.	§ 250.15	§§ 260.20, 260.22.
Petitions:		
Revision of list and characteristics.	§ 250.12(c)	§ 260.20.
Equivalent methods	§§ 250.13(a)(1)(i), (a)(2), (b)(1)(i), (b)(1)(ii), (d)(2)(ii)	§§ 260.20, 260.21.

Except for some broad issues which cut across all the Section 3001 regulations (and in some cases EPA's Section 3002 through 3004 standards), the preamble to this regulation will generally follow the structure of the final regulations. It will discuss some of the more significant issues raised during the public comment period on EPA's proposed regulations and the revisions made in response to those comments. Background documents which address these comments and revisions and explain the basis for these regulations in more detail are available as noted above.

III. General Issues

A. Phasing of Regulations

Several months prior to the proposal of EPA's Section 3001 regulations, the State of Illinois, several environmental groups, and a solid waste trade association sued the Agency under Section 7004 of RCRA to obtain a court order requiring EPA to promulgate final regulations under Section 3001 (and other sections of the Act) by a date certain. On January 3, 1979, the court issued an order directing EPA to issue final regulations under Section 3001 by December 31, 1979. *State of Illinois* v. *Costle*, 12 ERC 1597 (D.D.C. 1979). This order was subsequently modified to require EPA to use its best efforts to meet an April 1980, promulgation date (Order of December 18, 1979).

Given our limited resources, it has not been possible both to meet this deadline and to make final decisions on every segment of the very ambitious regulatory program which the Agency proposed on December 18, 1978, and August 22, 1979. We have tried to prioritize our efforts, insofar as possible, to deal with the most serious environmental problems first (*e.g.*, ones that are national in scope, are not dealt with by other State or Federal regulations) and to finalize those portions of the proposed regulations which must be issued if a core hazardous waste management program is to go into effect.

For these reasons, the final regulation published today defers final action on a number of aspects of the proposed regulation, including integrating the regulation of polychlorinated biphenyls ("PCBs") under RCRA and the Toxic Substances Control Act ("TSCA"); fully regulating wastes that are used, re-used, reclaimed or recovered; and a number of proposed listed wastes. To assist States in developing hazardous waste programs under Section 3006 of RCRA and the regulated community in preparing to comply with future regulatory requirements, EPA is providing the following information on its current schedule for acting on these deferred portions:

1. *PCB Integration.* On February 17, 1978 (43 FR 7150) EPA issued final regulations under Section 6(e) of TSCA establishing storage, landfilling, incineration, packaging, marking, placarding and recordkeeping requirements for waste PCBs. Revisions to these regulations were published on May 31, 1979 (44 FR 31514).

Because of the potential overlap between the RCRA hazardous waste management standards and the TSCA PCB marking and disposal regulations, in its proposed Section 3004 regulations, EPA requested comment on five alternative ways of integrating the two sets of regulations (43 FR 58993–58994). *See also* 43 FR 31539 (May 31, 1979). Based on the comments received, and EPA's own review of the two sets of regulations, the Agency has made a tentative decision that the best way to regulate PCBs is to merge the TSCA PCB rules into the final RCRA regulations.

Unfortunately, it has not been possible to complete this task to date. Both rules are lengthy and complicated, and must be carefully coordinated to avoid regulatory loopholes and disruption of the ongoing TSCA PCB program. Completing this coordination by April of this year would have required diverting personnel from the task of finalizing the RCRA hazardous waste program. EPA decided that it made little sense to focus its limited resources on revising an existing regulatory program when so much work needed to be done to develop a new one.

EPA expects to complete the task of integrating the RCRA regulations and TSCA PCB rules by the fall of 1980, and to amend Parts 261 through 265 to bring waste PCBs into the Subtitle C system at the same time that it promulgates its final Phase II Section 3004 standards. In the interim, the handling and disposal of waste PCBs will continue to be regulated under TSCA and other EPA statutes.

2. *Regulation of Wastes Which Are Used, Re-Used, Recovered or Reclaimed.* As discussed in some detail in section IV.B. of this preamble, EPA will be deferring the promulgation of standards to regulate hazardous waste recycling and reclamation operations and the actual use and re-use of hazardous waste until beginning in the fall of 1980.

3. *Radioactive Wastes.* In its December 18, 1978, regulation, EPA proposed to list the following radioactive materials as hazardous wastes: waste rock and overburden from uranium mining; overburden and slimes from phosphate surface mining; waste gypsum from phosphoric acid production; and slag and fluid bed prills from elemental phosphorous production (§ 250.14(b)(2)). At the same time, it proposed to establish special management standards for these wastes

which would regulate their disposal (§§ 250.46–2 and 250.46–4) and prevent their being used as fill in land used for residential development or in building products unless radon emissions and gamma radiation could be reduced to specified levels (§§ 250.46–3(c) and 250.46–4(b)). The purpose of these latter use restrictions was to reduce the amount of radiation to which persons living or working in buildings constructed either on land where these wastes were deposited or with materials containing these wastes would be exposed.

In February, 1980, the House of Representatives passed a bill which would amend RCRA to temporarily suspend EPA's authority to regulate these wastes under Subtitle C except as necessary:

> to prevent radiation exposure which presents an unreasonable risk to human health from the use in construction or land reclamation (with or without revegetation) of solid waste from the extraction, beneficiation or processing of phosphate rock or the extraction of uranium ore (Section 3(d) of H.R. 3994).

Because Congressional action on this provision is imminent (see section III.E. of this preamble), we are deferring the development of final or interim final regulations establishing a criterion for listing radioactive wastes, listing radioactive phosphate and uranium wastes, and establishing management standards for those wastes until Congress has spoken. Assuming Congress acts by the end of the summer, we would hope to promulgate regulations for radioactive wastes by the fall of 1980. This would give EPA some time to better refine its final standards and conform them to any legislative amendments, to fully respond to comments on its proposal and to coordinate its final standards with its other regulations on used, re-used, recovered and reclaimed wastes (see section IV.B.4. of this preamble).

Although the use of radioactive mining wastes in residential landfill and construction materials may pose a serious health hazard, this hazard is limited to approximately half a dozen states where these wastes are generated. Thus, in contrast with many of the wastes covered by today's regulation, which are more ubiquitous and are frequently transported across state lines, these wastes can probably be regulated effectively at the state level pending EPA action.

4. *Infectious Wastes.* In its proposed regulation, EPA listed as hazardous wastes infectious wastes generated by certain departments in health care facilities and veterinary hospitals, by laboratories handling etiologic agents, and by sewage treatment facilities, unless the wastes were sterilized or incinerated in accordance with the methods prescribed in Appendix VI or § 250.14(b)(1)(iii).

EPA received a number of comments on this proposal, particularly the absence of an infectious waste listing criterion, the breadth of sources covered and the Agency's proposed treatment methods. Although EPA has completed its evaluation of these comments and has developed a criterion for listing infectious wastes and refined its proposed list, it has not been able to complete the work necessary to identify the treatment methods it would allow to be used to exempt these wastes from regulation. Because logic dictates that these three parts of the regulation should be promulgated simultaneously, EPA is deferring action on infectious wastes until it can finish this last segment. It expects to complete this task by the fall of 1980.

In the meantime, none of these wastes will go entirely unregulated. Many will be subject to State disposal regulations or State laws governing hospitals and other health care facilities. Because of public health considerations, the operations of these facilities are generally closely scrutinized by State and local officials. In addition, during this interim period, these wastes will be subject to the "open dumping" prohibition under Section 4005(c) of RCRA. EPA's regulations defining those practices which constitute "open dumping" expressly prohibit the land disposal of infectious wastes unless measures have been taken to minimize disease vectors (40 CFR 257.3–6).

5. *Other Listed Wastes.* The other waste streams on which EPA has deferred final action fall into four basic categories: Wastes which EPA intends to list as hazardous but for which revised background documents could not be completed in time for promulgation as part of this regulation; wastes for which EPA currently has insufficient data to make a final determination that the wastes are hazardous; wastes which available data suggests are not hazardous; and wastes which are no longer produced.

It is EPA's intent to amend this regulation to add most of the wastes included in the first category of deferred wastes by June 15, 1980 (see Appendix A) and the remainder by fall, 1980 (see Appendix B). Persons handling wastes identified or listed in both this regulation and Appendix A may, if they desire, save themselves the expense and inconvenience of a second notification under Section 3010 of RCRA by including Appendix A wastes in the notification required to be filed on August 18, 1980. Owners and operators of facilities which treat, store or dispose of the wastes in both categories may similarly avoid having to amend their Part A permit application (*see* 40 CFR 122.22) by including Appendix A wastes in their initial application.

EPA will take action on the second category of deferred wastes—wastes for which EPA currently has insufficient data to make a final listing determination—as soon as it is able to obtain the information necessary to make those decisions. To enable the Agency to gather such information without the *ex parte* contact restraints normally imposed on post-proposal rulemaking activities, EPA will in the future be reopening the comment period on its December 18, 1978, proposal to list these wastes. EPA does not plan on taking any further action on the final two categories of wastes.

EPA does not believe that phasing the promulgation of Section 3001 in this fashion will frustrate the objectives of the statute or unduly complicate implementation of the hazardous waste program. Sections 2002(b), 3001(c) and 7002 of the Act clearly contemplate that regulations under Section 3001 will be periodically expanded or otherwise revised. *See also* H.R. Rep. at 25. The preview of the content and timing of future regulations provided above should help to minimize the disruption that phased promulgation of major portions of the Section 3001 regulations might cause for the regulated community and for States which are attempting to formulate their hazardous waste programs. In light of these considerations and the pressing need to begin implementation of a national hazardous waste program as soon as possible, EPA sees no reason to postpone publication of those portions of its Section 3001 regulations which it is ready to finalize today pending a final decision on the remaining portions. Such an approach would cause an unwarranted delay in the commencement of the program.

B. Interim Final Provisions

The following portions of this regulation are being published as "interim final" regulations: the lists of hazardous wastes (Subpart D), the criteria for listing hazardous wastes (§ 261.11), and the definitions of "solid waste" (§ 261.2) and "domestic sewage" (§ 261.4(a)). This means that, although these regulations are promulgated for purposes of the 90-day notification requirement under Section 3010(a), the six-month effective date under Section 3010(b) and the 90-day petition deadline under Section 7006, the public will have an additional opportunity to comment on them before they are published as "final final" regulations.

The lists of hazardous wastes under Subpart D are being published in interim final form to allow the public an opportunity to comment on the

additional data EPA has collected since the close of the public comment period to support the listing of these wastes. Because EPA received comments on only approximately twenty-five percent of the wastes listed in its December 18, 1978, and August 22, 1979, proposals, the Agency does not anticipate receiving very many comments on its revised support documents or having to make major changes in the list of wastes published today before issuing a "final final" regulation.

The criteria for listing (§ 261.11) have been substantially revised in response to public comment. While EPA believes that these changes are a logical outgrowth of the public comment period, it also recognizes that they would probably benefit from the fine tuning that an additional round of public comment would provide. For this reason, the Agency is also publishing § 261.11 in interim final form.

EPA's proposed definition of "solid waste" has been clarified and a new definition of "domestic sewage" has been added in response to public comment. Because of the difficulties inherent in devising workable, broadly applicable definitions of these terms, and their potential regulatory impact, we would like to obtain some additional comment on them before publishing them in final form.

It is EPA's intent to act on all interim final portions of these regulations prior to the compliance date of Parts 262 and 263 and the effective date of Parts 264 and 265.

C. Data Base for Regulations

EPA received a number of comments on its December 18, 1978, and August 22, 1979, proposals urging it to postpone the promulgation of final regulations under Section 3001 (and the rest of Subtitle C) until it could develop an extensive data base on hazardous waste characteristics and individual hazardous wastes, including extensive industry-specific waste studies, risk assessments, and in-depth waste analyses.

In the final regulation published today, the Agency has made every attempt to base its rules on the data available on waste generation, composition and management, on the potential health and environmental hazards posed by waste constituents, and on exposure pathways. It has also exercised its best efforts to use good scientific analysis and judgment to supplement available data and to respond to comments received on its proposed regulation. In some instances, within time and budget constraints, EPA has undertaken additional waste analyses and testing.

While the acquisition of more information is often a scientific objective, Section 3001 requires the Agency to establish regulations where it has limited, but meaningful data. The broad discretion provided to EPA under the statute, the tight statutory promulgation deadlines coupled with Congress' acknowledged recognition of the lack of available data on hazardous waste management (*see* H.R. Rep. at 26), and the critical nature of the hazardous waste problem (*see* H.R. Rep. at 3, 4, 11, 17–23; S. Rep. No. 94–988, 94th Cong. 2d Sess. at 3, 4 ("S. Rep.")) all support EPA's going forward with a regulatory program even though its data base and regulations are less than perfect. The courts have repeatedly sanctioned this approach under other EPA statutes where, as here, the Agency is implementing a complex program in an area "fraught with scientific uncertainty" where Congress has directed EPA "to act quickly and decisively despite the lack of exact data". *Weyerhaeuser Company v. Costle*, 590 F.2d 1011, 1025–1026 (D.C. Cir. 1978). *See also Ethyl Corp. v. EPA*, 541 F.2d 1, 24 (D.C. Cir. 1976); *Society of Plastics Industries, Inc. v. OSHA*, 509 F.2d 1301, 1308 (2d Cir.), *cert. denied*, 421 U.S. 992 (1975).

We are committed to improving our data base for these regulations and refining them in the future. The Agency has recently instituted a multi-year, multi-million dollar program to survey specific industries, and collect waste samples and other information which will expand its data base on the hazardous waste generated by these industries. EPA also anticipates that implementation of the Subtitle C regulations—particularly the waste testing requirements—will, over the next several years, substantially increase the national pool of information on hazardous wastes. The petitioning procedures set forth in §§ 260.20 through 260.22 should provide yet another revenue of information which can be used to improve this regulation in the future.

D. Developing a National Hazardous Waste Management System

EPA received a number of comments on its proposed regulations identifying particular wastes or management situations where a strict application of EPA's proposed regulations would result in overregulation of the wastes at issue. For exampe, commenters identified several wastes which exhibited EPA's proposed characteristics but which would not normally be thought of as hazardous, and described situations where the application of EPA's proposed Section 3004 standards was arguably unnecessary.

In the regulations promulgated today, particularly the Part 264 and 265 regulations, we have tried to address some of these criticisms, to the extent feasible, and to achieve a better balance between the often competing goals of regulatory specificity and broad applicability. Where we think specific standards are appropriate, we have promulgated specific standards; where more flexibility is required, we have either used broader standards or used specific standards and articulated exceptions or provided for individual variances. We have done our best to lay the groundwork for a hazardous waste management system which is workable and understandable, and which provides appropriate regulation of most hazardous wastes identified or listed in this Part.

This system may not work perfectly for every waste, however. It may overregulate in some instances and underregulate in others. This is an unavoidable consequence of attempting to develop a national hazardous waste managment program which has to regulate thousands of wastes in literally hundreds of thousands of individual transportation, treatment, storage and disposal situtations. To develop a program which would provide precisely the right degree of environmental and health protection in each management situation would require regulations that would be either so vague that they would offer little guidance to the regulated community and would be largely unenforceable or so extensive and so encumbered with provisions for case-by-case variances that they would be an administrative nightmare for both EPA and the hundreds of thousands of persons and facilities which are potentially subject to them.

We think that the system we have promulgated today, although not perfect in all aspects, is within the scope of what Congress intended when, in 1976, it directed EPA to establish hazardous waste management standards which were "necessary to protect health and the environment" in eighteen months. We do not think that Congress expected EPA to develop a program which it could not implement or enforce or to indefinitely postpone the issuance of regulations until it could develop standards which would provide the degree of precision desired by some commenters. Neither of these approaches would provide any health or environmental protection at all.

In these regulations we have tried to strike a balance between these two extremes. Where we have failed to achieve the right balance, we suspect that this will become apparent in the early stages of implementing the

program. If there are situations where a strict application of the standards contained in these rules would bring about a result which was obviously not intended, we would appreciate being advised of it so that we can take appropriate action. We are prepared to react to these problems with regulatory amendments, interpretive guidance and reasonable implementation and enforcment, as appropriate.

E. Pending Legislative Amendments

The United States Senate and House of Representatives have each recently passed a bill to reauthorize and amend RCRA (S. 1156 and H.R. 3994). Both bills contain amendments to Section 3001 which, if enacted, would repeal or temporarily suspend EPA's authority to regulate certain utility and energy development wastes as hazardous wastes under Subtitle C. These bills are now awaiting action by a conference committee. Because it appears likely that Congress will act before November 19, 1980 to exempt these wastes, EPA has temporarily excluded them from this regulation (*see* § 261.4(b)). This exclusion will be revised, if necessary, to conform to the legislation which is ultimately enacted.

F. Consideration of Economic Impact of the Development of the Regulations

In its proposed regulations, EPA expressed uncertainty on the appropriate role that cost considerations and economic impact should play in the development of the hazardous waste regulations:

> It is also not clear to what extent RCRA allows economic impact to be taken into account, since the Act is silent on this point. Thus, the Agency is faced with the problem of how to deal with these potential impacts with little economic data and without clear Congressional guidance. (43 FR 58971)

A variety of comments were received on this issue, expressing three predominant themes: (a) The Act and its legislative history require the Agency to analyze its regulations in terms of costs and benefits; (b) the legislative materials preclude any consideration of costs in the development of regulations; and, (c) EPA must prepare an economic impact analysis.

EPA has re-examined the legislative history of RCRA. Although the legislative history is sparse, it does contain sufficient indications of Congressional intent to lead the Agency to the conclusion that EPA may not consider cost burden upon industry in choosing the level of its standards. The Agency may, however, take cost considerations in account in order to select the most effective regulation among various alternatives that meet the statutory requirement of being "necessary to protect human health and the environment." In addition, the Agency may prepare economic analyses to supplement its regulations as an aid to congressional, intergovernmental, or public understanding of the regulatory program.

EPA disagrees with the position of several commenters that cost, or economic considerations more generally, must be a factor in EPA's decisions under Subtitle C. There is no explicit requirement in the Act directing EPA to consider costs in the development of its intitial regulations. The singular focus of protecting human health and the environment distinguishes RCRA from the other major pollution control statutes. For example, in developing effluent guideline limitations under the Clean Water Act, the Administrator is to consider, among other things, "the total cost of the application of technology in relation to the the effluent reductions to be achieved . . ." Section 304(b)(1)(B), 33 U.S.C. 1314(b)(1)(B). *See also* Section 304(b)(2)(B). The Clean Air Act also directs that in establishing new source performance standards for stationary sources of air pollution the Administrator should "consider the cost of achieving such emission reduction and any nonair quality health and environmental impact and energy requirements." Section 111(a)(1)(C), 42 U.S.C. 7211(a)(1)(C).

The silence of the statute itself appears especially significant because earlier drafts of the legislation had contained language which either explicitly called for considerations of cost or implicitly sanctioned such consideration. A draft bill for use by the relevant House Subcommittee would have required that hazardous waste regulations "shall be such as will minimize the risk of adverse effects on human health while taking to the greatest extent possible, into account the economic cost and benefits of achieving such standards." Section 351(e), Subcommittee on Transportation and Commerce, Draft of the Solid Waste Utilization Act (December 8, 1975). When this bill was redrafted for introduction to the House of Representatives as H.R. 14496, this provision calling for consideration of costs and benefits had been deleted. The House bill, however, required that hazardous waste regulations "reasonably protect" human health and the environment. H.R. 14496, 94th Cong., 2d Sess., § 306 (1976). The legislative materials accompanying H.R. 14496 provided no guidance on what effect, if any, the draftsmen intended the potentially moderating phrase "reasonably protect" should have on the development of regulations. In the compromise bill reconciling the differences between the Senate and House bills, the adverb "reasonably" was deleted. In the debate in the House prior to the Act's passage there was no discussion of the effect of this deletion on the intended operation of the Act.

Congress was aware that the hazardous waste regulation would impose substantial costs on the regulated community. *See, e.g.*, H.R. Rep. at 4, S. Rep. at 4. Despite this recognition, Congress deliberately rejected provisions that would require consideration of cost burden on industry or to moderate the Act's environmental objectives. For these reasons, the Agency concludes that the Act prohibits it from considering such costs in the development of Subtitle C regulations as a basis for lessening the standards it considers necessary to ensure protection of human health or the environment.

The Agency has, however, considered cost-effectiveness in choosing among alternatives that meet the requirements of the statute. In addition, the Administrator may refer to other considerations such as energy or environmental impacts, and implementation and enforcement burdens. For instance, the information received or developed in the course of rulemaking on the cost implications of its proposed regulations may be used by EPA to determine the relative cost-effectiveness of various methods to implement a particular requirement. Information on economic impacts may also be useful in informing Congress about the implementation of the hazardous waste program, developing new legislative or Agency intitatives which might affect the regulatory program, and advising the public about the projected impacts of the program. *See Hercules, Inc. v. Environmental Protection Agency*, 598 F. 2d 91, 113 (D.C.Cir. 1978). EPA has prepared an economic impact analysis on the entire Subtitle C regulatory program. This analysis provides detailed information on the projected economic impacts of these regulations. The report should facilitate public understanding of the task that the Agency is undertaking.

G. Rulemaking Petitions

EPA's December 18, 1978, proposed Section 3001 regulations contained no special procedures for petitioning the Agency to identify a new characteristic or list a new hazardous waste, or to modify or revoke an existing

characteristic or listing. They simply provided that a petition to identify a characteristic or list a solid waste as a hazardous waste would be granted if EPA found that the proposed characteristic or waste met EPA's criteria for characteristics or listing (proposed § 250.12(c)).

EPA received a number of comments urging it to establish standardized procedures for the submission and processing of petitions to modify its characteristics or list of wastes. Some of these commenters simply wanted to know how to file a petition and how EPA would act on it. Others insisted that EPA establish rulemaking procedures which complied with the Administrative Procedures Act, mistakenly thinking that because proposed § 250.12(c) did not articulate the procedures EPA would follow in acting on petitions, the Agency would grant petitions, thereby modifying its regulations, without going through normal rulemaking procedures.

To provide the guidance desired by the first set of commenters and to assuage the concerns of the second, we have included in Subpart C of Part 260 procedures for the submission and processing of petitions to add to, revoke or otherwise modify any of the Subtitle C hazardous waste regulations, including the hazardous waste characteristics and lists. This provision expressly requires that a tentative decision to grant a petition be made in the form of an advance notice of proposed rulemaking or a proposed regulation, thus starting the rulemaking process.

EPA received a number of comments suggesting that unless EPA specified the information to be contained in petitions to amend its characteristics or lists of hazardous wastes, petitioners would not know what type of data to submit to the Agency and that the Agency would have to expend a substantial amount of time reviewing incomplete petitions.

EPA agrees that this may have been a problem with its proposed regulation. The Agency's proposed criteria for listing were not particularly well-articulated. In addition, the background documents for characteristics and for individual wastes also failed, in some cases, to provide meaningful guidance as to the kinds of information which should be submitted in a rulemaking petition.

We think we have remedied most of these deficiencies in this regulation. In response to comment, we have substantially expanded the criteria for listing, so that the factors which EPA will be using in making a listing decision are much better stated. The background documents for both the characteristics and lists have been materially upgraded, so that they now provide a good model for rulemaking petitions. In short, we think the regulations published today, with their supporting materials, will enable petitioners to intelligently frame rulemaking petitions.

For this reason, EPA thinks it is probably unnecessary to establish detailed informational requirements for petitions. Moreover, developing a list of such requirements would be very difficult, because the types of data and degree of detail required will vary substantially from waste to waste and from characteristic to characteristic. If, in the future, EPA finds that most petitioners are submitting insufficient information, we will reconsider establishing more specific data requirements for these petitions.

EPA recognizes that some organizations—primarily environmental groups—may not have the skills, resources, or data collection authority to fashion rulemaking petitions which contain all of the information which EPA will need to make a decision to establish a new characteristic or list a new waste. If such petitions, although incomplete, appear to have merit, EPA will attempt to obtain the supplemental data necessary to make a tentative rulemaking determination. These organizations should recognize, however, that this will necessarily delay any final action on their petitions.

IV. Subpart A.

A. Section 261.1 (Purpose, Scope and Applicability)

Although this section is largely self-explanatory, two points regarding the function of EPA's Section 3001 regulation, which were apparently a source of misunderstanding during the comment period, are deserving of special attention.

First, the purpose of this regulation is to identify those wastes which, because of the hazards they may pose in transportation, treatment, storage or disposal, should be subject to appropriate management requirements under Subtitle C. It does not dictate how wastes should be managed (although it may identify properties of the waste which will affect management practices). Management standards and permitting requirements are imposed under Sections 3002 through 3005 and Section 3010.

Second, although this regulation limits what may be regulated as a "hazardous waste" under Sections 3002 through 3005 and 3010 of RCRA, it does not limit those materials which may be considered "hazardous wastes" under other sections of the statute, particularly Section 3007 (which authorizes EPA to obtain information on "hazardous waste" in order to develop regulations or enforce RCRA) and Section 7003 (which authorizes the Agency to institute civil actions to abate imminent and substantial hazards caused by "hazardous wastes"). Unlike Sections 3002 through 3004 and Section 3010, Congress did not confine the operations of Sections 3007 and 7003 to "hazardous wastes *identified or listed under this subtitle*" (emphasis added). To avoid future confusion on this point, EPA has stated it explicitly in § 261.1(b).

B. Section 261.2 (Definition of Solid Waste)

Because no material can be a "hazardous waste" without first being a "solid waste" (Section 1004(5)), what constitutes a "solid waste" is really the definitional starting point for the hazardous waste management system. Section 1004(27) of RCRA defines a solid waste as:

> any garbage, refuse, sludge from a wastewater treatment plant, water supply treatment plant or air pollution control facility and other discarded material, including solid, liquid, semisolid, or contained gaseous material resulting from industrial, commercial or mining and agricultural operations, and from community activities, but does not include solid or dissolved materials in domestic sewage, or solid or dissolved materials in irrigation return flows, or industrial discharges which are point sources subject to permits under section 402 of the Federal Water Pollution Control Act . . . or source, special nuclear, or byproduct material as defined by the Atomic Energy Act of 1954 . . . (Section 1004(27)).

In its proposed regulations, EPA adopted this definition, with its exclusions, in its entirety (§ 250.11(a)(7)). In addition, it proposed to construe the term "other discarded material" in Section 1004(27) to include:

(1) Any material which is not re-used—i.e., is abandoned or committed to final disposal;
(2) Any material which is re-used by being placed in or on the land or water so that the material or any constituent thereof is released into the environment; and
(3) Waste oil burned as fuel.

EPA noted that it would add other uses to the third category of discarded materials if it found that it was necessary to control such uses (43 FR 58954).

This definition of "other discarded material" was based on four major considerations. First, after reviewing both the language and framework of

RCRA and its legislative history, EPA concluded that Subtitle C was intended to regulate hazardous wastes irrespective of their end use—*i.e.*, regardless of whether they are committed to final disposal or intended to be used, re-used, recycled or reclaimed.

Second, the Agency concluded that all hazardous wastes, regardless of their end use, may pose significant health and environmental hazards. Wastes that present a hazard in storage or transport arguably pose the same danger in storage or transport irrespective of whether they are destined for disposal or for use, re-use, recycle or reclamation. Wastes which are used or re-used by being placed on the land—*e.g.*, chemical-bearing sludges used as fertilizers, contaminated waste oil used as a dust suppressant on roads and radioactive mining wastes used as residential land fill—may pose almost the same hazards as if they were simply dumped there. Wastes which are used, re-used, recycled or reclaimed in some other fashion, and the facilities which recycle or reclaim them, may also create serious health or environmental problems. For example, waste drums containing hazardous residues which were used as municipal trash cans have injured children; waste solvent reclamation facilities have caused serious air pollution problems.

Third, EPA decided that excluding wastes that are used, re-used, recycled or reclaimed from the Subtitle C system would make the regulatory program largely unworkable and create a major regulatory loophole not intended by the Act. Without a manifest system (or its functional equivalent) there would be no way of assuring that wastes which were intended to be used, re-used, recycled or reclaimed were in fact delivered to their intended destination. Whether a waste was subject to Subtitle C requirements would be based primarily on the intent of the person handling it. This would make the requirements difficult to enforce and theoretically allow wastes to move in and out of the hazardous waste management system depending on what the person then handling the waste planned to do with it.

Finally, the Agency decided that, insofar as feasible, its regulations should try to achieve a workable balance between the requirement in Subtitle C that hazardous waste be properly managed and RCRA's overall objective of promoting the use, re-use, recycling and reclamation of wastes. The use, re-use, recycling and reclamation of wastes not only helps preserve valuable natural resources and reduces the environmental problems which stem from the exploitation of those resources, but, if properly conducted, may eliminate or reduce some of the hazards associated with other types of waste management and alleviate the strain on national disposal capacity. For this reason, EPA proposed to regulate only those uses and re-uses which could readily be expected to pose significant health and environmental hazards.

EPA received a substantial number of comments on its proposed construction of the statutory definition of "solid waste" and "other discarded materials." Virtually all commenters agreed that the terms encompassed materials which were destined for disposal. There was substantially less consensus on EPA's proposed regulation of used, re-used, recycled or reclaimed wastes. Some commenters argued that EPA had no authority under RCRA to regulate wastes which were used, re-used, recycled or reclaimed. Others contended that the Agency did have such authority and that comprehensive regulation of the use and recycling of hazardous waste was essential to protect public health and the environment and to make the hazardous waste management system workable. Still other commenters claimed that imposing stringent Subtitle C requirements on waste use, re-use, recycling and recovery would discourage such activities, thwarting one of the primary objectives of RCRA and further aggravating hazardous waste management problems.

1. *Legal Authority to Regulate Wastes That Are Used, Re-used, Recycled or Recovered.* Most commenters who challenged EPA's authority to regulate the use, re-use, recycling or reclamation of wastes based their contention on the term "other discarded material" in the statutory definition of "solid waste". The common meaning of this term, they argued, would preclude regulating as "solid waste" wastes which were not intended to be "thrown away" or "abandoned" or which were of "no further use".

The United States Court of Appeals for the D.C. Circuit has already rejected this argument in *United States Brewers' Association, Inc. v. EPA*, 600 F.2d 974 (D.C. Cir. 1979), a lawsuit challenging a beverage container recycling guideline issued by EPA under Section 1008(a)(1) of RCRA. The petitioners in that proceeding contended, *inter alia*, that beverage containers were not "solid waste" until "discarded" and therefore that EPA had no authority under Section 1008(a)(1) to issue solid waste management guidelines requiring that beverages be sold in returnable containers, or that a minimum deposit be charged on containers (to encourage their return). The Court of Appeals gave short shrift to this contention, noting that it:

> flies squarely in the face of the explicit definition in the statute. Section 1008(a) directs EPA to publish "suggested guidelines for solid waste management", which, as defined in section 1004(30) expressly includes "planning or management respecting resource recovery and resource conservation" . . . and "utilization of recovered resources" [600 F. 2d at 982–983].

We think the Court's conclusion is applicable to the rest of RCRA as well. It seems highly improbable that Congress would have intended the term "solid waste" to include recycled wastes under Section 1008(a)(1) but not under Subtitle C. Indeed, RCRA and its legislative history evidence a clear Congressional intent that the terms "solid waste" and "hazardous waste" encompass wastes that are used, re-used, recycled or recovered wherever such terms are used in the statute.

For example, Section 1004 of RCRA contains numerous definitions—including the definition of "Hazardous Waste Management", the title of Subtitle C—which would be self contradictory if the terms "solid waste" and "hazardous waste" did not include wastes which were used, re-used, recycled or recovered. *See, e.g.*, Sections 1004(7), (18)–(24), (29) and (34). The repeated references to resource recovery and conservation in the statute would be similarly meaningless if solid wastes were never recycled, recovered or reclaimed. *See, e.g.*, Sections 1002(c)(2) and (3), 1003(1) and (5)–(8), 2003, 4002(c)(10), 4003(5) and (6), 4008(a)(2)(A) and (d), 5001, 5002 and 6002(c)–(g).

The legislative history of RCRA further supports this construction of the terms "solid waste" and "discarded material". The report of the House Committee on Interstate and Foreign Commerce on RCRA, for example, makes it clear that the term "discarded material" is meant to *expand*, not limit, the common meaning of the term "solid waste" (H.R. Rep. at 2). Other references in the legislative history confirm that the term "discarded material" covers wastes which are being recycled (*see, e.g., H.R. Rep.* at 3, 10). Several of the damage incidents cited by Congress as justification for establishing a national hazardous waste management system resulted from recycling or re-use activities (H.R. Rep. at 17, 19 and 22). Discussions of resource conservation and recovery activities presume the existence of a solid waste from which valuable resources can be reclaimed.

See, e.g., H.R. Rep. at 3, 4, 10, 11; S. Rep. at 2, 4, 6 (1976).

In short, under RCRA solid wastes do not cease to be solid wastes simply because they are being used, re-used, recycled or reclaimed. Rather, use, re-use, recycling, resource recovery and reclamation are ways of managing solid wastes which, if properly conducted, can avoid environmental hazards, protect scarce land supply, and reduce the nation's reliance on foreign energy and materials (H.R. Rep. at 4).

A number of commenters suggested that Congress could not have intended the term "solid waste" to include hazardous wastes which are used, re-used, recycled or reclaimed because the regulation of such wastes under Subtitle C would thwart RCRA's broad resource conservation and recovery objectives.

EPA does not agree. Although promoting waste re-use and recovery is certainly one of the goals of RCRA, Subtitle C does not require EPA to consider resource recovery implications in establishing hazardous waste management standards; nor does it suggest that promoting resource recovery should take precedence over assuring proper management of hazardous wastes. Furthermore, EPA does not agree that frustrating resource recovery is an inevitable result of requiring hazardous waste to be properly managed. As discussed below, EPA believes it may be possible to achieve a workable balance between Subtitle C's mandate that hazardous wastes be handled in an environmentally sound manner and RCRA's overall objective of encouraging th re-use and reclamation of wastes. However, in the event such a balance cannot be achieved, Congress' "overriding concern"—the safe handling of hazardous wastes (H.R. Rep. at 3) and the elimination of "the last remaining loophole" in environmental regulation (H.R. Rep. at 4)—must prevail.

2. *Assuring Proper Management of Hazardous Waste and Encouraging Resource Recovery.* The comments which EPA received on its proposal to regulate the use, re-use, recycling and recovery of hazardous waste in many ways mirrored the competing objectives which the Agency was trying to achieve in its proposal. Many commenters argued that EPA's approach would discourage the beneficial use and recycling of hazardous wastes by so escalating the cost of using or recycling wastes that they could no longer compete with virgin products, by increasing administrative burdens for the waste user or reclaimer, and by labeling recycling activities as another form of "hazardous waste" management. These commenters also suggested that the regulation of waste uses and reclamation would pose serious practical problems—*e.g.*, distinguishing between wastes and commercial by-products and intermediates, issuing permits for certain types of re-uses—and that EPA's proposed Section 3004 standards were not appropiate for many waste use and reclamation activities. Other commenters, citing the types of considerations outlined above, applauded EPA's regulation of the use and reclamation of hazardous wastes and urged that its proposed list of regulated waste re-uses and recycling operations be expanded to include the reclamation of waste solvents, the burning of spent catalysts and other organic wastes for energy, the use of metal-bearing sludges as fertilizers, the use of waste acids, and the re-use of contaminated drums. Still other commenters suggested that, at a minimum, wastes destined for re-use, or reclamation be properly stored and manifested.

EPA does not agree with the largely unsubstantiated claims of commenters that controlling the use and recycling of hazardous waste will necessarily discourage *bona fide*, environmentally sound re-use and reclamation activities. The impact of EPA's regulations on waste use and recovery will, in the Agency's opinion, hinge almost exclusively on the relative costs of re-use versus disposal. As disposal costs increase, it seems reasonable to expect that it will become profitable or more profitable to recycle or re-use wastes (even if regulated) than to dispose of them. EPA received no data during the comment period to suggest the contrary.

Commenters' claims about the chilling effect of regulating recycle and re-use activities also seem somewhat exaggerated. In many cases, Federal or State regulation of these activities should legitimatize, not stigmatize, them in the eyes of the public and increase the flow of wastes to well-operated facilities. Indeed, EPA received comments from several waste recyclers urging the Agency to extend Subtitle C control to their operations for these very reasons.

EPA does agree, however, that its proposed Section 3004 treatment and disposal standards (as well as the standards promulgated today) may not be well-suited for regulating all hazardous waste recovery and reclamation facilities or for regulating all uses and re-uses of hazardous waste. These standards are designed primarily to minimize the health and environmental hazards posed by traditional hazardous waste treatment and disposal facilities—such as incinerators and landfills. In many cases, the health and environmental dangers associated with the use or re-use of hazardous waste or with the recycle and reclamation operations are different in nature or degree, and therefore may justify the imposition of different management standards. For example, air emissions generated by the burning of waste oil for energy recovery can probably be effectively controlled without requiring boilers to meet hazardous waste incinerator requirements. Similarly, the leaching of metals from slag used in roadbeds can probably be successfully minimized without requiring compliance with Section 3004 landfill criteria.

At the same time, EPA also concedes that its proposed Section 3001 regulations probably did not go far enough in controlling the re-use and reclamation of hazardous waste. For example, there are a number of waste recycling operations which were not covered by EPA's proposed regulation—*e.g.*, solvent reclamation—which have been known to cause serious health and environmental hazards and should be subject to Subtitle C regulation. The long-term storage of hazardous wastes prior to recycling is another area where there have been damage incidents (*e.g.*, the incident at the Silresim Chemical Company) and where Subtitle C controls would appear to be essential for environmental protection.

In short, EPA acknowledges that it could have done a better job in its proposed regulations of attempting to balance Subtitle C's mandate that hazardous wastes be properly managed with RCRA's overall objective of promoting resource recovery. As we discovered during the comment period, however, this is not an easy task, and given other priorities in developing the regulations promulgated today, we have only been able to complete the first phase of it to date. That first phase, as well as EPA's long term plans for regulating the use, re-use, recycling and reclamation of hazardous wastes are discussed in sections IV.B.3. and IV.B.4., respectively, of this preamble. As indicated in those sections, we believe this program, when completed, will be responsive to the two major deficiencies in EPA's proposed regulation identified above.

3. *Regulating the Storage and Transportation of Hazardous Wastes Prior to Use, Re-use, Recycling or Reclamation; Defining "Waste".* As discussed above, EPA generally agrees

that many of its proposed (and final) treatment and disposal standards were not particularly well-suited for hazardous waste recycling and reclamation operations or for uses and re-uses of hazardous wastes. Because of the need to resolve other, more pressing issues in the rule published today, we have not been able to formulate more appropriate standards to date. We are therefore deferring Subtitle C regulation of the actual use and re-use of hazardous wastes and hazardous waste recycling and reclamation activities until such standards can be developed (§ 261.6(a)). As noted in section IV.B.4., we hope to begin issuing those standards later this year.

This temporary deferral, it should be noted, is confined to *bona fide* "legitimate" and "beneficial" uses and recycling of hazardous wastes. Sham uses and recovery or reclamation activities—*e.g.*, "landfilling" or "land reclamation" which is actually disposal and burning organic wastes that have little or no heat value in industrial boilers under the guise of energy recovery—are not within its scope and, if conducted in violation of Subtitle C requirements, will be subject to enforcement under Section 3008 of RCRA. In enforcing this provision, EPA will be particularly suspicious of use, and reclamation operations which were not conducted prior to the publication of these regulations.

We do not think that the types of criticisms which have been made of EPA's proposal to apply its treatment and disposal standards to the use, re-use, recycling and reclamation of hazardous waste are applicable to those regulations which govern waste management prior to actual use, re-use, recycling or reclamation—*i.e.*, the standards for generators, transporters and owners and operators of storage facilities. During these stages of the waste handling process, wastes present essentially the same hazards, and should therefore require essentially the same management, irrespective of whether they are destined for disposal or for re-use and recycling.

EPA has concluded, therefore, that although we are not now prepared to issue standards regulating the actual use, re-use, recycling and reclamation of hazardous wastes, we can and should begin to control the transportation and storage of wastes prior to use, re-use, recycling and reclamation, and that the general management standards set forth in Parts 262, 263 and selected sections of Parts 264 and 265 are entirely appropriate for that purpose.

The decision to regulate hazardous waste use and recycling necessitates the development of a working definition of "waste" which can appropriately distinguish between "wastes" and other materials (such as products and chemical intermediates) for purposes of determining whether their use is subject to RCRA's jurisdiction. Indeed, many commenters criticized EPA for failing to clearly distinguish between wastes and other materials in its proposed regulations and suggested language or conceptual approaches which they contended would draw that distinction.

We have carefully reviewed these suggestions; most, however, were not very useful. For example, a number of commenters suggested that the line of demarcation between a "waste" and other materials was whether a substance had value. This definition makes no sense in the context of recycle and re-use activities, since a waste which is being re-used or recycled by definition "has value". *See* H.R. Rep. at 3. Definitions keyed to whether a waste has a commercial use raise similar problems.

Other commenters contended that the proper inquiry was whether a material was "historically reused" or was "sometimes discarded". We think this is a much more productive line of analysis and is more consistent with the language and legislative history of RCRA and the purposes of Subtitle C.

A review of both RCRA and its legislative history indicate that Congress intended to regulate four broad categories of materials as solid wastes under RCRA, and particularly Subtitle C, irrespective of their ultimate disposition. The common thread linking all these materials is that they are "sometimes discarded." Because they are "sometimes discarded," they not only fall within the general rubric "waste", but also may become part of the "discarded materials disposal problem" (H.R. Rep. at 2) which Congress sought to remedy under RCRA. Proper tracking and management of these materials under Subtitle C would assure that they did not become part of this problem because they would be either properly disposed of or properly used or reclaimed.

The first category of materials which are regulated as "wastes" under RCRA are "garbage, refuse (and) sludge" (Section 1004(27)). These materials are almost always thrown away, and it is clear from both Section 1004(27) of the statute and its legislative history (H.R. Rep. at 2–4; S. Rep. at 5) that Congress regarded them as "wastes" regardless of their intended end use.

Of those materials which are not garbage, refuse or sludge, it also seems clear that any material which is intended to be or is in fact thrown away, abandoned or destroyed is a "waste." As noted above, there appears to be no disagreement among commenters on this point and of course it is fully supported by the legislative history of RCRA.

Of those materials which do not fall into either of these two categories—*i.e.*, materials other than garbage, refuse or sludge which are (or are intended to be) used, re-used, recycled or reclaimed—it appears that there are two types of substances which Congress intended to be regulated as "wastes" under RCRA.

The first are materials like waste solvents, paint wastes, waste acids, used drums and waste oil. These are what Congress referred to in the legislative history as "post-consumer wastes" or wastes which have "served their intended purpose" (H.R. Rep. at 2 and 9). While acknowledging that some of these post-consumer wastes might be recycled (*see* H.R. Rep. at 3, 10), Congress also recognized that they were sometimes discarded, and therefore were "wastes" (*see* H.R. Rep. at 9–10).

The second are tars, residues, slags and other materials which are incidentally generated as part of a manufacturing or mining process. A major concern of Congress in enacting RCRA was to assure regulation of "the waste by-products of the nation's manufacturing processes" (H.R. Rep. at 2) and "the by-products of the productive process" (H.R. Rep. at 9). There is nothing in the legislative history which suggests that these terms refer only to the by-products of pollution control. Indeed, even the definition of sludge in Section 1004(26A) indicates Congress was not simply concerned about wastewater treatment slurries and sludges and emission control dusts, but also materials having "similar characteristics and effects". The term "similar characteristics" would suggest that such materials not only contain similar types of substances but, like pollution control sludges and dusts, are also incidentally produced as a result of industrial processes; the term "similar . . . effects" implies that such materials, like wastewater and emission control sludges, are also sometimes discarded in ways that pose environmental problems.

EPA has incorporated these concepts into a definition of "solid waste" in § 261.2. This term is defined to include "garbage", "refuse", "sludge" and "other waste material" (§ 261.2(a)). "Other waste material" is in turn defined as (i) materials which are discarded (or stored or accumulated for that purpose), (ii) materials which have served their original intended purpose and are sometimes discarded and (iii) materials which are incidentally generated during

manufacturing or mining operations and are sometimes discarded (§ 261.2(b)). This latter category of materials expressly excludes primary products and product intermediates (§ 261.2(d)).

We are fairly confident that this definition will properly differentiate between "wastes" and other material with respect to those particular solid wastes that have been listed as hazardous wastes in Subpart D. In developing Subpart D, EPA has been careful to list only those materials that are either sludges, used materials which are typically discarded (*e.g.*, spent solvents) or manufacturing by-products which are typically discarded (*e.g.*, distillation residues). We have tried to avoid listing materials that are always used for manufacturing other products, because we believe that those are actually product intermediates, not wastes. Given the complexity of many manufacturing operations, however, it is possible that we might have erred in a few cases and we urge the public to bring these to our attention.

We are somewhat less confident that our definition of solid waste, particularly its inclusion of used materials and by-products, will work for all the materials which might exhibit the Subtitle C characteristics. For this reason, we are at the present time confining our regulation of the storage and transportation of wastes prior to use, re-use, recycling and reclamation to sludges, wastes listed in Subpart D and waste mixtures containing wastes listed in Subpart D (§ 261.6(b)). As discussed above, we are fairly sure that all these materials are "wastes" whose use, re-use, recycling and reclamation is subject to jurisdiction under RCRA.

As noted in Section III.B., the definition of "solid waste" is being issued as an interim final regulation. We are expressly soliciting comment on whether its application to unlisted materials (as well as listed wastes) leads to absurd results, and, if so, what these situations are and how they might be remedied by specific revisions to § 261.2.

4. *Regulating the Actual Use, Re-Use, Recycling and Reclamation of Hazardous Wastes.* One approach to regulating the use, re-use, recycling and reclamation of hazardous wastes which a number of commenters suggested and which EPA is considering very seriously is waste-specific, use-specific management standards. This approach would help avoid the problems, discussed above, of attempting to apply standards which are designed to deal with traditional waste disposal and treatment operations, such as landfills, to re-use and recycle activities.

EPA intends to begin issuing such standards in the fall of 1980. In some cases, these standards may require full or partial compliance with existing Subtitle C requirements; in others, they may include a special set of requirements (to be established in Part 266) which have been developed for a particular hazardous waste use or recovery operation. Using this regulatory approach, we believe we can not only better tailor Subtitle C management standards to the health and environmental hazards posed by use and recycling activities but also achieve a better balance between RCRA's dual goals of protecting human health and the environment and promoting resource conservation and recovery.

In the fall of 1980, we expect to start dealing with the following hazardous waste use and recovery operations:

Waste	Use or Recovery
Spent solvents listed in Subpart D.	Reclamation Burning as a fuel
Radioactive uranium mining and phosphate mining and processing wastes.	Land reclamation Use in building products
Waste oil	Road oiling and use in other land applications Burning as a fuel Reclaiming and re-refining
Residues from the production of chlorinated hydrocarbons.	Burning as a fuel

These operations were identified by commenters as being among those which posed the most serious potential health or environmental hazards and/or were the most ubiquitous. EPA agrees, and therefore will begin establishing standards for these activities first.

At a later date, possibly by the fall of 1981, we intend to address the re-use and recycling of other hazardous wastes, including but not limited to the following:

Waste	Use or Recovery
Residues from the production of organic chemicals listed in Subpart D (other than chlorinated hydrocarbons).	Burning as a fuel
Activated carbon used to treat hazardous wastes.	Regeneration
Wastewater and air emission treatment sludges listed in Subpart D.	Fertilizers and soil conditioners Other uses on the land

Eventually, EPA hopes to regulate the use, re-use, recycling and reclamation of all hazardous wastes listed in Subpart D which are known to be used, re-used or recycled. Our plans for extending regulatory coverage to unlisted hazardous wastes are less certain at this time because we do not have a good inventory of these wastes. As data are collected through the Section 3010 notification and annual reporting under Parts 262, 264 and 265, we hope to develop a more specific plan for regulating the use and recycling of these wastes.

EPA is anxious to obtain public comment on this approach. We specifically invite comments on the following questions:

1. Are there other hazardous wastes, particularly wastes listed in Subpart D, that should be placed on the above lists and given priority?

2. Are the above-listed wastes used or recycled in other ways that require regulation? If so, what types of regulatory controls would be appropriate?

3. Is there any reason not to prohibit the land disposal of spent solvents listed in Subpart D and require that they be reclaimed or destroyed? Is it necessary to manifest these wastes to assure that they are delivered to reclamation or treatment facilities? Can such facilities be effectively regulated by rule—*i.e.*, without individual permits?

4. Can the radiation hazards posed by radioactive mining wastes and phosphate mining and processing wastes be adequately controlled by (a) prohibiting the use of these wastes in residential construction and (b) imposing a few simple requirements on the use of these wastes as fill for land where habitable structures might be built?

5. Can facilities which burn waste oil as a fuel or reclaim or refine waste oil be adequately regulated by rule—*i.e.*, without individual permits? Is there any reason not to prohibit the use of waste oil for road oiling, dust suppression and other land (and water) applications?

6. Should full Subtitle C standards be applied to the use, re-use, recycling and reclamation of residues from the production of chlorinated hydrocarbons? From the production of other organic chemicals? If not, for what residues and uses should special standards be applied and what should those standards be?

7. Should full Subtitle C standards be applied to the regeneration of activated carbon? If not, what standards should be applied?

8. Can sites where waste treatment sludges are used as fertilizers, as soil conditioners or in other land applications be effectively regulated by rule—*i.e.*, without individual permits?

In each of the foregoing areas of inquiry, EPA would appreciate the submission of any relevant facts and data. Unsubstantiated opinions are generally not very helpful to us in coming to grips with these types of issues. On the other hand, information on the quantity of waste which is used

or recycled, management practices, environmental emissions that attend use or recycling, health and environmental effects resulting from use and recycling and other specific data are very useful.

We also invite commenters to submit specific proposed standards or suggestions for how standards might be developed. For example, where wastes might be burned as a supplemental fuel in industrial boilers, proposals on fuel ratios, burning temperatures, emission control requirements and residue disposal requirements would be useful. Obviously, the more specific and constructive the suggestions, the more helpful they will be in our rulemaking.

C. Section 261.3 (Definition of Hazardous Waste)

This section is a new provision which does not have a direct counterpart in the proposed regulations. It has been added for purposes of clarification and in response to questions raised during the comment period concerning waste mixtures and when hazardous wastes become subject to and cease to be subject to the Subtitle C hazardous waste management system.

If a material is a hazardous waste within the meaning of this section it must be managed in accordance with EPA's Part 262 through 265 standards and its Part 122 through 124 permitting requirements unless covered by one of the exclusions in those regulations or one of the Part 261 special management provisions (§§ 261.5 and 261.6).

1. *What is a Hazardous Waste?* Paragraph (a) of this section defines what a hazardous waste is. It provides that a solid waste is a hazardous waste if it is not excluded under § 261.4(b) and it either (1) is listed as a hazardous waste in Subpart D, (2) is a waste mixture containing one or more hazardous wastes listed in Subpart D or (3) exhibits one or more characteristics of hazardous waste identified in Subpart C. A listed waste or a solid waste mixture containing a listed waste which is generated by a particular facility may be excluded under the rulemaking procedures prescribed in §§ 260.20 and 260.22 (see section VIII.C., below). In that event, it will be considered a hazardous waste only if it exhibits one or more of the characteristics.

Except for waste mixtures, all these provisions were contained in EPA's December 18, 1978 proposal (*see* §§ 250.10 (b) and (d)(2), 250.13 and 250.14). The waste mixtures provision is a clarification which has been added in response to inquiries about whether mixtures of hazardous and nonhazardous wastes would be subject to Subtitle C requirements. This is a very real issue in real-world waste management, since many hazardous wastes are mixed with non-hazardous wastes or other hazardous wastes during storage, treatment, or disposal.

Although it was not expressly stated in the proposed regulation, EPA intended waste mixtures containing listed hazardous wastes to be considered a hazardous waste and managed accordingly. Without such a rule, generators could evade Subtitle C requirements simply by commingling listed wastes with nonhazardous solid waste. Most of these waste mixtures would not be caught by the Subpart C characteristics because they would contain wastes which were listed for reasons other than that they exhibit the characteristics (*e.g.*, they contain carcinogens, mutagens or toxic organic materials). Obviously, this would leave a major loophole in the Subtitle C management system and create inconsistencies in how wastes must be managed under that system.

EPA recognizes that designating all waste mixtures containing listed wastes as hazardous wastes under Subtitle C may create some inequities. For example, this approach may result in some waste mixtures which contain only very small amounts of listed hazardous wastes or which commingle waste in a way which renders them nonhazardous (*e.g.*, neutralization) having to be managed under Subtitle C. We have tried to address this problem by establishing provisions for amending this paragraph to exclude waste mixtures produced by individual facilities, if they can show that the mixture (or each constituent listed hazardous waste) is not hazardous, based on the criteria for which the consistuent hazardous wastes were listed. Because this is a rulemaking procedure, it will, as a practical matter, only be useful for facilities which routinely mix wastes in relatively constant proportions. With a regulated community potentially numbering in the hundreds of thousands, we simply do not have the resources to process petitions for exempting "one-shot" waste mixtures. Moreover, in most of these one-time cases, it seems likely that the burden of having to manage a waste mixture as a hazardous waste could be easily avoided by carefully segregating hazardous and non-hazardous waste.

We know of no other effective regulatory mechanism for dealing with waste mixtures containing listed hazardous wastes. Because the potential combinations of listed wastes and other wastes are infinite, we have been unable to devise any workable, broadly applicable formula which would distinguish between those waste mixtures which are and are not hazardous. If any members of the public have suggestions for other approaches, we would appreciate having them brought to our attention for future rulemaking.

Waste mixtures containing only wastes which meet the characteristics are treated just like any other solid waste *i.e.*, they will be considered hazardous only if they exhibit the characteristics. EPA recognizes that this may not be an altogether satisfactory regulatory approach. While it would no doubt encourage some desirable mixing of wastes, it would also allow some wastes (principally wastes caught by EPA's extraction procedure) to escape regulation merely by being mixed with other wastes or other materials. We know of no solution to this problem which does not create major inconsistencies in the way wastes are determined to be hazardous under Subpart C of this regulation. Again, if the public has suggestions for other ways of dealing with this issue, we would like to receive them.

2. *When Does a Waste Become a Hazardous Waste?* Paragraph (b) provides three simple rules for determining when a solid waste becomes a hazardous waste and therefore must be managed under Subtitle C. It has been provided in response to comment requesting clarification on this issue.

Paragraph (b) states that a solid waste which is a hazardous waste because it is listed in Subpart D must begin to be managed as a hazardous waste when it first meets the Subpart D listing description. Most of the hazardous wastes listed in §§ 261.31 and 261.32 of Subpart D are process residues, emission control dusts, or wastewater treatment sludges, and the point in time when they are created is generally well-defined. For those used materials which are listed as hazardous wastes in those sections or § 261.33 (*e.g.*, spent solvents), the point at which they meet the listing description is somewhat less well-defined, but generally occurs when their intended use has ceased, and they begin to be accumulated or stored for disposal, re-use or reclamation.

In the case of a waste mixture containing a listed hazardous waste, paragraph (b) requires that the waste mixture be managed as a hazardous waste as soon as the listed waste is added to it. The listed waste, of course, must be handled as a hazardous waste prior to that time.

Finally, paragraph (b) provides that a solid waste is a hazardous waste

whenever it exhibits one or more of the characteristics. As a practical matter, this means that persons handling solid wastes must determine whether they meet the characteristics whenever the management of the solid wastes would potentially be subject to EPA's Part 262 through 265 regulations.

The following examples illustrate how this provision would operate in practice:

- The ABC Company stores waste acid on-site in containers prior to transport off-site for disposal. The company must determine whether the acid meets Subpart C characteristics when it is poured into the containers.
- The DEF Company pipes waste acid into a tank, where it is neutralized by adding lime. The company must determine whether the acid meets Subpart C characteristics when it enters the neutralization tank. The neutralization operation is a treatment process.
- The GHI Company pipes waste acid into a tank truck for transport to an off-site treatment facility. The company must determine whether the acid meets Subpart C characteristics when it enters the tank truck.
- The JKL Company produces a wastewater which is piped into a surface impoundment, for the purposes of treatment prior to point-source discharge into surface waters. During treatment a sludge forms. This sludge is periodically dredged from the impoundment and disposed of. The company must determine (1) whether the wastewater meets Subpart C characteristics when it enters the impoundment and (2) whether the sludge meets Subpart C characteristics when it begins to accumulate on the bottom of the impoundment.

In drafting paragraph (b), EPA has attempted to cover the most common types of waste generation and management scenarios. The Agency recognizes, however, that some companies may generate and handle wastes in ways not contemplated by EPA and for which a strict application of paragraph (b) would make no sense. We would appreciate having those instances brought to our attention so that we can decide whether additional rulemaking or issuing guidance is appropriate for dealing with these situations.

3. When Does a Hazardous Waste Cease to be a Hazardous Waste?

Paragraphs (c) and (d) of this section explain when a hazardous waste ceases to be a hazardous waste and therefore is no longer subject to Subtitle C requirements. These are new provisions which have been added both in response to comment and as a logical outgrowth of paragraph (b).

Paragraph (c) provides that a hazardous waste remains a hazardous waste unless and until (1) it does not exhibit any of the characteristics identified in Subpart C and (2) where the waste is listed in Subpart D (or is a mixture containing a waste listed in Subpart D), the waste (or each of its constitutent listed wastes) is also excluded from paragraph (c) under the rulemaking procedures outlined in §§ 260.20 and 260.22. As a practical matter, this means that facilities which store, dispose of or treat hazardous waste must be considered hazardous waste management facilities for as long as they continue to contain hazardous waste and that any wastes removed from such facilities—including spills, discharges or leaks—must be managed as hazardous wastes.

EPA believes this is a very reasonable and rational rule. Wastes are typically stored for relatively short periods of time. Although solids in the waste may settle and the volume of the waste may be reduced by evaporation during this period, major chemical or biological changes affecting the hazardous character of the waste are unlikely to occur. Hazardous wastes which are disposed of in a landfill are more likely to undergo change (principally through leaching and anaerobic degradation), but only very slowly and over a long period of time.

Hazardous wastes placed in treatment facilities (including incinerators, surface impoundments and land treatment facilities) will, by definition, change character. However, treatment does not necessarily "render [a] waste nonhazardous" (Section 1004(34)). It may only make it "amenable for recovery, amenable for storage or reduced in volume"; or it may only eliminate one of several hazardous properties. Moreover, even in those cases where treatment does ultimately render a waste "nonhazardous", the waste will generally have been hazardous during part or all of the treatment process.

Paragraph (c) establishes a similar rule with respect to solid wastes generated by storage, disposal and treatment—including leachate and treatment residues such as sludges and incinerator ash. Here, too, it is reasonable to assume that these wastes, which are derived from hazardous wastes, are themselves hazardous.

Leachate is produced by the percolation of liquid through wastes; it typically contains solubilized heavy metals and organic materials and is virtually always highly toxic. Treatment residues, by definition, contain waste constituents which were removed during treatment or which were not completely destroyed by treatment. Sludges from wastewater treatment typically contain concentrated amounts of the toxic substances which were in the wastewater. Ash from the incineration of hazardous wastes often contains heavy metals and, if combustion is not complete, undestroyed toxic organic materials.

This is the best regulatory approach we can devise at this time for dealing with solid wastes generated by hazardous waste management facilities. We are not now in a position to prescribe waste-specific treatment standards which would identify those processes which do and do not render wastes or treatment residues nonhazardous. To list treatment residues on case-by-case basis would be an enormous job, and one which we think, given the reasons outlined above, is unnecessary.

This approach obviously is not without deficiencies. For example, one effect of treating wastes containing synthetic organic materials may be to create new hazardous constituents in the waste or treatment residue. This regulation obviously does not deal with those new constituents. It also does not cover run-off from hazardous waste facilities on the theory that the water in precipitation run-off in many cases may not have had sufficient contact with the waste to solubilize waste constituents. (Of course if collected, run-off would be a solid waste and, if it exhibited any of the characteristics, would have to be managed as a hazardous waste). For purposes of future rulemaking, we would be interested in any suggestions the public has for dealing with these issues.

D. Section 261.4 (Exclusions)

EPA's proposed Section 3001 regulations identified a number of wastes which would not be subject to Subtitle C requirements because they were either excluded from the statutory definition of solid waste (§ 250.11(a)(7)), not intended by Congress to be regulated under Subtitle C (§ 250.10(d)(2)(i) and (ii)), or subject to regulation under other EPA statutes (§ 250.10(d)(2)(iii)).

EPA received a number of comments on these proposed exclusions. Some commenters simply urged EPA to clarify which wastes were covered by each of the exclusions. Others challenged EPA's justification for some of its proposed exclusions. Still others contended that additional wastes should be exempted from regulation based on legislative history or an alleged lack of demonstrated harm to human health or the environment.

The exclusions contained in § 261.4 are based on interpretations of the statutory definition of "solid waste" and on those parts of RCRA's legislative history which indicate a Congressional intent that certain waste streams should not be regulated. Some commenters suggested that certain waste streams would never be hazardous and therefore should be excluded from these regulations. Those commenters did not, however, provide sufficient information on which EPA could base such sweeping determinations. Generators of solid wastes that are not hazardous may determine that their wastes are non-hazardous under these regulations. As these regulations are implemented more information will be developed about specific waste streams. EPA will then be in a better position to make categorical judgments about the lack of risk presented by certain wastes. At this time, however, EPA has limited the exclusions in § 261.4 to those which are based on expressed Congressional intent.

The following is a discussion of the specific exclusions contained in § 261.4:

1. *Domestic Sewage.* In defining "solid waste" Section 1004(27) specifically excludes "solid or dissolved material in domestic sewage." The proposed regulation did not specifically define "domestic sewage", but did contain provisions that were based on an interpretation of that term. Section 250.40(c)(3) of the proposed regulation exempted owners and operators of POTW's from all portions of the Section 3004 standards except those involving the manifest system, recordkeeping and reporting with respect to hazardous wastes received by truck or rail. As described in the preamble to the proposed regulation, that decision was based on the idea that the mixing of a hazardous waste with domestic sewage made the entire mixture a domestic sewage excluded under Section 1004(27).

Commenters raised several objections to this approach. First, commenters argued that the only basis for an exclusion under Section 3004 is one based on health or environmental risk rather than public ownership. Second, commenters argued that some POTW's will handle significant quantities of hazardous waste and that such facilities present the same environmental risks as private facilities that treat, store or dispose of hazardous waste. Third, some commenters merely argued that if POTW's are excluded because they handle a significant portion of domestic sewage, other private parties that handle wastes of a similar mix should be excluded also. Fourth, a commenter said that the proposed regulation did not clearly indicate whether a POTW could ever be subject to Subtitle C jurisdiction if it only treated industrial waste.

The term "domestic sewage" generally denotes sanitary wastes that pass through a sewer system. A waste stream comprised entirely of sanitary waste, that passes through a sewer system is "domestic sewage" under any reasonable interpretation of the statutory exemption. This exemption applies regardless of whether the sewer system or the treatment works to which it connects is publicly or privately owned.

A more difficult question is presented when pure sanitary wastes are mixed with other types of wastes in a sewer system. The issue of whether such mixed waste streams are within RCRA's jurisdiction has broad implications and thus it is necessary to carefully consider the Congressional purpose behind the exemption.

The legislative history of RCRA does not specifically address the exemption because it was a carry-over from the Solid Waste Disposal Act, which RCRA amended. The "domestic sewage" exemption first appeared in the definition of "solid waste" found in the Solid Waste Disposal Act of 1965. The legislative history of that act indicates that the exemption was based on a recommendation, made to the Congress by the Administration, that "organic solids in untreated domestic sewage" be excluded from coverage because such wastes were already subject to controls under the Federal Water Pollution Control Act (FWPCA). At that time, the portion of the FWPCA that addressed "untreated sewage" was the Federal construction grant program, which gave money to States and municipalities to construct treatment works and to study combined sewer systems.

This legislative history suggests a Congressional intent that the scope of the "domestic sewage" exemption must depend, in part, on the capacity of the Agency's construction grants program to address the environmental problems arising from any exempted waste streams. At the time the exemption was enacted, and under the present Clean Water Act, the Agency has grant programs that assist states and localities in the treatment of sanitary sewage by POTW's.

EPA believes that the Congressional policy reflected in the legislative history of the "domestic sewage" exemption should guide the Agency in its regulation of mixtures of sanitary waste with other waste streams. Mixed waste streams that pass through sewer systems to publicly-owned treatment works (POTW's) will be subject to controls under the Clean Water Act. The Agency's construction grants program provides financial assistance for the proper treatment of these wastes. In addition the Agency's pretreatment program provides a basis for EPA and the local communities to insure that users of sewer and treatment systems do not dump wastes into the system that will present environmental problems. Under these circumstances EPA believes that it is appropriate to include within the "domestic sewage" exemption mixtures of sanitary wastes and other wastes that pass to POTW's. Since the treatment of sewage by privately-owned treatment works is not similarly controlled through the Agency's construction grant and pretreatment program, the exemption would not be available for mixed waste streams going to such treatment works.

The "domestic sewage" exemption is only applicable to non-domestic wastes that *mix* with sanitary wastes in a sewer system leading to a POTW. An industrial waste stream that never mixes with sanitary wastes in the sewer prior to treatment or storage does not fall within the exemption, regardless of the public or private ownership of the treatment works. Defining the point at which "mixture" occurs may seem to be a relatively straightforward task. Practical problems arise, however, in defining the point at which mixture of sanitary and other wastes occurs in a complex sewer system. Moreover it is particularly difficult to define this point for regulatory purposes in such a way that all parties understand when RCRA obligations begin and end.

EPA has, therefore, decided that a waste falls within the domestic sewage exemption when it first enters a sewer system that will mix it with sanitary wastes prior to storage or treatment by a POTW. EPA recognizes that this interpretation brings various wastes within the exemption before they are actually mixed with sanitary wastes. In light of the fact that the wastes will be mixed prior to treatment and that the mixture will be properly treated by the POTW, EPA believes that the need for administrative clarity in this otherwise complicated regulatory program warrants such an approach.

In response to the comments on the exclusion of POTW's from Section 3004 standards, EPA has changed these regulations to make clear that the statutory exemption is one for "domestic sewage" rather than POTW's. Facilities receiving waste streams that are exclusively made up of sanitary wastes will not be subject to these regulations

regardless of the public or private ownership of the facility. Likewise a POTW receiving industrial wastes that do not mix with sanitary wastes prior to treatment would be handling a solid waste subject to these regulations.

The exclusion of domestic sewage and mixtures that pass through sewer systems to POTW's is based on Congressional intent, not an Agency determination about the relative health and environmental risks presented by such waste streams. The Agency acknowledges that some mixtures of domestic sewage with other wastes may present environmental risks and that some non-domestic wastes may have properties similar to these of exempted domestic wastes. In response EPA can only assume that such factors were not determinative in the Congress' creation of the exclusion.

The proposed regulation did not contain a specific definition of domestic sewage. EPA believes that the definition of domestic sewage, and the provision relating to mixtures of wastes with domestic sewage, contained in these regulations is a reasonable interpretation of RCRA's statutory language and legislative history. The Agency has decided, however, to promulgate this part of the regulation as interim final in order to gain the benefit of public comment on the concepts involved. The Agency considered several options for defining domestic sewage and classifying mixtures of such sewage with other wastes. Those options included:

(1) Defining "domestic sewage" to include all wastes mixed with sanitary wastes;

(2) Limiting the exemption to only sanitary wastes, treating any mixture of sanitary wastes and other wastes as solid wastes;

(3) Defining "domestic sewage" as any waste made up primarily (i.e. more than 50% by volume) of sanitary waste streams; and

(4) Linking the exemption for mixtures to those that flowed into a "publicly-serving" or "constructed-to-serve-the-public" treatment works, rather than POTW's.

The Agency is interested in comments on these options and the selected approach, as well as any other suggested interpretations of the provision. Commenters should recognize that the Agency's selected approach is based on an interpretation of Congressional intent. The Agency is interested generally in comments about the impact of this approach on regulated parties, but it particularly seeks comment on how such effects relate to the Congressional purpose of the exemption expressed in RCRA's legislative history.

These regulations, then, define domestic sewage as untreated sanitary wastes that pass through a sewer system. Such wastes are excluded from regulation as solid wastes under these regulations. In addition mixtures of wastes with domestic sewage that pass through a sewer system to a publicly-owned treatment works for treatment are also excluded from regulation as solid wastes.

2. *Industrial Point Source Discharges.* The statutory definition of "solid waste" in Section 1004(27) of RCRA excludes "solid or dissolved materials in . . . industrial discharges which are point sources subject to permits under Section 402 of the Federal Water Pollution Control Act". In its proposed regulations, EPA construed this phrase to include only actual discharges into navigable waters, not industrial wastewaters upstream from the point of discharge. The effect of this interpretation was to require surface impoundments, tanks, lagoons, holding ponds and other facilities used to treat or store hazardous industrial wastewater to meet Section 3004 standards and to obtain a Section 3005 permit. *See* 43 FR 58993 and proposed §§ 250.45–3 and 250.45–4.

The application of Subtitle C requirements to wastewater treatment impoundments was one of the most controversial aspects of EPA's proposed hazardous waste regulations. Most of commenters' objections to EPA's proposal as they pertain to Section 3004 interim status requirements are discussed in the preamble to the Section 3004 regulations published elsewhere in today's **Federal Register.** The only one addressed here is commenters' argument that the "industrial discharge" exclusion in Section 1004(27) refers to the entire wastewater stream, not simply the point source discharge, and that EPA therefore has no authority under RCRA to regulate industrial wastewater holding or treatment facilities.

This contention is not supported by either the plain language of the statute or its legislative history. The obvious purpose of the industrial point source discharge exclusion in Section 1004(27) was to avoid duplicative regulation of point source discharges under RCRA and the Clean Water Act. Without such a provision, the discharge of wastewater into navigable waters would be "disposal" of solid waste, and potentially subject to regulation under both the Clean Water Act and Subtitle C. These considerations do not apply to industrial wastewaters prior to discharge since most of the environmental hazards posed by wastewaters in treatment and holding facilities—primarily groundwater contamination—cannot be controlled under the Clean Water Act or other EPA statutes.

Had Congress intended to exempt industrial wastewaters in storage and treatment facilities from all RCRA requirements, it seems unlikely that the House Report on RCRA would have cited, as justification for the development of a national hazardous waste management program, numerous damage incidents which appear to have involved leakage or overflow from industrial wastewater impoundments. *See, e.g.,* H.R. Rep. at 21. Nor would Congress have used the term "discharge" in Section 1004(27). This is a term of art under the Clean Water Act (Section 504(12)) and refers only to the "addition of any pollutant to navigable waters", not to industrial wastewaters prior to and during treatment.

Since the comment period closed on EPA's regulations, both Houses of Congress have passed amendments to RCRA which are designed to provide EPA with more flexibility under Subtitle C in setting standards for and issuing permits to existing facilities which treat or store hazardous wastewater. *See* Section 3(a)(2) of H.R. 3994 and Section 7 of S. 1156. *See also* S. Rep. No. 96–172, 96th Cong., 1st Sess. 3 (1979); Cong. Rec. S6819, June 4, 1979 (daily ed.,); Cong. Rec. H1094–1096, February 20, 1980 (daily ed.). These proposed amendments and the accompanying legislative history should lay to rest any question of whether Congress intended industrial wastewaters in holding or treatment facilities to be regulated as "solid waste" under RCRA.

3. *Other Statutory Exclusions.* The definition of "solid waste" in Section 1004(27) excludes two other classes of wastes. "Solid or dissolved materials in irrigation return flows" and "source, special nuclear, or byproduct material as defined by the Atomic Energy Act of 1954" are not "solid waste" under RCRA.

In § 250.40(e) of the proposed regulation these two categories of wastes were excluded from regulation under Section 3004. No substantial comment was received on these exclusions. In these final regulations under Section 3001, the Agency has specifically excluded these materials from regulation as solid waste in accord with the statutory definition of "solid waste."

4. *Household Wastes.* Under § 250.20(c)(4) of the proposed regulation, a person or Federal agency who

generated only household refuse or household septic tank pumpings was excluded from regulation as a generator of hazardous waste. "Household refuse" was defined as trash or rubbish ordinarily produced by a family at their home. This exclusion, which also was available to apartment houses, condominiums and hotels, was based on the legislative history of RCRA.

The few commenters that addressed this provision made two general points. First they said that the "ordinarily produced" portion of the proposed "household refuse" definition might not include certain materials such as medicinal drugs and ointments, household cleaning agents and solvents, waste oils, paints and pesticides that might be purchased at a grocery, drug or hardware store. Second, a commenter pointed out that a Federal agency could not, by definition, produce household wastes.

The Agency has retained the general concept contained in proposed § 250.20(c)(4) in these regulations. The provision is stated, however, as an exclusion of a waste stream—namely "household wastes"—rather than as an exclusion of a class of generators. This change is more in accord with legislative intent. The exclusion is based on language in the Senate Report which states:

> (The hazardous waste program) is not to be used to control the disposal of substances used in households or to extend control over general municipal wastes based on the presence of such substances.
>
> (S. Rep. No. 94–988, 94th Cong., 2nd Sess., at 16.)

This indicates Congressional intent to exclude *waste streams* generated by consumers at the household level. Since the wastes generated at hotels and motels are essentially the same as those generated by consumers in their households, EPA believes that such wastes should be within the exclusion.

The Senate language makes it clear that household waste does not lose the exclusion simply because it has been collected. Since household waste is excluded in all phases of its management, residues remaining after treatment (e.g. incineration, thermal treatment) are not subject to regulation as hazardous waste. Such wastes, however, must be transported, stored, treated and disposed in accord with applicable State and federal requirements concerning management of solid waste (including any requirements specified in regulations under Subtitle D of RCRA.)

When household waste is mixed with other hazardous wastes, however, the mixture will be deemed hazardous in accord with § 261.3(a)(2)(ii) of these regulations except when they are mixed with hazardous wastes produced by small quantity generators (see § 261.5). While household waste may not be hazardous per se, it is like any other solid waste. Thus a mixture of household and hazardous (except those just noted) wastes is also regulated as a hazardous waste under these regulations.

Because of comments on this matter, the relationship of this exclusion to refuse-derived fuel (RDF) should also be explained. RDF is a processed material (usually shredded) that is produced from solid waste and used as a fuel. RDF production usually involves the extraction of inorganic components from the waste leaving the combustible organic component for its fuel value. In the same sense that residue from the treatment of household wastes is not subject to regulation as a hazardous waste, as discussed above, neither is RDF subject to such regulation. Moreover, RDF is not a "solid waste" under § 261.2 because it is not an "other discarded material;" it is or is not intended to be discarded (§ 261.2(b)(1)), it is not a material that has served its original intended purpose (§ 261.2(b)(2)) and it is not a manufacturing or mining by-product (§ 261.2(b)(3)).

EPA agrees with those commenters who suggested that Federal agencies cannot qualify as households. Therefore wastes generated by such agencies are not within the household waste exclusion. In addition EPA believes that medicinal drugs and ointments, household cleaning agents and solvents, waste oils, paints and pesticides purchased at grocery, drug or hardware stores may be disposed of as part of a consumer's household wastes. If a household disposes of such wastes, the wastes may be subject to the household waste exclusion.

Septic tank pumpings were included in the exclusion contained in § 250.20(c)(4) of the proposed regulation. After further examination of this provision, EPA has concluded that such pumpings should be excluded from regulation as hazardous wastes to the extent that they constitute household waste. Households often use septic tanks to dispose of a portion of their wastes. As with all household wastes, these sanitary wastes in household septic tanks are excluded from regulation as a hazardous waste in all phases of their management. Thus septic tank pumpings drawn from household septic tanks are not regulated as hazardous wastes under these regulations. Any wastes drawn from non-household septic tanks are regulated like any other solid waste under these regulations.

5. *Agricultural Wastes.* Under § 250.10(d)(2)(i) of the proposed regulation, agricultural wastes (including manures and crop residues) which are returned to the soil as fertilizers or soil conditioners were excluded from regulation as hazardous waste. The exclusion was based on the legislative history of RCRA which specifically calls for such an exclusion. See H. Rep. No. 94–1491, 94th Cong. 2nd Sess. 2 (1976). Commenters generally accepted this exclusion, and EPA has decided to retain it because the need for such an exclusion is so clearly identified in RCRA's legislative history.

Some commenters asked the Agency, however, to go beyond the specific language of the legislative history and expand the exclusion to include silvicultural wastes. They argued that the foliage and branches left in the forest after trees have been cut are not hazardous and that such wastes help to enrich the soil and control erosion. EPA has decided not to provide a specific exclusion for such wastes because there is no indication in the legislative history of RCRA that the Congress meant to include silvicultural wastes in the exclusion otherwise applicable to agricultural wastes. Moreover EPA has no basis to make a general determination that all silvicultural wastes will not pose environmental problems if mismanaged.

In response to the specific comment about tree branches, it must be recognized that the obligation placed on generators of solid waste is to determine whether their waste is hazardous. Tree branches are not listed as hazardous wastes. Therefore, the only obligation placed on a timber operation is to determine whether its wastes exhibit hazardous characteristics. EPA expects that, in the case of tree branches that are not hazardous, it will be a relatively easy task for the generator to determine that his waste is not hazardous.

6. *Mining Waste.* Section 250.10(d)(2)(ii) of the proposed regulation excluded overburden intended for return to the mine site from regulation under Subtitle C unless such overburden had been specifically listed as a hazardous waste. This exemption was based on the legislative history of RCRA.

Generally commenters accepted this exemption but sought a clearer specification of what wastes fall within the exclusion. Thus commenters sought a definition of both "overburden" and "mine site." Commenters also sought a

clearer interpretation of the time within which the "*return* to the mine site" would have to occur. Finally, several commenters objected to that portion of the proposed regulation which allowed EPA to list and regulate specific overburden materials otherwise covered by the exclusion. EPA had invoked this provision when listing uranium mining overburden and waste rock and phosphate mining overburden in the proposed regulation. These same commenters had also objected to the proposed listing of such wastes.

After review of the comments and further analysis, EPA has decided to retain an exemption for "mining overburden returned to the mine site", defining it as "any material overlying an economic mineral deposit which is removed to gain access to that deposit and is then used for reclamation of a surface mine."

In enacting RCRA, the Congress specifically included mining wastes within the Section 1004(27) definition of "solid waste." Therefore unless the statute or legislative history clearly indicate that mining wastes are to be exempt the presumption is that they are to be regulated like any other solid or hazardous waste. Portions of RCRA's legislative history in both the Senate and House of Representatives suggest, however, that certain kinds of mining overburden are not within the Act's jurisdiction. In discussing RCRA's scope the House Report states:

> [O]verburden resulting from mining operations and intended for return to the mine site is not considered to be discarded material within the meaning of this legislation. This however does not preclude any finding by the Administrator that specific mine wastes are hazardous within the scope of this legislation.

In the Senate this issue was discussed during the floor debate when Senator Domenici asked about the effect of RCRA on mining operations, particularly strip mining. As part of his response Senator Randolph stated:

> The measure would not affect surface mining activities. Reclamation is not solid waste disposal.

Reclamation of surface mines will commonly involve the return to the mine site of waste overburden that has been removed to gain access to the ore deposit. Since it is assumed that both the Senate and House had similar objectives in passing RCRA, the "returned to the mine site" language in the House Report must be read in light of the Senate's concern that mining wastes used to reclaim surface mines should not be subject to RCRA. EPA believes, therefore, that the most reasonable interpretation of the "return to the mine site" phrase is one that limits the exemption to mining waste used to reclaim surface mines.

Commenters suggested that EPA define overburden as any material removed to gain access to the "economic mineral" or the "mineral being mined for use." While both terms basically convey the same meaning, EPA has decided to use "economic mineral" because it may have a clearer meaning to mining operators. The intent of the term is to identify the material that the mining operator is in the business to extract from the ground.

In keeping with the Congressional intent that this exclusion is designed for overburden used to reclaim surface mines, the definition is limited to overburden "overlying" a mineral deposit. The Department of the Interior makes a similar distinction in the definition of overburden in its regulations under the Surface Mining Control Act. EPA does not intend this definition of overburden to be limited exclusively to the material located directly above a mineral deposit. Some material is removed from the sides of a mining pit to permit safe access to the economic mineral, and such material should be treated as overburden. EPA urges the public to provide suggestions about how the definition may be refined if there appears to be any confusion about the meaining of "overlying" in this context.

Overburden material must be "returned to the mine site" before it is excluded from regulation under RCRA. As indicated earlier, the purpose of the exemption is to assure that mining wastes used to reclaim surface mines are not subject to regulation as solid or hazardous waste. EPA recognizes that reclamation does not necessarily involve replacement of overburden into the portion of the ground from which it was taken. EPA also recognizes that surface mining reclamation may be subject to State or Federal regulation, making it difficulut to provide a national definition of what constitutes reclamation. In particular it is difficult to provide a general definition of "mine site" that will fit with the various State and federal requirements for reclamation.

EPA has decided, therefore, not to define what is meant by reclamation of a surface mine. Several commenters indicated that most reclamation activities are subject to State or Federal regulation. EPA expects that any permits or reclamation plans developed to satisfy such regulatory agencies will specify the reclaimed area, and these actions should provide an acceptable and understandable specification of the "mine site" as that term is used in this definition. EPA contemplated limiting the exemption to reclamation that was approved by State or Federal agencies. While such a requirement is not part of this regulation, EPA is considering whether such a requirement should be part of the final definition. EPA seeks public comment on such a modification and is particularly interested to discover the extent to which environmentally sound reclamation activity occurs in the absence of Federal and State regulation.

This approach addresses two specific suggestions made in comments. First it clarifies the time component of the "returned to the mine site" concept because it ties the exemption to reclamation activity. Particularly where the mining operation is subject to State or Federal regulation, it should be reasonably clear what portion of the mine's overburden will be used over what period of time to implement a reclamation plan. Second, as indicated above, it eliminates the need for a specific definition of mine site. In any case, EPA does not believe, as one commenter suggested, that the definition of "mine" used in the Agency's Effluent Limitations Guidelines for the Ore Mining and Dressing Point Source Category (under the Clean Water Act) is appropriate for this definition. The CWA definition is designed to identify a full range of mining and associated activities that should be regulated because they generate pollutants which may potentially discharge into navigable waters. The RCRA definition of "mine site" is to identify a reclaimed area that may receive a waste material which will thereby be excluded from environmental regulation under RCRA.

Finally the Agency has eliminated the part of the proposed exemption that would allow exempted overburden to be brought within RCRA jurisdiction through specific listing as a hazardous waste. (EPA believes, however, that uranium mining overburden and phosphate mining overburden will be brought back under Subtitle C jurisdiction, as discussed below.) The only overburden exempted is that which is used for reclamation purposes. EPA expects that the State and Federal agencies that regulate such reclamation will consider the overburden's potential to adversely affect public health and the environment.

EPA believes strongly that portions of the overburden from uranium and phospate mining should be regulated under Subtitle C with respect to their potential emissions of radon gas and gamma radiation. The Agency

recognizes that this is an issue currently before the Congress in amendments to RCRA. One such amendment would provide specific authority for EPA to regulate these overburdens. If this amendment is enacted, the "overburden returned to the mine site" exclusion will be modified accordingly.

Commenters also questioned the application of the Subtitle C system to in-situ mining wastes. In-situ mining of oil shale, uranium and other minerals may involve the placement of certain solvent solutions directly to a mineral deposit in the ground. This solvent passes through the earth, solubilizing the economic mineral as it goes. The mineral and solvent mixture leaches down to underground extraction wells which remove the solution.

EPA does not believe that the soil through which these solvent solutions pass is a waste to be regulated under RCRA for two reasons. First the removal of materials from their natural state does not transform all remaining elements of that environment into a waste material. For example, picking an apple from a tree does not transform the tree into a solid waste. Likewise the removal of minerals from the land does not make the earth a solid waste.

Second, the soil from which minerals are extracted by in-situ mining does not need to be managed as solid wastes. As indicated in *United States Brewers' Association, Inc.* v. *EPA, supra.*, the definition of "solid waste" under RCRA must be read in conjunction with Section 1004(28), the definition of "solid waste management," which sets forth the broad set of activities that RCRA is to regulate. None of the management activities identified in Section 1004(28), including "disposal," are relevant to in-place materials located hundreds, even thousands of feet below the ground. Only when these materials are actually removed from the ground can it be reasonable to establish regulations governing the management of those materials. Accordingly in-situ mining wastes, not removed from the ground, are not regulated as solid wastes under these regulations.

A final issue raised in the public comments concerns the relationship between these regulations and the study of mining wastes required under Section 8002(f) of RCRA. Commenters argued that all mining wastes should be excluded from coverage under RCRA regulatory programs (including Subtitle C) pending the outcome of that study.

While the study will certainly assist the Agency in refining these regulations to address the particular environmental problems presented by mining wastes, the Agency does not believe that mining wastes should be excluded from regulation, any more than any other solid or hazardous waste, until the study is completed. RCRA certainly does not require such a deferral. The fact that the Congress may have perceived a need for further information about mining wastes does not raise the implication that RCRA's regulatory programs should not address the environmental problems presented by such wastes. The definition of "solid waste" in Section 1004(27) specifically includes wastes from mining operations and no other statutory provision otherwise links EPA's jurisdiction over such wastes to completion of the study under Section 8002(f).

It is important to note that pending amendments to RCRA may provide for deferral of regulation of certain mining wastes until completion of the mining waste study. Clearly that indicates a Congressional belief that any deferral of regulation pending the outcome of the study was not contained in RCRA as originally enacted. Certainly if the legislative amendment is passed EPA will modify these regulations accordingly. The Agency has not, however, created such a deferral in anticipation of such an amendment because the amendment is contained in the bill of only one house. Thus the Agency cannot be certain that such an amendment will be part of the final legislation.

7. *Sewage Sludge.* Unlike the proposed regulation this regulation does not exclude from regulation under Subtitle C sewage sludge from publicly-owned treatment works (POTW's). Several commenters objected to the exclusion contained in the proposed regulation, arguing that it was inconsistent to exclude sewage sludge from POTW's and not exclude sewage sludge from privately-owned systems. They urged EPA to exclude sewage sludge from such private systems. Other commenters urged EPA to exclude wastewater treatment sludges from certain industries such as the meat packing and food processing industries because these sludges are very similar to domestic sewage sludge.

Finally, other commenters objected to the proposed exclusion of sewage sludge from POTW's and urged that this exclusion be dropped. They claimed that POTW sludge often is very contaminated and thereby can be a hazardous waste. They urged that it not enjoy an arbitrary exclusion. EPA has thoroughly re-examined this issue in light of the comments and has decided not to exclude POTW sludge and not to add exclusions for any other types of sludge.

The regulation of sewage sludge is necessarily a complex matter because such sludges fall within the jurisdiction of several Federal environmental programs. Under Section 1004(27) of RCRA, the definition of "solid waste" specifically includes "sludge from a waste treatment plant." In defining "sludge," Section 1004(26A) includes wastes from a "*municipal* wastewater treatment plant."

Because of these very clear statutory expressions, EPA must regulate sewage sludge under RCRA—either under Subtitle D, where it has already promulgated regulations covering sewage sludge (see 44 FR 53438 *et. seq.*), or under Subtitle C where these sludges that are deemed by EPA to be hazardous wastes should be regulated.

Under Section 102 of the Marine Protection, Research and Sanctuaries Act, EPA regulates the ocean dumping of sludge, including sewage sludge. In addition EPA establishes, under Section 405 of the Clean Water Act (CWA), guidelines for the disposal and utilization of sewage sludge. Under Section 405(e), owners and operators of publicly owned treatment works (POTW's) must comply with these guidelines. Sewage sludge often contains valuable organic matter and plant nutrients, and it may be distributed to the public as a soil conditioner or fertilizer. Such distribution of sewage sludge may be regulated under the Consumer Product Safety Act (CPSA) or the Toxic Substances Control Act (TSCA), in addition to Section 405 of the CWA.

Where such overlapping jurisdiction exists, EPA seeks to integrate and coordinate its regulatory actions to the extent feasible. Such efforts give the regulated community a clear picture of its obligations and improve the administrative efficiency of the Agency, both of which advance the environmental objectives contained in EPA's various statutory authorities. Section 1006 of RCRA specifically recognizes the need to integrate the solid and hazardous waste programs with other EPA regulatory programs.

To that end EPA has decided to develop a comprehensive set of regulations to deal with sewage sludge management. Such regulations would be co-promulgated under RCRA (Subtitles C and D), the Clean Water Act, the Marine Protection, Research and Sanctuaries Act and possibly the Toxic Substances Control Act and/or the Consumer Product Safety Act. These regulations will address sewage sludge

from both private and public sources, including septic tank pumpings.

In devising such regulations the Agency will, of course, make the distinctions and classifications necessary to make the regulation comport with the goals and requirements of each statute. Under such a comprehensive regulation, sewage sludge that would otherwise meet the test for being hazardous under Subtitle C will be subject to requirements providing a level of protection to human health and the environment equivalent to that found in the Subtitle C regulations.

The Agency has issued and is developing regulations which will eventually be part of the comprehensive sewage sludge regulation. For example the Agency promulgated Criteria for the Classification of Solid Waste Disposal Facilities and Practices (44 FR 53438) on September 13, 1979. These regulations, which apply to sewage sludge, include special provisions for the land application of solid waste to food chain crops and for the prevention of disease from pathogens contained in sewage sludge and septic tank pumpings. EPA issued the Criteria under the authority of Sections 1008(a)(3) and 4004(a) of RCRA as well as Section 405(d) of the CWA. EPA has also published two technical bulletins that provide guidance on sludge management: "Municipal Sludge Management: Environmental Factors" (42 FR 57420) and "Application of Sludges and Wastewater to Agricultural Land; A Planning and Education Guide."

In addition the Agency is in the process of developing regulations on the distribution and marketing of sewage sludge which will focus on the use of such material as a soil conditioner or fertilizer. These regulations will, at a minimum, be promulgated under Section 405(d) of the CWA. The Agency is also examining whether TSCA or CPSA authorities may be used in developing these regulations.

The Agency's strategy for the development of a comprehensive sewage sludge management regulation will eventually result in the establishment of a separate regulation. Once such a regulation is in place, sewage sludge will be exempted from coverage under other sets of regulations. In particular sewage sludge that qualifies as a hazardous waste will be exempted from this Part and Parts 262 through 265 once this separate sewage sludge regulation, which will provide an equivalent level of protection, is issued in final form.

Pending promulgation of this comprehensive sewage sludge regulation, sewage sludge will not be specifically excluded from Subtitle C. Like any other solid waste, sewage sludge that exhibits any of the characteristics of hazardous waste established in this regulation must be managed as a hazardous waste.

Some commenters urged EPA to list sewage sludge as a hazardous waste, contending that it was particularly hazardous when used in the growing of food chain crops because of the potential plant uptake of cadmium, PCB's and other contaminants. The Agency has decided not to specifically list sewage sludge as a hazardous waste at this time.

It is difficult to make general determinations about the hazardousness of sewage sludge, particularly those produced by POTW's, because of the wide variations in sludge quality. The makeup of a given community's sewage sludge, for example, reflects the range of contaminants generated by the industrial and commercial activities in the area. The sludges of two POTW's will differ as much as the communities themselves.

Determinations about the hazardousness of sewage sludge must, therefore, involve the making of some distinctions between types of sludge. EPA anticipates that it may make such distinctions as part of its comprehensive sewage sludge management regulations. Thus, it is reasonable for EPA to determine whether categorical classifications of sewage sludges are appropriate as part of the Agency's effort to develop such a regulation.

In addition it should be recognized that the particular hazard identified by the commenters, namely uptake of contaminants in food-chain crops, is being addressed by existing regulations. As mentioned above, EPA has issued the Criteria for the Classification of Solid Waste Disposal Facilities and Practices under Subtitle D of RCRA, which place limits on the application of solid waste (including sewage sludge) to food-chain crops. In addition, it is developing regulations covering the distribution and marketing of sewage sludge, which often is used by consumers in gardens for growing food crops. EPA believes that these regulations address the commenter's particular concern about cadmium and PCB contamination in sludge.

E. Section 261.5 (Special Requirements for Hazardous Waste Produced by Small Quantity Generators)

1. *Introduction.* In enacting RCRA, Congress was responding to a problem of unknown magnitude and dimension. With specific reference to the generation of hazardous waste, the House Committee stated:

> One of the major problems to be addressed in the hazardous waste area is the lack of information concerning the components, volumes and sources of hazardous waste. To date there has been no survey or other wide ranging investigation of the sources of hazardous or potentially hazardous waste generation or disposal. As a result, little is known about the actual volume of hazardous waste being generated, the geographical distribution of the generators or the extent to which hazardous wastes are transported [H.R. Rep. at 26].

In the proposed regulation, EPA recognized that the principal focus of the regulatory program should be directed towards effectively controlling the hazardous waste generated by the larger sources of hazardous waste. The Agency was uncertain, however, about the most appropriate manner of regulating generators of small quantities of hazardous waste. The proposed regulations exempted from regulation retailers and any person who generated and disposed of hazardous waste in quantities of less than 100 kilograms in any one month period, provided that these generators disposed of their waste in a waste disposal facility meeting the RCRA Section 4004 criteria or in a facility permitted to manage hazardous waste. In the preamble to the proposal, EPA explained the rationale for this exemption as follows:

> The principal element of this issue is how to balance the need to protect human health and the environment from the adverse impact of potential mismanagement of small quantities of hazardous waste with the need to hold the administrative and economic burden of management of these wastes under RCRA within reasonable and practical limits (43 FR 58970).

Since the time of proposal, the Agency has received and developed considerable information on the issue of the appropriate degree and manner of regulating small quantities of hazardous waste. The information obtained in this process indicates that the number of persons generating hazardous wastes is staggering. There are an estimated 760,000 large and small generators of hazardous wastes producing over 60 million tons of hazardous waste a year. The greatest amount of these wastes comes from very large generators, typically large manufacturing facilities. Just over 5 percent, or 40,000, of the total number of generators produce more than 5000 kg/mo of hazardous wastes; yet, these large generators produce 97.7 percent of the total quantity of hazardous waste. Roughly 91 percent, or 695,000 of the generators, produce less than 1000 kg/mo, yet contribute only one

percent, or 600,000 tons per year, of the total hazardous waste generated. At levels of generation below 100 kg/mo, 74 percent, or 563,000, of the generators produce only 0.23 percent, or 138,000 tons per year of hazardous waste.

The types of business activity generating small quantities of hazardous waste differ markedly from those generating large quantities of hazardous waste. In contrast to large quantity generators, which are almost entirely from the manufacturing sector, over 89 percent of the small generators—those producing hazardous waste at rates of less than 1000 kg/mo—are from the non-manufacturing sector. These generators are scattered among such diverse sectors as construction, special trade contractors (e.g. plumbers, electricians), secondary schools, and local transportation systems. Gasoline service stations and automobile repair garages (for wastes *other* than waste lubricating oil) comprise nearly 30 percent of these non-manufacturing small generators of hazardous waste.

The Agency has determined that the enormous number of small generators, if brought entirely within the Subtitle C regulatory system, would far outstrip the limited Agency resources necessary to achieve effective implementation.

The information developed in the rulemaking process has led EPA to adopt, in the final regulations, a system which incorporates various aspects of the different approaches suggested in the preamble to the proposed rule. The final regulation sets low (1 to 100 kg/mo) quantity exclusion limits for certain extremely hazardous wastes; sets an initial general exclusion limit for generators of less than 1000 kg/mo of all other hazardous wastes; and conditions this general exclusion to assure that excluded wastes are disposed of in either authorized hazardous waste management facilities or facilities approved by a State for municipal or industrial wastes. EPA believes the approach adopted will allow EPA and the States to initially focus implementation and enforcement of the Subtitle C regulatory program on those generators of hazardous waste who are presently producing 99 percent of all hazardous waste. In addition, the Agency will initiate rulemaking within 2 to 5 years to phase-in expanded Subtitle C coverage of small generators down to those generating more than 100 kg/mo quantities.

The final rule does not exempt retailers from coverage as did the proposed regulations. In the preamble to the proposed rule the Agency stated its belief that retailers rarely generate more than 100 kg/mo. However, commenters argued, and the Agency agrees, that some retailers may generate extremely hazardous wastes. Furthermore, some generators, such as large hardware or garden stores may generate substantial quantities of hazardous waste. To the extent that retailers do generate only very small quantities, they will be exempted by the exclusion level provided in the regulations. Thus, in the final regulation, retailers who generate hazardous waste are subject to the same requirements as any other generator.

The background document responds fully to the diverse and numerous comments received on the proposed exemption of generators of small quantities of hazardous waste. This preamble will discuss the issue raised most frequently during the comment period—the consideration of hazard in establishing quantity limitations for hazardous wastes—and the rationale for setting an initial quantity exclusion of 1000 kg/mo and for phasing down the exclusion to 100 kg/mo.

2. *Consideration of Hazard in Establishing Quantity Limitations.* A number of commenters stated that EPA should use consideration of hazard in determining the scope of regulatory coverage. Two methods were suggested: (1) Using quantity to define hazardous waste pursuant to Section 1005(5) of RCRA, i.e., determining the level for each waste below which it does not pose a substantial hazard to human health and the environment when improperly managed; or, (2) considering the degree of hazard presented by a particular waste to establish different levels or types of controls. Although both approaches are attractive, the Agency lacks at present the ability to use either approach in any extensive fashion, and therefore has had to adopt a general exclusion level.

3. *Using Quantity to Determine That a Waste is Hazardous.* The Agency considered whether the small quantity issue could be addressed through consideration of quantity in the definition of hazardous waste. Specifically, the Agency considered whether small quantity exclusion limits could be established by defining *de minimis* quantities below which a waste would not be hazardous under the statutory definition in Section 1005(5) of RCRA, i.e., below which no substantial hazard to human health and the environment exists under conditions of improper management. However, the Agency has not been able to find a way of determining *de minimis* quantities. To do so would require knowledge not only about the intrinsic properties of a waste but also about the possible *exposures* that attend various small quantities of waste under various plausible scenarios of waste mismanagement. Such exposure assessments require consideration of waste properties, numerous site-specific conditions, and alternative management scenarios. For example, the levels of exposure and hazard which could result from leaching of toxic constituents from a particular hazardous sludge in a landfill would depend on factors such as the persistence of the waste, site hydrogeology, depth to the groundwater, the attenuation of the constituent in the underground environment (including degradation of the constituent and its dilution in the groundwater), and the location of persons using the groundwater. The problem is made more complex by the fact that many wastes may be managed in several alternative ways, such as land disposal, treatment, or incineration, and each of these types of management exhibits different exposure and risk patterns.

Given current knowledge and information, these assessments cannot be made for most wastes with sufficient precision to determine the specific quantities which represent a threshold for finding a waste hazardous. Therefore, the Agency has not been able to establish *de minimis* quantities for defining hazardous wastes. The Agency must therefore consider all quantities of any waste listed or identified in Part 261 to be hazardous.

4. *Inability of the Agency to Use Degree of Hazard.* Because the Agency was unable to use quantity in determining whether a waste is hazardous, it considered using degree of hazard in determining the appropriate quantity exclusion level. Commenters heavily supported establishing exclusion limits based on degree of hazard of various wastes. These suggestions were part of a broader set of comments which recommended that the Agency establish a degree of hazard system that placed wastes into two or more levels of hazard depending on the risk that those wastes present to public health and the environment. Commenters argued that such a system could be used as a basis for phasing regulatory coverage, tailoring waste management standards, and establishing small quantity exclusion levels.

The Agency's response to the full scope of the degree of hazard proposals is included in the preamble to the Part 264 and 265 regulations being promulgated today. As explained there, the Agency has not adopted a degree of hazard system in the final regulations. Among other reasons, the Agency

concluded that none of the degree of hazard systems suggested by commenters, nor any it could itself conceive, is capable of comprehensively distinguishing different degrees of hazard among the myriad of hazardous wastes without application of very subjective judgment. This precluded establishing small quantity exemptions based on a hierarchy of hazard levels.

While the Agency has not found it possible to establish a comprehensive hazard ranking system, the Agency has attempted on a limited basis to make hazard distinctions in establishing small quantity cutoffs. The Agency has established very low exclusion limits for certain very acutely toxic or otherwise hazardous chemical products (if discarded), off-specification derivatives of those products, and the product containers and spill residues. The Agency may in the future establish specific (low) exclusion limits for other highly hazardous wastes on a case-by-case basis.

5. *Limited Administrative Resources Require Setting the Initial Exclusion Level at 1000 kg/mo.* EPA has decided to adopt for the present time, a general exclusion level of 1000 kg/mo. The Agency's basis for this decision is the current lack of sufficient administrative resources to allow the Agency and the States to effectively regulate all hazardous waste. Given that resource constraint, the Agency believes that the overall level of environmental protection which can be provided will be greater if the Agency focuses available resources on fully regulating wastes from large generators during the early years of regulation implementation rather than expanding the scope of regulatory coverage and achieving ineffectual implementation of a more ambitious program.

The primary reason for selecting 1000 kg/mo, i.e., the administrative impossibility of implementing at lower levels, deserves some elaboration. As noted earlier, regulation of all generators of hazardous waste would bring 760,000 persons into the regulatory system. Regulating only those persons who generate more than 100 kg/mo would exclude from the program 560,000 generators, 73.9 percent of the total. If the exclusion level were set at 1000 kg/mo, 695,000 generators or 91.2 percent would be excluded from regulation. At a 5000 kg/mo level, 722,000 generators or 94.7 percent would be excluded.

In 1981, the first full year of implementing the Subtitle C controls, analyses of Agency and State workload requirements and available resources to implement the Subtitle C controls indicate that, if all generators were fully regulated, workload requirements would exceed resources available by 1100 to 1200 workyears. If generators of less than 100 kg/mo quantities were exempted from full regulation, the shortfall would be much less, but still a substantial 200 to 300 workyears. However, if generators of less than 1000 kg/mo quantities are exempted, the shortfall is projected to be less than 100 workyears, about 5 percent of the total workload requirements.

The resource constraints and shortfalls have direct significance for the operation of the entire regulatory program. To expand the coverage to smaller generators would require direct sacrifices from other elements of the program, most notably regulation and enforcement of large generators, permitting of treatment, storage and disposal facilities, and enforcement and inspection of these facilities. Furthermore, with greater resource demands and projected shortfalls, greater difficulties are likely in the ability of States to obtain authorization to administer the program in lieu of the Federal government.

Given the enormity of the implementation task and the limited administrative resources, EPA has been forced to make difficult allocation decisions. Expanding the coverage of generators would entail direct sacrifices from other essential program components. The determination of the proper exclusion level in the final regulation represents a complicated balancing of a variety of factors. The decision reflects a judgment by the Agency that the overall environmental objectives will be best served by selecting a level which promises full and effective implementation of all elements of the program rather than one that promises ineffective implementation of a more ambitious program.

Accordingly, EPA has decided to establish for the present time a conditioned exclusion of hazardous wastes from generators who produce less than 1000 kilograms a month. This level will enable EPA to direct its attention to the effective regulation of 99 percent of the total wastes generated, and will entail only insignificant, if any, sacrifices in the task of issuing permits to hazardous waste management facilities.

In addition, the exclusion is not unqualified; generators of small quantities of hazardous waste must ensure that their wastes go to facilities that are approved by the State to handle municipal or industrial wastes. For most of these facilities the commingling of small quantities of hazardous waste with large quantities of non-hazardous waste is likely to minimize environmental problems attributable to the hazardous waste, particularly since dilution levels at a 1000 kg exclusion are generally at least 100 to 1. Importantly, this approach will give State agencies more flexibility in dealing with small quantity generators. If a State determines that certain types of exempted hazardous waste should not be managed in a particular non-hazardous facility, it can deal with that situation directly.

The Agency considered other types of reduced administrative or technical requirements for exempted generators, including various subsets of the full Subtitle C requirements. A limited number of commenters suggested particular reduced requirements which they felt would provide limited but necessary controls. The Agency's analysis of various reduced Subtitle C requirements indicated that they would either provide an insignificant level of additional control, or that they would not substantially reduce the administrative burden of the full Subtitle C requirements. Thus, the Agency decided to impose only the condition stated above.

6. *Phasing Down the Coverage of Small Quantity Generators.* On the basis of information presently available to the Agency, it appears that a general exclusion level of 100 kg/mo would better achieve the environmental protection objectives of Subtitle C. Therefore, EPA intends to initiate rulemaking within 2 to 5 years to expand Subtitle C coverage down to generators of 100 kg/mo. During this process, the Agency will consider the need for any special regulatory requirements to deal with any unique problems associated with these wastes.

A number of commenters argued that phasing regulatory coverage of small generators would significantly benefit the administration of the hazardous waste management program. The Agency believes that because of limited resources, the Agency *must* phase its regulation of small generators to be able to fully implement the Subtitle C controls on large generators, transporters, and waste management facilities.

7. *Environmental Considerations.* The information that the Agency was able to develop on the environmental impacts of different quantity cutoff levels was not fully conclusive. However, the data indicate that an exclusion level of 100 kg/mo, coupled with lower exclusions for certain highly hazardous wastes, and disposal of excluded waste in Subtitle C or State approved facilities will, in most

cases, minimize adverse impacts on human health and the environment.

The review of damage cases tends to support a 100 kg/mo exclusion level. First, there were very few damage cases involving quantities below that level. Second, those few cases involved indiscriminate dumping rather than disposal in managed facilities. This suggested that disposal of quantities less than 100 kilograms in a managed facility might provide sufficient environmental protection, even if the managed facility was not authorized to handle hazardous waste. Of the 11 damage incidents involving the disposal of less than 1000 kg quantities of hazardous waste in managed facilities the environmental damage or personal injury occurred in nine of the incidents because of mismanagement of single containers, i.e., 55 gallon drums of ignitable, corrosive or reactive materials. Setting the exclusion level at 100 kg/mo would in most cases ensure that single, full drums would be properly packaged and labeled, manifested and sent to Subtitle C facilities. A higher exclusion level would not provide this assurance.

Wastes generated by small quantity generators at the 100 kg/mo exclusion level comprise only 0.23 percent of all hazardous waste. The environmental analysis showed that these small generator hazardous wastes are typically mixed by the generator with non-hazardous wastes and subsequently disposed of in waste management facilities for municipal waste. If these mixed wastes were evenly distributed to such facilities, the dilution ratio of non-hazardous to hazardous waste would be roughly 900 to 1 at a 100 kg/mo exclusion limit.

Although even distribution will not occur, EPA believes that very large dilution ratios will result in most situations with a 100 kg/mo exclusion level. This is because 92 percent of the small generators (producing less than 100 kg/mo) are in the non-manufacturing sector and are distributed in reasonable proportion to population and, therefore, in reasonable proportion to quantities of diluting non-hazardous municipal wastes. The effect of even distribution and high dilution is to spread and, thereby, minimize exposure and risk. Although this effect cannot be assessed with great precision, it is not unreasonable to assume that human health exposure and risk is significantly reduced at dilution ratios of several hundred to 1.

8. *Resource Considerations.* Projecting administrative resources into the future is inherently speculative, requiring various assumptions and estimates of State and Agency budgets, and implementation workloads. The Agency studies assumed constant budgets, and predicted the administrative shortfall to become exacerbated, rather than reduced over time. Other projections, presented in the background document for small generators, also suggest some resource difficulties in phasing-in the coverage of small generators, but these projections show that the resource picture may improve over time. The Agency, however, believes it is appropriate to expand its regulatory coverage of small quantity generators, and will be seeking the budgetary increases necessary to accomplish that phasing. Additionally, once the regulatory apparatus is in place and operating, the Agency will be able to reassess the ability to achieve more comprehensive coverage by means of allocating its resources differently than presently projected.

F. Section 261.6 (Special Requirements for Hazardous Waste Which Is Used, Re-used, Recycled or Reclaimed)

This section sets forth the applicability of the Subtitle C regulations to the storage and transportation of hazardous waste sludges and hazardous wastes listed in Subpart D that are used, re-used, recycled or reclaimed. It also provides for the exclusion from regulation of all other aspects of the use, re-use, recycling or reclamation of hazardous waste until EPA promulgates regulations to the contrary. The content of and rulemaking considerations that went into this section are fully discussed in Section IV. B. of this preamble.

V. Subpart B—Criteria for Identifying Characteristics of Hazardous Waste and for Listing Hazardous Waste

A. Section 261.10 (Criteria for Identifying the Characteristics of Hazardous Wastes)

Section 3001 of the Act requires EPA to develop and promulgate criteria for identifying the characteristics of hazardous waste. The proposed regulations identified two such criteria. The first criterion was that the characteristic be capable of being defined in terms of physical, chemical or other properties which cause the waste to meet the definition of hazardous waste in the Act. This criterion embodied the simple but fundamental notion that a characteristic of hazardous waste must be one which causes the waste to be a hazardous waste within the meaning of the statutory definition. The second criterion was that the properties defining the characteristic be measurable by standardized and available testing protocols. EPA adopted this second criterion in recognition that the primary responsibility for determining whether wastes exhibit the characteristics rests with generators. It believed that unless generators were provided with widely available and uncomplicated test methods for determining whether their wastes exhibited the characteristics, the system would prove unworkable. Largely in reliance on this second criterion, EPA refrained from adding organic toxicity, carcinogenicity, mutagenicity, teratogenicity, bioaccumulation potential and phytotoxicity to the set of proposed characteristics and instead left it to listing mechanism to capture wastes exhibiting these properties. EPA considered the available test protocols for measuring these characteristics to be either insufficiently developed or too complex and too highly dependent on the use of skilled personnel and special equipment. Additionally, given the current state of the knowledge concerning such properties, EPA did not feel that it could define with any confidence the numerical threshold level at which wastes exhibiting these characteristics would present a substantial hazard. Furthermore, it questioned whether these tests sufficiently took into account the multiple factors which bore on the question of the hazardousness of such wastes.

EPA received a few comments on its proposed criteria for identifying characteristics, the most significant of which addressed the appropriate use of the identified characteristics. A number of commenters contended that EPA did not have authority to require generators to assess their wastes in accordance with the characteristics. These commenters were generally concerned about the burden placed on generators by such a requirement and argued that the characteristrics should only be used by the Agency in listing hazardous wastes. Other commenters believed that EPA was fully justified in requiring generators to assess their wastes in accordance with the identified characteristics and felt that this would assure the broadest possible coverage for hazardous wastes.

EPA disagrees with those commenters who argue that EPA has no authority to require generators to determine if their wastes exhibit any of the characteristics. Throughout the statute, Congress made reference to two alternative mechanisms for bringing a waste into the hazardous waste system—identification through characteristics, and listing. If Congress

had intended the identified characteristics to be used solely by EPA in listing wastes, then there would have been no point in making a distinction between these two mechanisms. Consequently, since the determination of whether a waste exhibits the characteristics appears to require some action by someone other than EPA, the most reasonable interpretation of the statutory language is that it requires generators to assess their wastes in accordance with the EPA-identified characteristics. This interpretation of the statutory language is substantially reinforced by the provision in Section 3002(4) that generators may be required to furnish information on the general chemical composition of their waste—a requirement which presumes testing.

The final regulation makes a few slight changes in the language of the criteria for identifying characteristics in an attempt to clarify the meaning of the regulation and better reflect EPA's regulatory intent. First, EPA has omitted reference to damage incidents and scientific and technical information as bases for identifying characteristics, out of a conviction that this reference is unnecessary and in partial agreement with those who argued that damage incidents should not be heavily relied on in identifying characteristics. Second, EPA has omitted the redundant phrase "can be defined in terms of specific, physical, chemical, toxic, infectious, or other properties of a solid waste." Third, EPA has expanded the criterion of "measurability" to make clear that any test for measuring characteristics must be within the capability of the generator community and to provide that characteristics such as reactivity need not be accompanied by a testing protocol if the characteristic can be "reasonably detected by generators . . . through their knowledge of the waste."

B. Section 261.11 (Criteria for Listing Hazardous Waste)

In the proposed regulation, EPA specified two criteria for listing hazardous waste. The first criterion was that the waste possess one or more of the identified characteristics. The second criterion was that the waste meet the definition of hazardous waste found in Section 1004(5) of the Act.

The first criterion to a large extent reflected EPA's regulatory strategy at the time of the proposal. Under that strategy, EPA planned to identify and quantitatively define all of the characteristics of hazardous waste, including organic toxicity, carcinogenicity, mutagenicity, teratogenicity, bioaccumulation potential and phytotoxicity. Generators would be required to assess their wastes in accordance with these characteristics and EPA would list hazardous wastes where it had data indicating the wastes exhibited one of the identified characteristics. Listing would thus play a largely supplementary function and would serve as a device for injecting certainty into the process of hazardous waste determination. As noted above, however, EPA has found it impossible to fully effectuate this strategy because of the lack of suitably uncomplicated test protocols, the difficulty of establishing numerical hazardous threshold levels for these additional characteristics, and the failure of the available test protocols to fully incorporate all of the multiple factors bearing on the hazards presented by such characteristics.

The second criterion was adopted against the backdrop of this inability to capture all hazardous wastes through identified characteristics, and was intended to give the Agency an independent basis for capturing such wastes. Although this proposed criterion was admittedly somewhat general in nature, it implicitly incorporated the more specific criteria embodied in the delisting requirements and the waste codes which accompanied each listing—provisions which made it clear that EPA was specifically concerned with radioactive, mutagenic, bioaccumulative, toxic organic and infectious wastes. Thus, although EPA appeared to have prescribed for itself a very broad and inexact listing standard in the proposed regulation, in actuality the Agency followed a fairly particularized set of criteria in listing wastes.

EPA received a large number of comments in response to its proposed criteria for listing. None of these commenters objected to EPA's first criterion for listing wastes that exhibit one of the characteristics. A large number of commenters, however, objected to the second criterion. Many of these commenters felt that the mere articulation of the statutory definition as the basis for listing was circular and constituted an abrogation of EPA's statutory duty to establish criteria for listing which expand upon the statutory definition. Others argued that the second criterion was inappropriate because it failed to take into consideration such things as concentration, degradation potential and bioaccumulation potential—factors which are specifically mentioned by the Act.

EPA agrees that the proposed criterion for listing wastes which do not exhibit any of the characteristics was as a general matter, too broad. Accordingly, we have promulgated a considerably expanded and more specific set of criteria to take the place of the proposed criterion. These criteria are broken down into two categories—criteria for listing acutely hazardous waste and criteria for listing toxic waste.

The criteria for listing acutely hazardous waste are intended by EPA to serve as the criteria for identifying wastes which are so hazardous that they can be said to meet part (A) of the statutory definition of hazardous waste—i.e., wastes which may "cause, or significantly contribute to an increase in serious irreversible, or incapacitating reversible, illness", regardless of how they are managed. It is EPA's conviction that most wastes are hazardous only because they "pose a substantial present or potential hazard to human health or the environment *when improperly managed*" and thus meet part (B) of the statutory definition of hazardous waste. Nevertheless, EPA recognizes that there are wastes which are so acutely hazardous that they can be considered to present a substantial hazard whether improperly managed or not. EPA has defined this category of wastes to include those which have been shown to be fatal to humans in low doses or have been shown in mammalian studies to have an oral LD 50 toxicity of less than 50 milligrams per kilogram, (as determined using rats), an inhalation LC 50 toxicity of less than 2000 milligrams per cubic meter (as determined using rats), or a dermal LD 50 toxicity of less than 200 milligrams per kilogram (as determined using rabbits). Numerous government agencies and private organizations, including the Department of Transportation, the Consumer Product Safety Commission and the National Academy of Sciences, recognize that substances exhibiting these LD 50 and LC 50 toxicities are so potentially lethal as to be considered poisonous or acutely toxic. EPA has also defined this category of wastes to include wastes, such as explosives, which otherwise meet part (A) of the statutory definition of hazardous waste. This has been done in recognition that wastes may be acutely hazardous even if they are not toxic. Inasmuch as a waste will meet the acutely hazardous criteria only when the whole waste, rather than just its constituents, presents an acute hazard, EPA has employed and intends to employ these criteria primarily to list the discarded pure chemical substances and associated materials specified in § 261.33. EPA recognizes, however, that there may be

wastes such as wastes containing substantial concentrations of potent carcinogens which meet these criteria even though they are not pure substances.

The criteria for listing toxic wastes are intended by EPA to identify all those wastes which are toxic, carcinogenic, mutagenic, teratogenic, phytotoxic, or toxic to aquatic species. These criteria provide that a waste will be listed where it contains any of a number of designated toxic constituents—unless, after consideration of certain specified factors, EPA concludes that the waste does not meet part (B) of the statutory definition of hazardous waste. As in the proposed regulation, the ultimate requirement for listing a waste as hazardous is whether it meets the definition of hazardous waste found in the Act. Unlike the proposed regulation, however, the final criteria significantly channel the route the Agency must follow in determining whether a waste meets the statutory definition. The first inquiry which must be made under the final criteria is whether the waste contains any of the toxic constituents listed in Appendix VIII. These constituents are ones which have been shown in reputable scientific studies to have toxic, carcinogenic, mutagenic or teratogenic effects on humans or other life forms and include such substances as those identified by the Agency's Carcinogen Assessment Group. Consequently, the presence of any of these constituents in the waste is presumed to be sufficient to list the waste unless after consideration of the designated multiple factors, EPA concludes the waste is not hazardous. These multiple factors include the type of toxic threat posed, the concentrations of the toxic constituents in the waste, the migration potential, persistence and degradation potential of the toxic constituents, the degree to which the toxic constituents bioaccumulate in ecosystems, the plausible types of improper management to which the waste could be subjected, the quantities of waste generated, and other factors not explicitly designated by the Act, including damage incidents involving wastes containing the toxic constituents and actions taken by other governmental agencies with respect to the waste or its toxic constituents.

EPA has adopted this flexible, multiple factor approach to listing rather than the formulaic approach embodied in the characteristics because it considers this approach to be better able to accommodate itself to complex determinations of hazard. EPA further believes that this multiple factor approach was to some extent contemplated by Congress. Most of the factors selected are specifically mentioned in Section 3001 of the Act. Additionally, the report which accompanied the Senate bill provided that at a minimum the Administrator should designate as hazardous each mixture of solid waste which contained a toxic or hazardous substance listed in section 112 of the Clean Air Act or section 307(a) and section 311(b) of the Clean Water Act unless he determined that the waste did not meet the criteria for identifying hazardous wastes. Senate Report 94–988, 94th Cong., 2d Sess. at 14. Thus the Senate bill, like EPA's final regulations, envisioned a presumption in favor of listing based on the presence of a toxic constituent in the waste which is rebuttable by a consideration of further factors. Although the Senate version of the bill was not adopted, the concept embodied therein was not specifically rejected in the final statute, providing some further basis for concluding that EPA's approach for listing toxic wastes reflects congressional intent.

As can be seen from the above discussion, the final criteria for listing reflect a change in emphasis in the Agency's regulatory strategy. EPA is not fully confident that it can suitably define and construct testing protocols for the characteristics of organic toxicity, carcinogenicity, mutagenicity, teratogenicity, bioaccumulation potential, phytotoxicity, radioactivity and infectiousness, and is consequently relying on the listing mechanism to bring wastes exhibiting these properties into the system. One negative aspect of this change in approach is that it shifts to EPA the primary burden for identifying, analyzing and evaluating these wastes with the result that it may take longer to achieve full regulatory coverage. This negative aspect is substantially offset, however, by the greater flexibility and assurance which the listing approach provides, especially when accompanied by the delisting procedure.

A notable difference between the approach embodied in the characteristics and the approach embodied in the criteria for listing is that EPA attaches less emphasis to waste constituent migration and subsequent environmental fate in the listing mechanism than in the characteristics. This is nowhere better demonstrated than in the listing of waste which contain primary drinking water standards contaminants. In listing wastes which contain primary drinking water standards contaminants EPA has elected to focus, in the first instance, on the actual presence of the toxic constituent in the waste and to treat other factors such as migration potential as essentially mitigating considerations which might render the waste non-hazardous. EPA feels justified in concentrating primarily on the composition of the waste because the listing mechanism allows for a more individualized consideration of hazard and because the delisting procedure affords generators an opportunity to demonstrate, through reliance on the specified factors, that their waste is not in fact hazardous. In the case of wastes exhibiting the characteristic of EP toxicity, on the other hand, there is no opportunity to make such a demonstration—since the test prescribed in the characteristic constitutes a final determination of hazard. Consequently, out of concern that the characteristic not be overinclusive, EPA has placed somewhat greater emphasis on migration potential and has rigorously incorporated this consideration into the EP test.

As noted in section III.A.3. of this preamble, EPA intends to supplement the listing criteria to allow listing of radioactive and infectious wastes. We are deferring promulgation of the criteria for listing radioactive wastes because we want to wait until Congress has spoken on this issue and because deferral will give EPA more time to refine its standards for listing these wastes and to coordinate these standards with the regulations governing used, re-used recovered, and reclaimed wastes. We are similarly deferring promulgation of the criteria for listing infectious wastes because we have not finished developing the treatment standards applicable to such wastes.

A few clarifying changes have been added to the final regulation. First, the regulation provides that EPA may list classes or types of wastes if it has reason to believe that all wastes within the class or type typically or frequently are hazardous. Second, the regulation provides that the criteria for listing will be used to establish the exclusion limits for acutely toxic wastes generated by small generators. These exclusion limits are referred to in § 261.5(c).

VI. Subpart C—Characteristics of Hazardous Waste

A. Section 261.20—General

This section is largely self-explanatory. It states that a solid waste is a hazardous waste if it exhibits any of the characteristics of hazardous waste, explains the assignment of EPA Hazardous Waste Numbers, and

explains the method for obtaining a representative sample in testing for characteristics. Rather than specifying particular procedures to be used in obtaining representative samples, EPA is simply requiring the regulated community to obtain samples which meet the definition of representative sample found in Part 260 of the regulations. To provide some guidance concerning compliance with this requirement, EPA will consider any sample obtained using the sampling methods indexed in Appendix I to be a representative sample within the meaning of the Part 260 definition. Since, however, these sampling methods are not being officially required by EPA anyone desiring to use a different sampling method may do so without demonstrating the equivalency of that method under the procedures set forth in § 260.21.

B. Section 261.21 (Characteristic of Ignitability)

In the proposed regulation, EPA defined ignitable waste to include the following: (1) Liquids having a flashpoint of less than 140° F (60° C) (2) non-liquids liable to cause fires through friction, absorption of moisture, spontaneous chemical change or retained heat from manufacturing or liable, when ignited, to burn so vigorously and persistently as to create a hazard (3) ignitable compressed gases and (4) oxidizers.

EPA's objective was to identify wastes capable of causing fires during routine transportation, storage and disposal and wastes capable of severely exacerbating a fire once started. Such fires, EPA recognized, pose a particular danger to transportation and disposal personnel and also threaten the general public by generating toxic fumes and creating convection currents which transport toxic particulates to the surrounding area. EPA adopted the Department of Transportation's definitions of ignitable compressed gas and oxidizer and borrowed heavily from the Department of Transportation's definition of non-liquid ignitable because it believed these definitions adequately reflected routine waste management conditions. At the same time, it chose a flashpoint limit for ignitable liquid wastes different from that specified by the Department of Transportation's "flammable" liquid category because it believed that the flashpoint limit specified by the Department of Transportation did not fully reflect conditions likely to be encountered during routine waste management.

A large number of commenters argued that EPA should adopt the Department of Transportation's 100° F flashpoint for flammable liquids. These commenters argued that EPA's adoption of a different flashpoint limit from the Department of Transportation is not justified by conditions likely to be encountered during waste management and will create undue confusion in the regulated community.

The Agency disagrees with these commenters. A number of EPA studies reveal that ambient temperatures of 140° F are regularly encountered during landfill disposal. In such environments, liquid wastes with flashpoints lower than 140° F will readily volatilize and can be easily ignited by the numerous ignition sources to which wastes are exposed during management. The need to regulate such wastes is borne out by an early Department of Transportation study which recommended that the Department of Transportation adopt a flashpoint limit of 140° F for flammable liquids because temperatures of this order can be encountered during transportation. The commenters who argue that EPA's 140° F flashpoint limit is not justified by waste management conditions forget that, through the creation of its "combustible liquid" category, the Department of Transportation regulates liquids with flashpoints of up to 200° F—a tacit acknowledgement that EPA's 140° F flashpoint is well within the sphere of potential concern.

EPA does not believe that its ignitable liquids category will create undue confusion in the regulated community. The term "ignitable" was specifically chosen to eliminate confusion between EPA's "ignitable" liquids category and the Department of Transportation's "flammable" liquids category. Furthermore, EPA's ignitable liquids category is one with which the regulated community should already be familiar since it encompasses Class I and Class II liquids in the National Fire Protection Association's classification scheme. While EPA believes that maintaining consistency between its definitions of hazard and those of the Department of Transportation is a desirable goal, it does not believe that such consistency should be achieved at the expense of human health and environmental protection.

A number of commenters argued that the 140° F flashpoint for liquids improperly included many liquid wastes such as wine and some latex paints which exhibit low flashpoints because of their alcohol content but do not sustain combustion because of the high percentage of water present.

EPA agrees that such wastes should not be designated as hazardous, but unfortunately has no data on hand which identifies the correlation between the concentration of alcohol in such wastes and the established flashpoint of 140° F. Accordingly, it has for the time being opted to follow the Department of Transportation's lead and exclude from its ignitable liquids category aqueous solutions containing less than 24 percent of alcohol by volume. This exclusion will remove from the ignitability characteristic liquid wastes which the Agency knows may flash but not sustain combustion. In the meantime, EPA hopes to undertake further study to determine whether another exclusion limit is more appropriate and to evaluate tests which might be capable of identifying wastes which exhibit this phenomenon.

Many commenters argued that the proposed definition of solid ignitable wastes was too vague and that a testing protocol was needed to provide proper guidance. A number of these commenters took particular issue with the phrase ". . . or when ignited burns so vigorously and persistently as to create a hazard during its management . . ." which they felt could be construed to include such non-hazardous materials as bark, wood chips, wastepaper, sawdust, corrugated boxes, etc.

EPA agrees that the proposed definition of solid ignitable wastes was perhaps imprecise and could stand clarification. It has no intention of designating such things as wastepaper and sawdust to be hazardous and is only interested in capturing the small class of thermally unstable solids which are liable to cause fires through friction, absorption of moisture or spontaneous chemical changes. Accordingly, to eliminate any misunderstanding, we have changed the definition of ignitable solid to read ". . . *and* when ignited burns so vigorously and persistently that it creates a hazard."

Although EPA would have preferred providing a test method for identifying ignitable solids, it has determined, after diligent inquiry, that there are no test methods capable of accurately identifying the small class of ignitable solids to which its regulation is directed. EPA is presently working with the Department of Transportation and other organizations to correct this deficiency. In the meantime, the absence of a test should not cause too much of a problem since generators of thermally unstable solids, like generators of reactive wastes, are likely to be aware that their waste exhibits this property.

A number of commenters argued that EPA improperly included in its definition of ignitable solids, wastes such as slags which are liable to cause

fires through "retained heat from manufacturing or processing."

EPA agrees that these wastes should not be designated as hazardous and has accordingly deleted the phrase "or retained heat from manufacturing or processing" from the definition of ignitable solids. EPA was originally concerned that wastes such as slags, if placed in a landfill, could present a hazard by raising the temperature of other wastes to their flashpoints. It is now convinced that the likelihood of such high volume wastes being placed in a landfill is sufficiently small as not to warrant their regulation.

C. Section 261.22 (Characteristic of Corrosivity)

In the proposed regulation, EPA defined corrosive wastes to include (1) aqueous wastes exhibiting a pH of less than or equal to 3 or greater than or equal to 12 and (2) liquid wastes capable or corroding steel at a rate greater than 0.250 inches per year. This definition attempted to address the various hazards presented by corrosive wastes. EPA chose pH as one barometer of corrosivity because wastes exhibiting low or high pH can cause harm to human tissue, promote the migration of toxic contaminants from other wastes, react dangerously with other wastes, and harm aquatic life. EPA chose metal corrosion rate as its other barometer of corrosivity because wastes capable of corroding metal can escape from the containers in which they are segregated and liberate other wastes.

A majority of commenters argued that the proposed pH limits were unduly stringent. These commenters pointed out that the proposed upper pH limit of 12.0 would include many otherwise non-hazardous lime-stabilized wastes and sludges, thereby discouraging use of this valuable treatment technique. They further pointed out that the proposed lower pH limit of 3.0 would include a number of substances generally thought to be innocuous and many industrial wastewaters prior to neutralization. They questioned EPA's assertion that the proposed lower pH limit was needed to protect against tissue damage.

EPA agrees that the proposed pH limits were unnecessarily stringent and has accordingly adjusted the upper pH limit to 12.5 and the lower pH limit to 2.0. In originally establishing the proposed limits, EPA was confronted with the difficulty that while the tendency to promote the solubilization of heavy metal contaminants and to cause harmful reactions generally increases as pH approaches the upper and lower limits of the pH scale, there are no threshold levels for these effects. Consequently, to a significant extent, EPA based the proposed pH levels on studies demonstrating a correlation between pH and eye tissue damage. Since eye tissue is considered to be more sensitive than other human tissue, the proposed pH levels were unnecessarily conservative and had the unintended effect of inhibiting the use of such beneficial processes as the lime stabilization of wastes. The expanded pH range being adopted today rectifies this problem by excluding such things as lime stabilized wastes from the system. It also addresses the problem of tissue damage more realistically while at the same time providing ample protection against the solubilization of toxic contaminants and dangerous reactions.

A number of commenters commented on the need for addressing percent acidity and alkalinity in the pH provision of the corrosivity characteristic. A few commenters favored adding percent acidity/alkalinity to the pH provision because it would provide useful information for disposal purposes. Most commenters, however, felt that percent acidity/alkalinity should not be addressed because it would not add significantly to the determination of hazard and would require the use of a more complicated measurement technique.

EPA agrees with most commenters that the addition of percent acidity/alkalinity to the pH provision is unnecessary. Percent acidity/alkalinity provides an indication of the capacity of a waste to resist a change in pH and therefore to aid in the assessment of the hazard presented by a waste over the long term. However, it adds little to the assessment of the hazard posed by the waste during transportation, storage and initial disposal. Furthermore, because the capacity of a waste to retain low or high pH is as much a function of its disposal or storage environment as of its percent acidity/alkalinity, the Agency knows of no scientifically valid basis upon which to establish hazardous threshold levels of percent acidity/alkalinity. Accordingly, EPA has elected not to address percent acidity/alkalinity in the corrosivity characteristic.

A few comments were received on the need for including corrosive solids in the corrosivity characteristic. All advocated including solids in the corrosivity characteristic but none described situations where the improper disposal of such wastes would be likely to cause damage.

EPA has concluded that, inasmuch as the great majority of wastes are presumed to be in liquid or semi-liquid form, there is no demonstrated need to address corrosive solids at this time. EPA will, however, continue to seek information on the dangers presented by these wastes and will consider specific regulatory measures if the need for more control becomes apparent.

A number of commenters suggested that the corrosivity characteristic should address tissue damage more directly and employ a skin corrosion test. Several of these commenters pointed to a Consumer Product Safety Commission survey which ostensibly casts doubt on the ability of pH to predict tissue damage.

EPA believes that there is sufficient correlation between pH and tissue damage to justify the use of pH in a regulatory context, especially in view of the fact that it is using pH as a multi-purpose measure of many elements of concern. Requiring the regulated community to conduct skin corrosion tests, which necessitate the maintenance of special facilities and skilled personnel, would prove unnecessarily burdensome and would yield little in the way of extra results. Accordingly, EPA is not including a skin corrosion test in the final regulation.

At least one commenter noted that the NACE metal corrosion test specified in the proposed regulations permits variation in a number of test conditions.

To correct this problem, EPA has standardized the conditions of the NACE test in its test methods guidance manual and has required generators to utilize this standardized version in running the test.

D. Section 261.23 (Characteristic of reactivity)

The proposed regulation defined reactive wastes to include wastes which (1) readily undergo violent chemical change (2) react violently or form potentially explosive mixtures with water (3) generate toxic fumes when mixed with water or, in the case of cyanide or sulfide bearing wastes, when exposed to mild acidic or basic conditions (4) explode when subjected to a strong initiating force (5) explode at normal temperatures and pressures or (6) fit within the Department of Transportation's forbidden explosives, Class A explosives, or Class B explosives classifications.

This definition was intended to identify wastes which, because of their extreme instability and tendency to react violently or explode, pose a problem at all stages of the waste management process. The definition was to a large extent a paraphrase of the narrative definition employed by the National Fire Protection Association, although test protocols for measuring thermal and shock instability were

prescribed as a partial aid in assessing reactivity. The Agency chose to rely on a descriptive, prose definition of reactivity because the available tests for measuring the variegated class of effects embraced by the reactivity definition suffered from a number of deficiencies.

EPA received a large number of comments which argued that the prose definition of reactivity employed by EPA is too indefinite and vague and gives generators inadequate guidance in assessing the reactivity of their waste. These comments advocated replacing the prose definition with a numerically quantified definition accompanied by appropriate testing protocols.

EPA has attempted where possible to define hazardous waste characteristics in terms of specific, numerically quantified properties measurable by standardized testing protocols. The available test methods for reactivity, however, suffer from a number of generic and individual shortcomings which make a numerically quantified definition with accompanying test protocols inappropriate. First, these tests are too restrictive in scope and confine themselves to measuring how one specific aspect of reactivity correlates with a specific initiating condition or stress. No test is sufficiently general to even begin to measure the variety of different stresses and reactions found within the reactive classification. Second, because the reactivity of a waste sample is a function not just of its intensive properties such as density and composition but also of its extensive properties such as mass and surface area, the reactivity of the sample as measured by the tests will not necessarily reflect the reactivity of the whole waste. Third, most of the available tests are not of the "pass-fail" type and require subjective interpretation of the results.

The unavailability of suitable test methods for measuring reactivity should not cause problems. Most generators of reactive wastes are aware that their wastes possess this property and require special handling. This in because such wastes are dangerous to the generators' own operations and are rarely generated from unreactive feed stocks. Consequently, the prose definition should provide generators with sufficient guidance to enable them to determine whether their wastes are reactive.

A number of commenters argued that the two proposed test methods for measuring reactivity were, among other things, unreliable and difficult to interpret. EPA agrees with these commenters that the two proposed test methods—the Explosion Temperature Test and the Bureau of Explosives shock instability test suffer from a number of inadequacies and add little to the prose definition. Although the Explosion Temperature Test was originally thought to be a suitable method for measuring one aspect of reactivity, field testing demonstrates that this test requires subjective interpretation of the results. Re-evaluation of the shock instability test suggests that it too possesses problems which make its utility as a measure of reactivity questionable—especially in view of its narrow scope. Accordingly, EPA has stricken these two tests from the regulations except to the extent the Department of Transportation's definition of Class A explosives requires use of the shock instability test.

Several commenters took issue with the inclusion in the reactivity definition of any waste which "generates toxic gases, vapors or fumes when mixed with water" and "any cyanide or sulfide bearing waste which can generate toxic gases, vapors or fumes when exposed to mild acidic or basic conditions." These commenters complained that this language lacks specificity. As an example, they noted that quite a few things contain sulfides and cyanides in trace amounts and can generate minute quantities of hydrogen sulfide or hydrogen cyanide under acidic or basic conditions.

EPA agrees that the language in question could benefit from clarification. It has accordingly amended the regulation to include only those wastes which generate toxic gases, vapors and fumes in *"a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment"*. It has also specified that, by mild acidic or basic conditions, it means pH conditions of between 2 and 12.5. This pH range was chosen because only waste inside this pH range can be managed without regard to the prohibitions imposed by Subtitle C. Consequently, these pH conditions are likely to be the most stringent encountered by cyanide and sulfide bearing wastes.

E. Section 261.24 (Characteristic of EP Toxicity)

There is persuasive evidence that the contamination of groundwater through the leaching of waste contaminants from land disposed wastes is one of the most prevalent pathways by which toxic waste constituents migrate to the environment. EPA's damage files contain numerous incidents of groundwater pollution resulting from the indiscriminate dumping and improper landfilling of wastes. Additionally, the legislative history of RCRA is replete with indications that such groundwater contamination was one of Congress' primary areas of concern. In the proposed regulation, EPA addressed this problem by developing a test procedure called the Extraction Procedure (EP) designed to identify wastes likely to leach hazardous concentrations of particular toxic constituents into the groundwater under conditions of improper management. Under this procedure, constituents were extracted from the waste in a manner designed to simulate the leaching action that occurs in landfills. This extract was then analyzed to determine whether it possessed any of the toxic contaminants identified in the National Interim Primary Drinking Water Standards (NIPDWS). If the extract contained any of the contaminants in concentrations 10 times greater than that specified in the National Interim Primary Drinking Water Standards, the waste was considered to be hazardous.

Like other test procedures employed to identify hazardous characteristics, the EP was intended to serve as a quick test for identifying wastes which are capable of posing a substantial present or potential hazard when improperly managed. Consequently, in devising the test, EPA necessarily had to make certain assumptions about the improper management to which toxic wastes capable of contaminating groundwater are likely to be subjected. In making such assumptions, EPA believed it important to employ a reasonably conservative mismanagement scenario—in view of the statutory mandate to protect human health and the environment, the broad statutory definition of hazardous waste and also because the phenomenon of long term leaching is only incompletely understood. On the other hand, EPA considered it important not to utilize a wholly implausible mismanagement scenario, since by doing so it would end up regulating as hazardous those wastes which were quite unlikely to ever cause a problem.

The result of these deliberations was a decision to model the EP upon a mismanagement scenario for toxic wastes which constitutes a prevalent form of improper management—namely, the co-disposal of toxic wastes in an actively decomposing municipal landfill which overlies a groundwater aquifer. EPA realized in making its co-disposal assumption that actively decomposing municipal waste landfills generate more aggressive leachate media than other landfills and thus, that its assumption was a relatively conservative one. It

nevertheless believed the co-disposal assumption to be reasonable, first, because wastes are customarily landfilled, second, because most categories of waste have the potential to be disposed of in municipal waste landfills, third, because the predicted degree of contaminant concentration in leachate could occur with respect to wastes which are not likely to be disposed of in municipal landfills and fourth, because Congress expressed particular concern about the disposal of toxic wastes in municipal landfills. EPA also realized its assumption that the landfill overlies a groundwater aquifer was a relatively conservative one. It believed, however, that this assumption was consistent with its concern for the disposal of wastes in environmentally sensitive areas and with the fact that a groundwater body, once contaminated, may remain contaminated for a number of years. Furthermore, it believed this assumption to be somewhat mitigated by its further assumption that there would be some attenuation in the concentration of toxicants in the leachate between the point the leachate leaves the disposal site and the point the toxicants reach environmental receptors.

Taking these assumptions as its framework, EPA developed the EP test to simulate the physical processes which would occur in an actual landfill characterized by these assumptions. To simulate the acidic leaching medium which occurs in actively decomposing municipal landfills, EPA chose to employ an acetic acid leaching medium with a pH of 5.0 ($\pm$0.2). To simulate the leaching process, EPA specified a procedure requiring mixing of the solid component of the waste with the acidic leaching medium for a period of 24 hours. To duplicate the attenuation in concentration expected to occur between the point of leachate generation and the point of human or environmental exposure, EPA applied a dilution factor of 10 to the concentration of toxic constituents observed in the test extract.

EPA was convinced that the proposed EP represented a valid and acceptable test for identifying wastes likely to leach toxic constituents into groundwater. Because, however, this test was innovative in character and reflected a fair amount of groundbreaking inquiry, it drew the greatest response from the public of all the test protocols utilized in identifying the characteristics. The most important of these comments are discussed below.

A number of commenters expressed disagreement with EPA's proposed use of a 10-fold dilution factor to calculate the attenuation in toxicant concentration expected to occur between the point at which the leachate leaves the waste and the point of human or environmental exposure. Some commenters thought that the 10-fold dilution factor was too liberal and that no dilution factor would be more appropriate. The majority felt that the 10-fold dilution factor was too conservative and that a higher dilution factor would be more appropriate.

Choosing an attentuation factor which reasonably represents the amount of attenuation likely to occur in the real world was one of the most difficult problems EPA faced in formulating the EP—a problem which reflects in microcosm many of the difficulties of modeling complex physical processes with a short term test. As leachate migrates vertically from the landfill site towards the groundwater strata, a number of attenuating processes can occur—including adsorption, absorption, ion exchange, filtration, and dilution. When the leachate enters the groundwater zone its movement changes from vertical to horizontal and it will tend to form a slug or plume of contaminated water rather than mix generally with the groundwater flow. This plume of contaminants may experience some dilution, depending on the local geology, the groundwater flow, and the nature of the contaminants. Once the plume of contaminated water is drawn into a pumping well, some further dilution tends to take place, depending upon the amount of water withdrawn and the rate at which it is withdrawn. Unfortunately, all these attenuation mechanisms are dependent upon site specific conditions. While some sites may exhibit attenuation of 500-fold, others will exhibit very little attenuation at all. Moreover over time, a site that originally exhibits 500-fold attenuation may become so saturated that the attenuation mechanisms no longer work and the site begins to flush at the same rate at which it is charged.

In order to formulate a reasonable dilution factor, EPA assumed in the proposed regulations that leachate from the landfill passed unattenuated through the soil underlying the landfill to the groundwater zone and that drinking water wells were situated 500 feet down gradient from the landfill site. Relying on projections from a mathematical model which incorporated these assumptions and on empirical data from field analyses, EPA concluded that a dilution factor of 10 was a conservative, but reasonable, figure.

EPA has had an opportunity to carefully re-evaluate its original choice of a dilution factor and is now of the opinion that the 10-fold dilution factor was inappropriate. A number of considerations have prompted it to come to this conclusion. In the first place, EPA is concerned that, while the dilution factor plays a critically important role in determining the scope of coverage of the EP, there is relatively little empirical data upon which to base such an attenuation factor. It is consequently somewhat troubled by its assumption that the soil underlying the landfill is a delay mechanism only and that there is no attenuation in the concentration of toxic contaminants between the point of actual leachate generation and arrival at the groundwater aquifer. Second, in view of this uncertainty, EPA attaches some importance to the fact that there is no variance or "delisting" procedure for wastes which fail the EP. This absence of a variance procedure, while perfectly permissible, tends to magnify the consequences of a wastes being anomalously brought into the system by the EP. Third, EPA believes the EP to be a somewhat less precise instrument than the listing mechanism for determining hazard, inasmuch as the EP fails to take into account factors such as the concentration of toxicants in the waste itself and the quantity of waste generated which could have a bearing on the hazardousness of the waste. EPA consequently prefers to entrust determinations of marginal hazard to the listing mechanism rather than to the EP.

On the basis of these considerations, EPA has decided, pending the completion of further studies, to alter the proposed dilution factor by adopting an attenuation factor of 100. EPA is adopting a 100-fold attenuation factor because it is confident that anything which fails the EP at this factor has the potential to present a substantial hazard regardless of the attentuation mechanisms at play. If forthcoming studies demonstrate that another attenuation factor is more appropriate EPA will adjust the dilution factor accordingly.

EPA does not intend this alteration in the dilution factor to constitute what may be perceived as an untoward relaxation of the EP. It is simply electing to exercise a degree of caution in the face of the lack of empirical substantiation for its EP leaching test to ensure that the EP only captures wastes which are certain to present a substantial hazard. Since this alteration of the attenuation factor is based as much on EPA's desire to engage in

cautionary rulemaking as on an environmental re-evaluation of the attenuative processes which influence concentrations in leachate, EPA has listed and intends to continue to list wastes which have extract concentrations of less than 100-times drinking water standards. This listing will to a significant degree compensate for the alteration in the attenuation factor and will prevent the overall coverage of the Subtitle C regulations from being measurably reduced.

A number of commenters argued that EPA improperly based the EP on a mismanagement scenario which assumed co-disposal in the acidic environment of a municipal waste landfill. These commenters generally argued that the co-disposal assumption is inapplicable to numerous classes of waste which are never co-disposed with municipal wastes and which do not leach at the aggressive rates characteristic of co-disposal situations. These commenters suggested that EPA employ an alternative leachate medium, such as distilled water, for those wastes which are unlikely to be co-disposed with municipal wastes.

EPA disagrees with these commenters. EPA believes that the level of leachate concentration predicted by the EP is reasonably in keeping with the concentrations which could realistically occur in most waste management situations and that employment of an acidic leaching medium is therefore appropriate. Most wastes, even those which are unlikely to be disposed of in a municipal landfill, are likely to come into contact with some form of acidic leaching media during their management histories or could otherwise encounter environments which could cause them to leach comparable levels of toxic constitutents. Furthermore, inasmuch as the phenomenon of long term leaching is not well understood and there is no consensus within the scientific community on a short term leaching test, EPA believes it has the power to employ a leaching model which fails to take into account the physical processes affecting particular generators even if this model errs on the side of caution. See, *Ethyl Corp.* v. *EPA*, 541 F.2d 1, 24–29 (D.C. Cir. 1976 *en banc*); *Hercules, Inc.* v. *EPA*, 598 F.2d 91, 104–106 (D.C. Cir. 1978).

In any event, the change to an attenuation factor of 100 lays to rest the concerns of those who argued that the acidic leaching medium was too aggressive to apply to them. EPA is quite convinced that any waste which fails the EP at the 100-times standard presents the potential for substantial hazard if improperly managed no matter what leaching media it is actually exposed to.

A number of commenters argued that the EP is not sufficiently reproducible for use in defining hazardous waste. Some commenters, basing their argument on studies which have been conducted on the reproducibility of the EP, argued that these studies demonstrate an unacceptable variability in the results obtained by the EP. Other commenters, who did not base their arguments on these studies, argued simply that EPA has not shown the EP to be reproducible and therefore may not appropriately employ the EP in a regulatory framework.

EPA disagrees. Sensitive throughout the process of developing the EP to the issue of ensuring reproducibility, EPA commissioned a number of studies to evaluate the EP, including a study by the NUS Corporation, a study by the American Electroplaters' Society, and an ongoing study being conducted by the Oak Ridge National Laboratory. In addition, a study commissioned by the Electric Power Research Institute (EPRI) has been completed. None of these studies present enough data to draw any hard and fast conclusions. However, data from the EPRI report—the only report which was able to separate out the reproducibility of the EP from the reproducibility of the analytical procedures—suggests that the reproducibility of the EP itself is of the same order of magnitude as the analytical procedures used to analyze the toxic constituents in the extract. Since these analytical procedures have proven to be widely acceptable to private industry, EPA believes that the EP should also prove acceptable.

EPA concedes that the preliminary data indicate some variability in the results obtained by the EP. This, however, is true of all analytical procedures and test methods, especially those which are novel in character. Furthermore, variability can be easily corrected by running further replicates of the test to achieve greater certainty in the results. To accommodate any problems with variability, EPA intends to provide generators with guidance on the number of extractions which they can perform if they want to ensure confidence in the result. In addition, EPA is engaged in research studies which will enable it to further isolate and get a handle on the causes of this variability.

A number of commenters argued that extract from the EP should be tested for toxic contaminants other than those specified in the National Interim Primary Drinking Water Standards.

EPA originally intended the extraction procedure to identify toxic contaminants other than those specified in the National Interim Primary Drinking Water Standards. EPA has been unable to do this, however, because no other chronic exposure threshold levels relating to drinking water consumption have been established for other contaminants. This should not cause a problem, because EPA is regulating wastes containing non-drinking water standard contaminants through the listing process. EPA will reassess its position on this issue, when thresholds are developed for additional contaminants or when the Clean Water Act Water Quality Criteria are adopted in final form.

The proposed EP required generators to separate the liquid and solid portions of their waste as the first step of the procedure, based on the assumption that the liquid portion of the waste would flow out of the landfill independent of any leaching action. Generators were then required to mix the separated solid portion with the acidic leaching medium and, after a further separation, combine the resulting extract with the originally separated liquid portion for analysis. EPA gave generators the option of using either centrifugation or filtration to perform the initial solid-liquid separation and to perform the subsequent separation of solid from leaching solution. However, information obtained since publication of the proposed regulation indicates that use of centrifugation alone is not as efficient as filtration and can lead to carryover of particles larger than 0.45 um. Since a filter the size of 0.45 um was originally selected because particles larger than 0.45 um are expected to be filtered out by the soil prior to reaching the groundwater, EPA has revised the EP to require filtration of both the liquid portion and the extract prior to analysis.

A number of commenters said they encountered severe operational problems when performing the EP on liquids containing very small percentages of solids. To accommodate this problem, EPA is amending the proposed regulation so generators need not perform the EP on liquids containing less than 0.5% solids. Instead, the liquid itself, after filtration, should be considered the extract and directly analyzed for its toxic constituents.

VII. Subpart D

A. Sections 261.31 and 261.32 (Hazardous Wastes From Specific and Non-Specific Sources)

1. *Methodology for Listing Hazardous Waste Streams.* Detailed justification

for listing each hazardous waste in Subpart D is contained in specific background documents, and so will not be set forth in this preamble. The general methodology used to support listings will, however, briefly be described.

The listing documents are based on the listing criteria contained in § 261.11. The documents are organized in the following sequence: (1) A summary of the Administrator's basis for listing each identified waste stream; (2) a brief description of the industry (or industries) generating the listed waste stream; (3a) a description of the manufacturing process or other activity which generates the waste, (3b) identification of waste composition, constituent concentrations, and annual quantity generated,[1] and (3c) a description of waste management methods; (4) a discussion of the basis for listing each waste stream (described more fully below); and (5) a summary of the adverse health effects of each of the waste constituents of concern. The documents also contain appendices describing in more detail the adverse health effects of the waste constituents of concern, and (for certain documents) compiling available environmental fate and transport data (including data on waste constituent solubility, volatility, and environmental persistence) for each such waste constituent.

a. *Basis for Listing Toxic Wastes.* (1) Outline of Listing Discussion.

For hazardous wastes listed because they meet the criteria of toxicity, the discussion of the basis for listing identifies the waste constituents of concern, whether these constituents are present in significant concentrations, and the hazards associated with each waste constituent. The discussion then addresses whether these waste constituents, if the waste are managed improperly, could migrate from waste management sites, persist in the environment, and reach environmental receptors so as to cause substantial hazard. The analysis generally follows a physical continuum: whether waste constituents are inherently capable of migrating from the matrix of the waste in concentrations sufficient to cause substantial hazard, whether waste mismanagement could lead to environmental release of the migrating waste constituents, and whether waste constituents are mobile and persistent enough to reach environmental receptors and cause substantial hazard upon environmental release. In some cases, actual damage incidents involving the waste or waste constituents demonstrate empirically that waste constituents may migrate, persist, and cause substantial harm if mismanaged.[2]

A word as to the types of mismanagement situations considered. The Agency has limited its discussion to waste management situations which could plausibly occur with regard to the waste at issue. In the Agency's view, the hazard posed by a waste are not "substantial" (Section 1004(5)(B)) if hazards could arise only as a result of implausible types of waste mismanagement. Thus, the Agency would not examine possible hazards arising from improper waste incineration if the waste in question is not likely to be incinerated. On the other hand, the fact that a waste is properly managed by particular generators or particular classes of generators does *not* make the waste non-hazardous, as the statute requires that EPA determine whether a waste is hazardous if substantial hazard could result when wastes are "improperly treated, stored, transported, or disposed of, or otherwise managed." The potential of the waste to cause hazard is therefore the key factor. Consequently, if most or all generators of an otherwise hazardous waste dispose of the waste properly, for example in lined lagoons, the Agency may still consider hazards which could result from improper waste lagooning.[3]

(2) Relative Importance Attached to Identity of Waste Constituents and Constituents' Transport and Fate in Making Toxicity Listing Determinations.

It must be emphasized that in making listing determinations, the Agency's principal focus is on the identity of the waste's constituents, and on constituent concentrations in the waste and the nature of the toxicity presented by the constituents. Where a waste contains significant concentrations of hazardous waste constituents, the Agency is likely to list the waste as hazardous unless it is evident that the waste constituents are incapable of migrating in significant concentrations even if improperly managed, or that the waste constituents are not mobile or persistent should they migrate. This is particularly true where the waste constituents include suspect or proven carcinogens. As EPA recently stated, "(T)here is no scientific basis for estimating 'safe' levels of carcinogens. The draft criteria for carcinogens therefore state that the recommended concentration for maximum protection of human health is zero." (EPA *Water Quality Criteria,* 44 FR 15926, 15930 (March 15, 1979).) Thus, if suspect or known carcinogens are present, an additional cancer may result should the waste constituent migrate and reach a receptor in any concentration, certainly a sufficient risk to constitute a "substantial present or potential hazard" (Section 1004(5)(B)). In this situation, the Agency would require virtual assurance that waste constituents will not migrate and persist if improperly managed to justify a decision not to list the waste.

The Agency therefore does not seek to demonstrate that waste constituents will migrate and persist in sufficient concentrations to cause substantial hazard. Rather, fate and transport information is relevant to show that the potential for harm inherent in the waste (by virtue of its composition) will not eventuate. But, as stated, there must be a very strong likelihood that hazardous constituents are unable to migrate or persist to cause substantial harm before the Agency will decide not to list a waste.[4]

The Agency believes that this methodology is fully in accord with statutory requirements. Thus, this approach accords with the requirement of Section 3001(a) that environmental fate be considered in identifying wastes as hazardous. At the same time, the key focus is on the inherent potential of waste constituents to cause substantial harm, in accord with the definition of hazardous waste, which requires only that a waste "may pose a substantial present or *potential* hazard" to be hazardous. (Section 1004(5)(B), emphasis added.)

(3) Data Base for Toxicity Listing Determinations.

The Agency anticipates arguments that these toxicity listing determinations are made on the basis of inadequate data, and that listings be deferred until further information is gathered. EPA recognizes that these listing

[1] Waste composition and constituent concentrations have been determined either by actual analysis of waste samples, through literature searches, or on the basis of process engineering and process chemistry assumptions. When process assumptions are used to identify waste constituents and concentrations, the bases for the assumptions are contained in the document.

[2] Other factors identified in § 261.11(a)(3) are also considered when relevant, and when information is available. These factors include the quantities of waste managed, and actions of other governmental agencies or regulatory programs with regard to health or environmental hazards posed by the waste or by waste constituents.

[3] Indeed, in this hypothetical example, the fact that an industry takes special precautions in managing the waste suggests that the industry itself regards the waste as hazardous.

[4] § 261.11(a)(3) reflects that the waste's composition is the key factor in determining to list wastes as hazardous, since wastes containing enumerated constituents are to be listed unless consideration of particular additional factors demonstrates that the wastes do not meet the statutory hazardous waste definition.

determinations are essentially qualitative judgments, generally involving expert assumptions based on available physical data rather than precise field determinations of waste composition or of how the wastes will act under identified conditions. However, the statute requires only that a qualitative judgment be made, namely that the wastes, if mismanaged, pose sufficient potentiality of hazard to warrant careful regulation. The Agency believes that it has compiled sufficient information on which to make this judgment. Nor would the delay necessary to compile in-depth (though quite likely cumulative or redundant) information on potentially hazardous wastes be sufferable in light of the urgent need for rapid implementation of the hazardous waste management program.[5] In any case, opportunity is afforded by means of a new comment period for affected parties to present additional information on the listed waste streams, and such comments are solicited.

b. Basis for Listing Ignitable, Corrosive, Reactive or EP Toxic Wastes

The basis for listing ignitable, corrosive, or reactive wastes is much simpler. These wastes, to be listed, must possess the appropriate characteristic, and the listing discussion is directed toward making this demonstration.

2. *Legal Authority to List Wastes Generically.* A number of commenters challenged the Agency's legal authority to list wastes generically. They stated that under Section 3001(b), the Administrator is to list "particular hazardous wastes," arguing that this language requires wastes to be listed individually, rather than as a generic class. These commenters also argued that the statute's legislative history supports their view, noting that the House report to RCRA states that "the Administrator shall promulgate regulations identifying and *specifically listing* those hazardous wastes subject to this title." H.R. Rep. at 56 (empasis added). The Agency disagrees with this interpretation. Although Congress clearly intended to distinguish the promulgation of hazardous waste characteristics from the listing of hazardous wastes, there is no clear indication that Congress further intended to limit the Administrator's discretion by precluding listing of classes of wastes. In the Agency's view, a class of wastes may be listed generically so long as most of the wastes in the class are typically or frequently hazardous, and so long as the listing description is sufficiently specific and particularized for individual generators to determine whether their wastes streams are included within the listing.

Thus, Section 3001(a), far from prohibiting listing of wastes by classes, simply distinguishes the use of criteria to idenfity hazardousness characteristics and to identify listed hazardous wastes.

> The Administrator shall * * * develop and promulgate criteria for identifying the characteristics of hazardous waste, and for listing hazardous waste * * * .

Section 3001(b) carries forward this distinction:

> [T]he Administrator shall promulgate regulations identifying the characteristics of hazardous waste and listing particular hazardous wastes * * * Such regulations shall be based on the criteria promulgated under subsection (a) * * *

To argue that Section 3001(b) was intended to bar any listing of wastes by class consequently reads far too much into the language of that provision. Indeed, Section 3001(a) does *not* refer to listing of particular wastes. This wording certainly militates against attaching too much importance to the reference to "particular wastes" in Section 3001(b).[6]

The legislative history likewise indicates that Congress' concern was that the identification of wastes through characteristics or through listing be regulatorily distinct mechanisms, and that the listing criteria not be confused with hazardous wastes themselves, *not* that generic listing be prohibited. The House report to RCRA thus refers to a "bifurcation of developing the criteria for what is a hazardous waste separate from the identification and listing of the hazardous wastes * * * " and cautions that "the critera for determining what should be considered hazardous should not be confused with an actual hazardous waste * * * " H.R. Rep. at 25.

Moreover, Congress itself, in the principal report to RCRA, used generic waste descriptions to identify hazardous wastes involved in damage incidents. Examples include identification of "electroplating wastes" (H.R. Rep. at 18), waste "petrochemicals" (*id.* at 18, 19), and "munitions waste" (*id.* at 20). This means of identification again suggests strongly that Congress envisioned generic identification as a means of bringing hazardous wastes into the Subtitle C management system.

Some commenters went on the argue that the statutory requirement to take factors such as toxicity, persistence, potential for bioaccumulation, quantity, and concentration into account in making listing determinations (see Sections 3001(a) and 1004(5); *see also* H.R. Rep. at 25) demonstrates Congresssional intent to prohibit generic listings because "(t)hese factors by their very nature are specific to particular hazardous waste rather than to generic categories." (Comments of Dow Chemical Co., October 10, 1979, p. 10). The Agency again disagrees. A class of wastes may exhibit sufficient unformity of hazard to warrant listing on a class basis. (The Agency of course, must demonstrate that sufficient uniformity exists or is likely to exist). Furthermore, the commenters' argument, taken to its logical conclusion, would mean that the Agency could only list wastes on a generator by generator basis, since waste streams will vary to some degree with respect to these factors depending upon the precise composition of the individual waste (although the degree of difference ordinarily will not be of regulatory significance). Yet Congress clearly did not envision site-by-site listing.

The Agency therefore intends to list generically those wastes which demonstrate a reasonable likelihood of hazard as a class. The listing descriptions will be sufficiently specific to allow generators to determine if their wastes are covered, and, as discussed above, the listing of wastes will be distinct from their identification by means of hazardousness characteristics. This approach, we believe, is fully in accord with Congressional intent.

3. *Changes in Proposed Waste Listing Descriptions and Proposed Waste Lists.* Certain of the waste listing descriptions proposed in December, 1978 have been revised in the lists contained in §§ 261.31 and 261.32. These changes generally were made to clarify where in the process wastes are generated so as to enable generators to determine more easily if their wastes are listed. Since the coverage of these clarified listing descriptions remains identical with the

[5] *See, e.g., Report on Hazardous Waste Management and the Implementation of the Resource Conservation and Recovery Act,* Senate Subcommittee on Oversight of Government Management of the Senate Committee on Governmental Affairs, 96th Cong., 2d Sess. 7 (1980).

[6] In any case, the words "particular" and "specific" do not necessarily connote "individualized." For instance, the first definition of "specific" in Webster's *New Collegiate Dictionary* is "constituting or falling into a specifiable category." Similarly, the same source defines "particular" as "distinctive among others of the same general category." Thus, the statutory language, far from requiring individualized listing, requires that listing be done with sufficient particularity to distinguish listed and unlisted wastes.

proposal, the revised descriptions are not being reproposed.

Certain other listed waste streams arise out of waste generation processes listed in the December proposal, but are newly identified. These waste streams are being proposed today, rather than issued in interim final form.

Finally, some of the waste streams initially proposed are not contained in the present list of wastes. The Agency's reasons for this action are discussed in Section III A.

B. Section 261.33 (Discarded Commercial Chemical Products, Off-Specification Species, Containers, and Spill Residues Thereof)

The proposed regulation contained three appendices listing a variety of materials which the Agency proposed to treat as hazardous waste if discarded. Appendix III listed selected cancelled pesticides or pesticides undergoing RPAR (Rebuttable presumption against registration) review within the Agency that were not listed elsewhere in the proposed regulation. Appendix IV listed selected substances regulated by the Department of Transportation (DOT) and classified as Poison A, Poison B, or ORM-A that were also not listed elsewhere. Appendix V listed substances which are being regulated as toxic priority pollutants under the Clean Water Act. In addition to the substances themselves, the regulation proposed to regulate (1) off-specification materials, which if they had met specifications, would have been shipped using the names of the substances listed in these appendices (2) containers, unless triple rinsed, containing the materials listed in the appendices, and (3) spill clean-up residues and debris from spills of materials listed in these appendices. Subsequently, in a supplemental proposed rule, EPA published another appendix (Appendix XII) listing thirty-three chemicals found to be human carcinogens or potential human carcinogens by the International Agency for Research on Cancer. 44 FR 49404 (August 22, 1979). In the proposed regulation, these materials were to be subject to the general exemption level of 100 kg/mo. Quantities of these materials below this level were not subject to full Subtitle C regulation.

In listing these materials in the proposed rule, EPA intended to encompass those chemical products which possessed toxic or other hazardous properties and which, for various reasons, are sometimes thrown away in pure or undiluted form. The reasons for discarding these materials might be that the materials did not meet required specifications, that inventories were being reduced, or that the product line had changed. The regulation was intended to designate chemicals themselves as hazardous wastes, if discarded, not to list all wastes which might contain these chemical constituents. In drawing up these lists, the Agency drew heavily upon previous work by EPA and other organizations identifying substances of particular concern.

On the basis of comments received and also EPA's own re-examination of the proposed rule, we have substantially revised this regulation. In the final regulations, commercial chemicals are treated in two separate provisions. First, substances listed in § 261.33(f) of the regulations are considered hazardous wastes if they or their off-specification species are thrown away in their pure form. These substances are regulated in the same manner as other hazardous wastes and are subject to the general exclusion level in § 261.5 (a) and (b) for the generation of small quantities of hazardous waste. Second, a number of the substances, which meet the criterion for listing acutely hazardous wastes, are separately listed in § 261.33(e). This section applies to the chemical substances if they or their off-specification species are thrown away in their pure form, containers and inner liners containing these materials, and spill residue and debris created by spills of these listed materials. Section 261.5(c) establishes low quantity exclusion levels for these acutely hazardous materials.

1. *Section 261.33(f) (Commercial Chemical Products).* A number of commenters stated that, as proposed, the materials listed in the various appendices were not tied to any of the criteria for listing, and, accordingly, the reasons for their listing were unclear. The Agency agrees that the basis for its proposed listings was not adequately specified. A table accompanying the background document on commercial chemical products sets forth the specific basis for including each substance on the list published today.

Commenters also expressed some uncertainty as to whether the proposed regulations made hazardous any waste that contained the listed substance as a constituent of the waste. The intent of the regulation was to encompass only those materials which were being thrown away in their pure form or as an off-specification species of the listed material, as well as the contaminated residues and debris from those materials. The final regulation has been redrafted to limit the application of this section to the commercial chemical product itself, its off-specification species and derived spill residues and debris.

Several commenters argued that the wholesale incorporation of lists developed by EPA or other Federal agencies for other regulatory purposes was not appropriate. In the proposal, EPA had, for example, listed all materials that DOT lists as ORM-A materials pursuant to its authority under the Hazardous Materials Transportation Act. A number of commenters argued that these substances should not be listed by EPA because DOT's basis for listing used different criteria—the potential for interfering with transportation. DOT's standard is very broad and somewhat vague; ORM-A material is one that has "an anesthetic, irritating, noxious, toxic or similar property which can cause extreme annoyance of discomfort to passengers and are in the event of leakage during transportation." 49 CFR 173.500(a)(1).

EPA agrees with these comments and, rather than adopting lists of substances on a wholesale basis, has evaluated each against EPA's criteria for listing. Included in § 261.33(f) are those chemical substances which are toxic and which meet the listing criteria set forth in § 261.11(a)(3). These hazardous properties have been documented in EPA rulemaking, studies and other materials, including health effects documents prepared in support of these regulations materials supporting RPAR actions background documents supporting National Interim Primary Drinking Water Standards, materials produced by EPA's Cancer Assessment Group and, in the case of chlorofluorcarbons, documents supporting regulations under TSCA.

This approach has led to certain deletions from the lists of hazardous wastes contained in the proposed rules. A table accompanying the background document sets forth the disposition of all 295 chemicals originally listed in the proposed rules. Eight substances have been deleted from the list because they did not meet any of the criteria for listing hazardous wastes; sixteen were deleted because the listing description was not precise enough to enable generators to determine whether particular materials fell within that description. Examples of these deletions are "medicines N.O.S." and "motor fuel antiknock compound." In addition, thirty-one substances are not presently listed because EPA lacks data to assess the propriety of listing them on the basis of the listing. These substances are presently under review by the Agency to

determine whether they should be included on the § 261.33(f) list.

This process has reduced the chemical products listed, to those substances which are demonstrated to pose a substantial threat to human health or the environment. These materials, their off-specification variants, and contaminated residues and debris from the spills of these materials are subject to full regulation under Subtitle C in the same manner as other hazardous wastes.

2. *Section 261.33(e) (Commercial Chemical Products).* In considering the hazards presented by commercial chemical products, EPA recognized that some substances in their pure form possessed extremely hazardous properties. To account for these substances, EPA has established a new criterion for listing which examines the potentially lethal capacity of chemical substances in very small quantities. The basis for this criterion is explained in section V.B. above.

Applying this criterion to the proposed lists of chemicals products has led the Agency to list 122 substances in § 261.33(e). As with the substances listed in § 261.33(f), the regulatory language has been clarified to restrict the application of this section to chemical products, or their off-specification species, and not to wastes which contain these materials as a constituents. Because of their acutely hazardous nature, however, containers and inner liners which contained these materials and spill cleanup debris and residues resulting from spill of these materials are also included.

At the suggestion of commenters, EPA also reviewed chemical substances on the TSCA inventory list for inclusion on the § 261.33(e) list. A number of those substances do meet the acutely hazardous criterion and accordingly have been added to the list. However, because all interested persons have not had an opportunity to comment on the listing of these materials, the Agency is promulgating them in interim final (together with the remainder of Subpart D).

The final regulations establish stringent quantity cutoff levels for materials listed in § 261.33(e). In the proposed regulation, all hazardous wastes in quantities generated or disposed of at rates greater than 100 kg/mo were subject to full Subtitle C regulation. Although the Agency recognized that many, if not all, of the proposed chemicals listed possessed acutely hazardous characteristics, it did not propose lesser limits for these substances because the general exclusion level—less than ½ of a 55 gallon drum—appeared sufficient to regulate most of the chemical products that would be thrown away. For the reasons discussed in section IV. E., above, the general exclusion level has been raised to 1000 kg/mo. This higher level undercuts the original rationale for proposing a single exclusion level for all hazardous wastes. Many commenters urged that EPA employ a degree of hazard system for determining exclusion levels, for allocating Agency resources and determining priorities, and for establishing management standards. Although EPA is unable to adopt a degree of hazard system, we agree with the commenters that considerations of hazard are appropriate in establishing quantity exclusion levels for those substances which posses acutely hazardous properties. The criterion used in listing these substances ensures that those materials that are listed in § 261.33(e) are those which are lethal in very small quantities.

Accordingly, the Agency has adopted very low exclusion levels for these chemical products and their off-specification variants, containers and inner liners which contained these materials, and spill residues and debris. The selection of these levels reflects the judgment of the Agency that, although even lesser quantities may be hazardous, the levels selected, on the basis of probable exposure scenarios, are sufficient to minimize the threat to human health and the environment while enabling the Agency to implement and enforce these regulations. The one kilogram level for the chemicals will, in the Agency's judgment, bring under full regulation virtually all of the substances being thrown away. The quantity limit for containers which have not been triple rinsed (20 liters) represents the Agency's judgment of probable exposure and consequential injury from the use of discarded containers. The Agency has records of damage incidents resulting from improperly disposed containers that occurred when people salvaged large containers for such uses as garbage containers and barbecue pits. The levels chosen for inner liners and spill residue and debris represent the same type of judgment based on probable exposure.

A number of commenters suggested that the proposed rule regarding containers be revised. The proposal had included within its scope all containers which had not been triple-rinsed. Some commenters argued that there were other effective ways of cleaning containers and therefore the rule was unduly restrictive. One commenter pointed out, for example, that the EPA registered label for certain pesticides requires different rinsing procedures from those specified in the proposed rule. EPA agrees with these comments and has revised the regulation to allow other cleaning methods provided they are equally effective.

The listing of spill residues and debris attracted several comments. One commenter suggested that small quantities of contaminated spill clean-up be excluded. EPA has, in the final regulation, excluded aggregate amounts of less than 100 kilograms. Another commenter felt that EPA should define the term "spill debris" more precisely to avoid including wrecked rail cars or trucks. EPA has chosen not to exclude such debris by definition. If contaminated, these items pose a substantial threat to human health and the environment and should be handled carefully. EPA presumes, however, that in virtually all cases, heavy equipment can be decontaminated and therefore will not become part of the contaminated debris.

C. Delisting

EPA's proposed regulations contained procedures allowing a person to show that a listed waste generated by an individual facility was not hazardous beause of plant-specific variations in raw materials, processes or other factors (§ 250.15). These demonstrations of non-hazardousness were to be based on the results of specific tests for each of the hazardous properties for which the waste was listed (§ 250.15(a)) and submitted and processed in accordance with procedures set forth in § 250.15(c) through (h) of the proposed regulations.

Although virtually all commenters supported the concept of a "delisting" process in principle, most were dissatisfied with the specifics of EPA's proposal. Many criticized the delisting standards as being too inflexible, too vague, and based on tests which EPA itself was unwilling to propose as characteristics or use as listing criteria; some specifically urged that other factors—including how a waste was managed at an individual facility—be considered in determining whether a waste should be delisted. Other commenters objected to the procedures themselves, urging EPA to provide trial-type hearings on delisting petitions, extensive procedural safeguards and multiple administrative appeals.

After re-examining its proposed regulation and considering public comments, EPA has concluded that its delisting procedures should be revised and simplified in four major respects.

First, EPA has concluded that the delisting of a waste from a particular

facility is really a modification of its original listing determination and therefore should take the form of a regulatory amendment to the lists of wastes in Subpart D. The informational requirements for petitions to amend Subpart D to exclude wastes from a particular generating facility are set forth in §§ 260.20 and 260.22 of this Chapter. EPA will follow the Administrative Procedures Act's informal rulemaking procedures in acting on them (*see* § 260.20).

Some commenters argued that EPA's delisting regulations should provide for elaborate adjudicatory hearings with administrative law judges. EPA thinks such procedures would be unduly costly, burdensome and time-consuming and that the relevant issues can be adequately aired and decided in informal rulemaking procedures. EPA is on firm legal ground in this regard, for RCRA requires only informal rulemaking here. The Supreme Court has recently confirmed that an agency need not provide more formal procedures than are specifically required by statute (*Vermont Yankee* v. *NRDC,* 435 U.S. 519, 524 (1978)).

The second major change which EPA has made in its delisting procedures pertains to the effect of filing a petition. In its proposal, EPA stated that a requested exclusion would take effect 90 days after submission, but that the Administrator could revoke the effectiveness at any time thereafter simply by disapproving the demonstration (§ 250.15(d)). In the regulations promulgated today, no exclusion will be deemed effective until either (i) EPA has taken final action under § 260.20(e), or (ii) EPA has granted a temporary exclusion on the grounds of substantial likelihood of success under § 260.22(m).

EPA has concluded that it would be inappropriate to consider a delisting petition effective until EPA has taken some affirmative action in response. Once a listing has been established through rulemaking procedures it must be presumed valid, and those seeking to amend any portion of it should have the burden of establishing the correctness of their position. The proposed provision allowing a demonstration to become effective without EPA action improperly shifted the burden. At the same time, new § 260.22(m) will benefit generators because EPA will be able to grant temporary exclusions in appropriate cases before the rulemaking process is complete.

The third major change which EPA has made to its proposed delisting regulations is to key the standards for approving a delisting petition to the criteria which EPA used to list the waste in the first place. This approach not only is consistent with EPA's decision to treat delisting as a rulemaking, but also is responsive to commenters' criticisms that EPA's proposed delisting standards were unrelated to its listing criteria. Moreover, because the listing criteria have been substantially clarified and expanded (see section V.B.), it is also responsive to objections that those standards were vague, inflexible and failed to consider the multiple factors which might cause a waste to be hazardous.

Two points concerning the standards for granting a delisting petition are deserving of special comment. First, the fact that a waste is properly managed by an individual facility is not grounds for delisting it, any more than the fact that a waste is generally properly managed by industry is grounds for not listing it (see section VII.A.). Second, in the case of a waste which has been listed for acute toxicity, a generator will be required to show not only that the waste does not meet EPA's acute toxicity criterion but also that it does not meet its general toxicity criterion. Although an off-specification acutely toxic waste or a mixture containing an acutely toxic waste may no longer be deadly, it may still continue to pose a substantial hazard to human health and the environment.

The final major revision which EPA has made in its proposed regulations relates to the effect of successful delisting petition. Under the regulations published today, a decision to exclude a waste from the hazardous waste lists in Subpart D is not a decision that the waste is not hazardous. It simply relegates the waste to the same general category as any other unlisted waste—*i.e.,* if the waste exhibits one of the characteristics, it must be regulated as hazardous waste. This approach is necessitated by the fact that wastes from individual facilities may exhibit characteristics not exhibited by waste in general and that, in deciding to list a waste, EPA has not tested it against every one of the characteristics.

VIII. Environmental, Economic and Regulatory Impacts

In accordance with Executive Order 11821, as amended by Executive Order 11949, and Executive Order 12044, EPA has prepared an Environmental Impact Analysis and a Regulatory Analysis of all of its Section 3001 through 3004 regulations. The Agency has also voluntarily prepared an Environmental Impact Statement for these regulations under the National Environmental Policy Act, 42 U.S.C. 4321 *et seq.*

Copies of these documents, and EPA's Reports Impact Analysis and Operations Resources Impact Analysis for Sections 3001 through 3004, may be reviewed in all EPA Regional Office Libraries, and at the EPA headquarters library, Room 2404, 401 M Street, S.W., Washington, D.C. 20460.

Appendix A—Scheduled June Promulgation

Generics

1. Paint residues generated from industrial painting
2. Wastewater treatment sludges from industrial painting [Comment: The above two listing descriptions have been changed from those originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58957) as: Paint wastes (such as used rags, slops latex sludge, spent solvent); Water-based paint waste; and Waste paint and varnish remover or stripper.]

Process Wastes

1. Woven fabric dying and finishing wastewater treatment sludges
2. Mercury bearing sludges from brine treatment and mercury bearing brine purification muds from the mercury cell process in chlorine production [Comment: This listing description includes two wastes which were originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Mercury bearing sludges from brine purification muds from mercury cell process in chlorine production and mercury bearing brine purification muds from mercury cell process in chlorine production.]
3. Wastewater treatment sludge from the diaphragm cell process using graphite anodes in the production of chlorine [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Wastewater treatment sludge from diaphragm cell process in production of chlorine.]
4. Chlorinated hydrocarbon bearing wastes from the diaphragm cell process using graphite anodes in chlorine production [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Chlorinated hydrocarbon wastes from diaphragm cell process in chlorine production.]
5. Wastewater treatment sludges from the production of TiO_2 pigment using chromium bearing ores by the chloride process [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Chromium bearing wastewater treatment sludges from the production of TiO_2 pigment by the chloride process.]

6. Wastewater treatment sludges from the production of TiO_2 pigment using chromium bearing ores by the sulfate process [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Chromium bearing wastewater treatment sludges from the production of TiO_2 pigment by the sulfate process.]
7. Arsenic bearing sludges from the purification process in the production of antimony oxide
8. Antimony bearing wastewater treatment sludge from the production of antimony oxide
9. Solvent cleaning wastes from paint manufacturing
10. Water cleaning wastes from paint manufacturing
11. Caustic cleaning wastes from paint manufacturing
12. Wastewater treatment sludges from paint manufacturing
13. Air pollution control sludges from paint manufacturing [Comment: The above five listing descriptions have been changed from those originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Wastewater treatment sludges from paint production and Air pollution control sludges from paint production.]
14. Still bottoms from aniline production
15. Sludges, wastes from tub washers (Ink Formulation)
16. Coking: Decanter tank tar/pitch/sludge [Comment: This listing description includes two wastes which were originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58959) as: Coking: Decanter tank tar and Coking: Decanter tank pitch sludge.]
17. Spend potliners (cathodes) from primary aluminum production
18. Lead bearing wastewater treatment sludges from gray iron foundries
19. Arsenic or organo-arsenic containing wastewater treatment sludges from the production of veterinary pharmaceuticals
20. Distillation residue from the separation of chlorobenzenes in the production of chlorobenzenes [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Distillation residues from fractionating tower for recovery of benzene and chlorobenzenes.]
21. Emission control dust/sludge from ferrochromium-silicon production [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58959) as: Ferrochromesilicon furnace emission control dust or sludge.]
22. Emission control dust/sludge from ferrochrome production [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58959) as: Ferrochrome emissions control: furnace baghouse dust, and ESP dust.]
23. Emission control dust/sludge from ferromanganese production [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58959) as: Ferromanganese emission control: baghouse dusts and scrub water solids.]

Appendix B*—Scheduled Fall Promulgation

Generic

1. Reactor clean-up wastes from the chlorination, dehydrochlorination, or oxychlorination of aliphatic hydrocarbons
2. Fractionation bottoms from the separation of chlorination hydrocarbons
3. Distillation bottoms from the separation of chlorinated aliphatic hydrocarbons
4. Washer wastes from the production of chlorinated aliphatic hydrocarbons
5. Spent catalyst from the production of chlorinated aliphatic hydrocarbons
6. Reactor clean-up wastes from the chlorination of cyclic aliphatic hydrocarbons
7. Fractionation bottoms from the separation of chlorinated cyclic aliphatic hydrocarbons
8. Distillation bottoms from the separation of chlorinated cyclic aliphatic hydrocarbons
9. Washer wastes from the production of chlorinated cyclic aliphatic hydrocarbons
10. Spent catalyst from the production of chlorinated cyclic aliphatic hydrocarbons
11. Batch residues from the batch production of chlorinated polymers
12. Solution residues from the production of chlorinated polymers
13. Reactor clean-up wastes from the chlorination of aromatic hydrocarbons
14. Fractionation bottoms from the separation of chlorinated aromatic hydrocarbons
15. Distillation bottoms from the separation of chlorinated aromatic hydrocarbons
16. Washer wastes from the production of chlorinated aromatic hydrocarbons
17. Waste Oil [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58957) as: Waste lubricating oil and Waste hydraulic or cutting oil.]
18. Polychlorinated biphenyls (PCB) and PCB items as defined in 40 CFR Part 761 [Comment: The Agency indicated in the preamble to the Section 3004 regulations (43 FR 58993), their intention to integrate the TSCA regulations for the disposal of PCB's with the RCRA hazardous waste regulations.]

Process Wastes

1. Sub-ore from underground and surface mining of uranium, overburden from surface mining of uranium and waste rock from underground mining of uranium with a radium-226 activity in excess of 5pCi/gm [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Waste rock and overburden from uranium mining.]
2. Leach zone overburden and discarded phosphate ore from phosphate surface mining and slimes from phosphate ore beneficiation [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Overburden and slimes from phosphate surface mining.]
3. Waste gypsum from processing phosphate ore to produce phosphoric acid [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Waste gypsum from phosphoric acid production.]
4. Slag and fluid bed prills from processing phosphate ore to produce elemental phosphorous [Comment: This listing description was originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58958) as: Slag and fluid bed prills from elemental phosphorous production.]
5. Washwater/sludges from ink printing equipment clean-up [Comment: This listing description includes three wastes which were originally proposed on August 22, 1979 (44 FR 49403 and 49404) as: Waste from equipment cleaning from flexoprinting in the manufacture of paperboard boxes; Waste from press clean-up in newspaper printing and Wash water from printing ink equipment cleaning.]
6. Wastes from photographic processing [Comment: This listing was originally proposed on August 22, 1979 (44 FR 49404) as: Waste Ferricyanide bleach, dichromate bleach, color developer (Agfa), bleach fix (Agfa) and acid solution from photographic processing.]
7. Lead acid storage battery production wastewater treatment sludges
8. Lead acid storage battery production clean-up wastes from cathode and anode paste production

*Since these wastes will not be promulgated until the fall, the listing descriptions for some of these wastes may change as additional information is gathered.

9. Nickel cadmium battery production wastewater treatment sludges
10. Lead slag from lead alkyl production
11. Emission control dust/sludge from reverberatory furnace and converters from primary copper production [Comment: This listing description was included in the listing description originally proposed on December 18, 1978 (43 FR 58959) as: Primary copper smelting and refining electric furnace slag, converter dust, acid plant sludge and reverberatory dust.]

Dated: May 2, 1980.

Douglas M. Costle,

Administrator.

Title 40 of the Code of Federal Regulations is amended by adding the following new Part 261:

PART 261—IDENTIFICATION AND LISTING OF HAZARDOUS WASTE

Subpart A—General

Sec.

261.1 Purpose and scope.
261.2 Definition of solid waste.
261.3 Definition of hazardous waste.
261.4 Exclusions.
261.5 Special requirements for hazardous waste produced by small quantity generators.
261.6 Special requirements for hazardous waste which is used, re-used, recycled or reclaimed.

Subpart B—Criteria for Identifying the Characteristics of Hazardous Waste and for Listing Hazardous Wastes

261.10 Criteria for identifying the characteristics of hazardous wastes.
261.11 Criteria for listing hazardous waste.

Subpart C—Characteristics of Hazardous Waste

261.20 General.
261.21 Characteristic of ignitability.
261.22 Characteristic of corrosivity.
261.23 Characteristic of reactivity.
261.24 Characteristic of EP toxicity.

Subpart D—Lists of Hazardous Wastes

261.30 General.
261.31 Hazardous wastes from non-specific sources.
261.32 Hazardous wastes from specific sources.
261.33 Discarded commercial chemical products and associated off-specification materials, containers and spill residues.

Appendices

Appendix I—Representative Sampling Methods
Appendix II—EP Toxicity Test Procedures
Appendix III—Chemical Analysis Test Methods
Appendix IV—[Reserved for Radioactive Waste Test Methods]
Appendix V—[Reserved for Infectious Waste Treatment Specifications]
Appendix VI—[Reserved for Etiologic Agents]
Appendix VII—Basis for Listing
Appendix VIII—Hazardous Constituents

Authority: Secs. 1006, 2002(a), 3001, and 3002 of the Solid Waste Disposal Act, as amended by the Resource Conservation and Recovery Act of 1976, as amended (42 U.S.C. 6905, 6912, 6921 and 6922).

Subpart A—General

§ 261.1 Purpose and scope.

(a) This Part identifies those solid wastes which are subject to regulation as hazardous wastes under Parts 262 through 265 and Parts 122 through 124 of this Chapter and which are subject to the notification requirements of Section 3010 of RCRA. In this Part:

(1) Subpart A defines the terms "solid waste" and "hazardous waste," identifies those wastes which are excluded from regulation under Parts 262 through 265 and 122 through 124 and establishes special management requirements for hazardous waste produced by small quantity generators and hazardous waste which is used, re-used, recycled or reclaimed.

(2) Subpart B sets forth the criteria used by EPA to identify characteristics of hazardous waste and to list particular hazardous wastes.

(3) Subpart C identifies characteristics of hazardous waste.

(4) Subpart D lists particular hazardous wastes.

(b) This Part identifies only some of the materials which are hazardous wastes under Sections 3007 and 7003 of RCRA. A material which is not a hazardous waste identified in this part is still a hazardous waste for purposes of those sections if:

(1) In the case of Section 3007, EPA has reason to believe that the material may be a hazardous waste within the meaning of Section 1004(5) of RCRA.

(2) In the case of Section 7003, the statutory elements are established.

§ 261.2 Definition of solid waste.

(a) A solid waste is any garbage, refuse, sludge or any other waste material which is not excluded under § 261.4(a).

(b) An "other waste material" is any solid, liquid, semi-solid or contained gaseous material, resulting from industrial, commercial, mining or agricultural operations, or from community activities which:

(1) Is discarded or is being accumulated, stored or physically, chemically or biologically treated prior to being discarded; or

(2) Has served its original intended use and sometimes is discarded; or

(3) Is a manufacuring or mining by-product and sometimes is discarded.

(c) A material is "discarded" if it is abandoned (and not used, re-used, reclaimed or recycled) by being:

(1) Disposed of; or

(2) Burned or incinerated, except where the material is being burned as a fuel for the purpose of recovering usable energy; or

(3) Physically, chemically, or biologically treated (other than burned or incinerated) in lieu of or prior to being disposed of.

(d) A material is "disposed of" if it is discharged, deposited, injected, dumped, spilled, leaked or placed into or on any land or water so that such material or any constituent thereof may enter the environment or be emitted into the air or discharged into ground or surface waters.

(e) A "manufacturing or mining by-product" is a material that is not one of the primary products of a particular manufacturing or mining operation, is a secondary and incidental product of the particular operation and would not be solely and separately manufactured or mined by the particular manufacturing or mining operation. The term does not include an intermediate manufacturing or mining product which results from one of the steps in a manufacturing or mining process and is typically processed through the next step of the process within a short time.

§ 261.3 Definition of hazardous waste.

(a) A solid waste, as defined in § 261.2, is a hazardous waste if:

(1) It is not excluded from regulation as a hazardous waste under § 261.4(b); and

(2) It meets any of the following criteria:

(i) It is listed in Subpart D and has not been excluded from the lists in Subpart D under §§ 260.20 and 260.22 of this Chapter.

(ii) It is a mixture of solid waste and one or more hazardous wastes listed in Subpart D and has not been excluded from this paragraph under §§ 260.20 and 260.22 of this Chapter.

(iii) It exhibits any of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart C.

(b) A solid waste which is not excluded from regulation under paragraph (a)(1) of this section becomes a hazardous waste when any of the following events occur:

(1) In the case of a waste listed in Subpart D, when the waste first meets the listing description set forth in Subpart D.

(2) In the case of a mixture of solid waste and one or more listed hazardous wastes, when a hazardous waste listed

in Subpart D is first added to the solid waste.

(3) In the case of any other waste (including a waste mixture), when the waste exhibits any of the characteristics identified in Subpart C.

(c) Unless and until it meets the criteria of paragraph (d):

(1) A hazardous waste will remain a hazardous waste.

(2) Any solid waste generated from the treatment, storage or disposal of a hazardous waste, including any sludge, spill residue, ash, emission control dust or leachate (but not including precipitation run-off), is a hazardous waste.

(d) Any solid waste described in paragraph (c) of this section is not a hazardous waste if it meets the following criteria:

(1) In the case of any solid waste, it does not exhibit any of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart C.

(2) In the case of a waste which is a listed waste under Subpart D, contains a waste listed under Subpart D or is derived from a waste listed in Subpart D, it also has been excluded from paragraph (c) under §§ 260.20 and 260.22 of this Chapter.

§ 261.4 Exclusions.

(a) *Materials which are not solid wastes.* The following materials are not solid wastes for the purpose of this Part:

(1) (i) Domestic sewage; and

(ii) Any mixture of domestic sewage and other wastes that passes through a sewer system to a publicly-owned treatment works for treatment. "Domestic sewage" means untreated sanitary wastes that pass through a sewer system.

(2) Industrial wastewater discharges that are point source discharges subject to regulation under Section 402 of the Clean Water Act, as amended.

[Comment: This exclusion applies only to the actual point source discharge. It does not exclude industrial wastewaters while they are being collected, stored or treated before discharge, nor does it exclude sludges that are generated by industrial wastewater treatment.]

(3) Irrigation return flows.

(4) Source, special nuclear or by-product material as defined by the Atomic Energy Act of 1954, as amended, 42 U.S.C. 2011 *et seq.*

(5) Materials subjected to in-situ mining techniques which are not removed from the ground as part of the extraction process.

(b) *Solid wastes which are not hazardous wastes.* The following solid wastes are not hazardous wastes:

(1) Household waste, including household waste that has been collected, transported, stored, treated, disposed, recovered (e.g., refuse-derived fuel) or reused. "Household waste" means any waste material (including garbage, trash and sanitary wastes in septic tanks) derived from households (including single and multiple residences, hotels and motels.)

(2) Solid wastes generated by any of the following and which are returned to the soils as fertilizers:

(i) The growing and harvesting of agricultural crops.

(ii) The raising of animals, including animal manures.

(3) Mining overburden returned to the mine site.

(4) Fly ash waste, bottom ash waste, slag waste, and flue gas emission control waste generated primarily from the combustion of coal or other fossil fuels.

(5) Drilling fluids, produced waters, and other wastes associated with the exploration, development, or production of crude oil, natural gas or geothermal energy.

§ 261.5 Special requirements for hazardous waste generated by small quantity generators.

(a) Except as otherwise provided in this section, if a person generates, in a calendar month, a total of less than 1000 kilograms of hazardous wastes, those wastes are not subject to regulation under Parts 262 through 265 and Parts 122 through 124 of this Chapter, and the notification requirements of Section 3010 of RCRA.

(b) If a person whose waste has been excluded from regulation under paragraph (a) of this Section accumulates hazardous wastes in quantities greater than 1000 kilograms, those accumulated wastes are subject to regulation under Parts 262 through 265 and Parts 122 through 124 of this Chapter, and the notification requirements of Section 3010 of RCRA.

(c) If a person generates in a calendar month or accumulates at any time any of the following hazardous wastes in quantities greater than set forth below, those wastes are subject to regulation under Parts 262 through 265 and Parts 122 through 124 of this Chapter, and the notification requirements of Section 3010 of RCRA:

(1) One kilogram of any commercial product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in § 261.33(e).

(2) One kilogram of any off-specification commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in § 261.33(e).

(3) Any containers identified in § 261.33(c) that are larger than 20 liters in capacity;

(4) 10 kilograms of inner liners from containers identified under § 261.33(c);

(5) 100 kilograms of any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in § 261.33(e).

(d) In order for hazardous waste to be excluded from regulation under this section, the generator must comply with § 262.11 of this Chapter. He must also either treat or dispose of the waste in an on-site facility, or ensure delivery to an off-site treatment, storage or disposal facility, either of which is:

(1) Permitted by EPA under Part 122 of this Chapter, or by a State with a hazardous waste management program authorized under Part 123 of this Chapter;

(2) In interim status under Parts 122 and 265 of this Chapter; or,

(3) Permitted, licensed, or registered by a State to manage municipal or industrial solid waste.

(e) Hazardous waste subject to the reduced requirements of this section may be mixed with non-hazardous waste and remain subject to these reduced requirements even though the resultant mixture exceeds the quantity limitations identified in this section, unless the mixture meets any of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart C.

§ 261.6 Special requirements for hazardous waste which is used, re-used, recycled or reclaimed.

(a) Except as otherwise provided in paragraph (b) of this section, a hazardous waste which meets either of the following criteria is not subject to regulation under Parts 262 through 265 or Parts 122 through 124 of this Chapter and is not subject to the notification requirements of Section 3010 of RCRA until such time as the Administrator promulgates regulations to the contrary:

(1) It is being beneficially used or re-used or legitimately recycled or reclaimed.

(2) It is being accumulated, stored or physically, chemically or biologically treated prior to beneficial use or re-use or legitimate recycling or reclamation.

(b) A hazardous waste which is a sludge, or which is listed in Subpart D, or which contains one or more hazardous wastes listed in Subpart D; and which is transported or stored prior

to being used, re-used, recycled or reclaimed is subject to the following requirements with respect to such transportation or storage:

(1) Notification requirements under Section 3010 RCRA.

(2) Part 262 of this Chapter.

(3) Part 263 of this Chapter.

(4) Subparts A, B, C, D and E of Part 264 of this Chapter.

(5) Subparts A, B, C, D, E, G, H, I, J and L of Part 265 of this Chapter.

(6) Parts 122 and 124 of this Chapter, with respect to storage facilities.

Subpart B—Criteria for Identifying the Characteristics of Hazardous Waste and for Listing Hazardous Waste

§ 261.10 Criteria for identifying the characteristics of hazardous waste.

(a) The Administrator shall identify and define a characteristic of hazardous waste in Subpart C only upon determining that:

(1) A solid waste that exhibits the characteristic may:

(i) Cause, or significantly contribute to, an increase in mortality or an increase in serious irreversible, or incapacitating reversible, illness; or

(ii) Pose a substantial present or potential hazard to human health or the environment when it is improperly treated, stored, transported, disposed of or otherwise managed; and

(2) The characteristic can be:

(i) Measured by an available standardized test method which is reasonably within the capability of generators of solid waste or private sector laboratories that are available to serve generators of solid waste; or

(ii) Reasonably detected by generators of solid waste through their knowledge of their waste.

§ 261.11 Criteria for listing hazardous waste.

(a) The Administrator shall list a solid waste as a hazardous waste only upon determining that the solid waste meets one of the following criteria:

(1) It exhibits any of the characteristics of hazardous waste identified in Subpart C.

(2) It has been found to be fatal to humans in low doses or, in the absence of data on human toxicity, it has been shown in studies to have an oral LD 50 toxicity (rat) of less than 50 milligrams per kilogram, an inhalation LC 50 toxicity (rat) of less than 2 milligrams per liter, or a dermal LD 50 toxicity (rabbit) of less than 200 milligrams per kilogram or is otherwise capable of causing or significantly contributing to an increase in serious irreversible, or incapacitating reversible, illness. (Waste listed in accordance with these criteria will be designated Acute Hazardous Waste.)

(3) It contains any of the toxic constituents listed in Appendix VIII unless, after considering any of the following factors, the Administrator concludes that the waste is not capable of posing a substantial present or potential hazard to human health or the environment when improperly treated, stored, transported or disposed of, or otherwise managed:

(i) The nature of the toxicity presented by the constituent.

(ii) The concentration of the constituent in the waste.

(iii) The potential of the constituent or any toxic degradation product of the constituent to migrate from the waste into the environment under the types of improper management considered in paragraph (a)(3)(vii) of this section.

(iv) The persistence of the constituent or any toxic degradation product of the constituent.

(v) The potential for the constituent or any toxic degradation product of the constituent to degrade into non-harmful constituents and the rate of degradation.

(vi) The degree to which the constituent or any degradation product of the constituent bioaccumulates in ecosystems.

(vii) The plausible types of improper management to which the waste could be subjected.

(viii) The quantities of the waste generated at individual generation sites or on a regional or national basis.

(ix) The nature and severity of the human health and environmental damage that has occurred as a result of the improper management of wastes containing the constituent.

(x) Action taken by other governmental agencies or regulatory programs based on the health or environmental hazard posed by the waste or waste constituent.

(xi) Such other factors as may be appropriate.

Substances will be listed on Appendix VIII only if they have been shown in scientific studies to have toxic, carcinogenic, mutagenic or teratogenic effects on humans or other life forms.

(Wastes listed in accordance with these criteria will be designated Toxic wastes.)

(b) The Administrator may list classes or types of solid waste as hazardous waste if he has reason to believe that individual wastes, within the class or type of waste, typically or frequently are hazardous under the definition of hazardous waste found in Section 1004(5) of the Act.

(c) The Administrator will use the criteria for listing specified in this section to establish the exclusion limits referred to in § 261.5(c).

Subpart C—Characteristics of Hazardous Waste

§ 261.20 General.

(a) A solid waste, as defined in § 261.2, which is not excluded from regulation as a hazardous waste under § 261.4(b), is a hazardous waste if it exhibits any of the characteristics identified in this Subpart.

[Comment: § 262.11 of this Chapter sets forth the generator's responsibility to determine whether his waste exhibits one or more of the characteristics identified in this Subpart]

(b) A hazardous waste which is identified by a characteristic in this subpart, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, is assigned the EPA Hazardous Waste Number set forth in the respective characteristic in this Subpart. This number must be used in complying with the notification requirements of Section 3010 of the Act and certain recordkeeping and reporting requirements under Parts 262 through 265 and Part 122 of this Chapter.

(c) For purposes of this Subpart, the Administrator will consider a sample obtained using any of the applicable sampling methods specified in Appendix I to be a representative sample within the meaning of Part 260 of this Chapter.

[Comment: Since the Appendix I sampling methods are not being formally adopted by the Administrator, a person who desires to employ an alternative sampling method is not required to demonstrate the equivalency of his method under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21.]

§ 261.21 Characteristic of ignitability.

(a) A solid waste exhibits the characteristic of ignitability if a representative sample of the waste has any of the following properties:

(1) It is a liquid, other than an aqueous solution containing less than 24 percent alcohol by volume, and has a flash point less than 60°C (140°F), as determined by a Pensky-Martens Closed Cup Tester, using the test method specified in ASTM Standard D–93–79, or a Setaflash Closed Cup Tester, using the test method specified in ASTM standard D–3278–78, or as determined by an equivalent test method approved by the Administrator under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21.[1]

[1] ASTM Standards are available from ASTM, 1916 Race Street, Philadelphia, PA 19103.

(2) It is not a liquid and is capable, under standard temperature and pressure, of causing fire through friction, absorption of moisture or spontaneous chemical changes and, when ignited, burns so vigorously and persistently that is creates a hazard.

(3) It is an ignitable compressed gas as defined in 49 CFR 173.300 and as determined by the test methods described in that regulation or equivalent test methods approved by the Administrator under §§ 260.20 and 260.21.

(4) It is an oxidizer as defined in 49 CFR 173.151.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of ignitability, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D001.

§ 261.22 Characteristic of corrosivity.

(a) A solid waste exhibits the characteristic of corrosivity if a representative sample of the waste has either of the following properties:

(1) It is aqueous and has a pH less than or equal to 2 or greater than or equal to 12.5, as determined by a pH meter using either the test method specified in the "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods" [2] (also described in "Methods for Analysis of Water and Wastes" EPA 600/4–79–020, March 1979), or an equivalent test method approved by the Administrator under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21.

(2) It is a liquid and corrodes steel (SAE 1020) at a rate greater than 6.35 mm (0.250 inch) per year at a test temperature of 55°C (130°F) as determined by the test method specified in NACE (National Association of Corrosion Engineers) Standard TM–01–69 [3] as standardized in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," or an equivalent test method approved by the Administrator under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of corrosivity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D002.

[2] This document is available from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268.

[3] The NACE Standard is available from the National Association of Corrosion Engineers, P.O. Box 986, Katy, Texas 77450.

§ 261.23 Characteristic of reactivity.

(a) A solid waste exhibits the characteristic of reactivity if a representative sample of the waste has *any* of the following properties:

(1) It is normally unstable and readily undergoes violent change without detonating.

(2) It reacts violently with water.

(3) It forms potentially explosive mixtures with water.

(4) When mixed with water, it generates toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.

(5) It is a cyanide or sulfide bearing waste which, when exposed to pH conditions between 2 and 12.5, can generate toxic gases, vapors or fumes in a quantity sufficient to present a danger to human health or the environment.

(6) It is capable of detonation or explosive reaction if it is subjected to a strong initiating source or if heated under confinement.

(7) It is readily capable of detonation or explosive decomposition or reaction at standard temperature and pressure.

(8) It is a forbidden explosive as defined in 49 CFR 173.51, or a Class A explosive as defined in 49 CFR 173.53 or a Class B explosive as defined in 49 CFR 173.88.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of reactivity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number of D003.

§ 261.24 Characteristic of EP Toxicity.

(a) A solid waste exhibits the characteristic of EP toxicity if, using the test methods described in Appendix II or equivalent methods approved by the Administrator under the procedures set forth in §§ 260.20 and 260.21, the extract from a representative sample of the waste contains any of the contaminants listed in Table I at a concentration equal to or greater than the respective value given in that Table. Where the waste contains less than 0.5 percent filterable solids, the waste itself, after filtering, is considered to be the extract for the purposes of this section.

(b) A solid waste that exhibits the characteristic of EP toxicity, but is not listed as a hazardous waste in Subpart D, has the EPA Hazardous Waste Number specified in Table I which corresponds to the toxic contaminant causing it to be hazardous.

Table I.—Maximum Concentration of Contaminants for Characteristic of EP Toxicity— Continued

EPA hazardous waste number	Contaminant	Maximum concentration (milligrams per liter)
D004	Arsenic	5.0
D005	Barium	100.0
D006	Cadmium	1.0
D007	Chromium	5.0
D008	Lead	5.0
D009	Mercury	0.2
D010	Selenium	1.0
D011	Silver	5.0
D012	Endrin (1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-endo, endo-5,8-dimethano naphthalene.	0.02
D013	Lindane (1,2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexane, gamma isomer.	0.4
D014	Methoxychlor (1,1,1-Trichloro-2,2-bis [p-methoxyphenyl]ethane).	10.0
D015	Toxaphene ($C_{10}H_{10}Cl_8$, Technical chlorinated camphene, 67–69 percent chlorine).	0.5
D016	2,4-D, (2,4-Dichlorophenoxyacetic acid).	10.0
D017	2,4,5-TP Silvex (2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid).	1.0

Subpart D—Lists of Hazardous Wastes

§ 261.30 General.

(a) A solid waste is a hazardous waste if it is listed in this Subpart, unless it has been excluded from this list under §§ 260.20 and 260.22.

(b) The Administrator will indicate his basis for listing the classes or types of wastes listed in this Subpart by employing one or more of the following Hazard Codes:

Ignitable Waste	(I)
Corrosive Waste	(C)
Reactive Waste	(R)
EP Toxic Waste	(E)
Acute Hazardous Waste	(H)
Toxic Waste	(T)

Appendix VII identifies the constituent which caused the Administrator to list the waste as an EP Toxic Waste (E) or Toxic Waste (T) in §§ 261.31 and 261.32.

(c) Each hazardous waste listed in this Subpart is assigned an EPA Hazardous Waste Number which precedes the name of the waste. This number must be used in complying with the notification requirements of Section 3010 of the Act and certain recordkeeping and reporting requirements under Parts 262 through 265 and Part 122 of this Chapter.

(d) Certain of the hazardous wastes listed in § 261.31 or § 261.32 have exclusion limits that refer to § 261.5(c)(5).

§ 261.31 Hazardous waste from nonspecific sources.

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Generic:		
F001	The spent halogenated solvents used in degreasing, tetrachloroethylene, trichloroethylene, methylene chloride, 1,1,1-trichloroethane, carbon tetrachloride, and the chlorinated fluorocarbons; and sludges from the recovery of these solvents in degreasing operations.	(T)
F002	The spent halogenated solvents, tetrachloroethylene, methylene chloride, trichloroethylene, 1,1,1-trichloroethane, chlorobenzene, 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane, o-dichlorobenzene, trichlorofluoromethane and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(T)
F003	The spent non-halogenated solvents, xylene, acetone, ethyl acetate, ethyl benzene, ethyl ether, n-butyl alcohol, cyclohexanone, and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(I)
F004	The spent non-halogenated solvents, cresols and cresylic acid, nitrobenzene, and the still bottoms from the recovery of these solvents	(T)
F005	The spent non-halogenated solvents, methanol, toluene, methyl ethyl ketone, methyl isobutyl ketone, carbon disulfide, isobutanol, pyridine and the still bottoms from the recovery of these solvents.	(I, T)
F006	Wastewater treatment sludges from electroplating operations	(T)
F007	Spent plating bath solutions from electroplating operations	(R, T)
F008	Plating bath sludges from the bottom of plating baths from electroplating operations	(R, T)
F009	Spent stripping and cleaning bath solutions from electroplating operations	(R, T)
F010	Quenching bath sludge from oil baths from metal heat treating operations	(R, T)
F011	Spent solutions from salt bath pot cleaning from metal heat treating operations	(R, T)
F012	Quenching wastewater treatment sludges from metal heat treating operations	(R, T)
F013	Flotation tailings from selective flotation from mineral metals recovery operations	(T)
F014	Cyanidation wastewater treatment tailing pond sediment from mineral metals recovery operations	(T)
F015	Spent cyanide bath solutions from mineral metals recovery operations	(R, T)
F016	Dewatered air pollution control scrubber sludges from coke ovens and blast furnaces	(T)

§ 261.32 Hazardous waste from specific sources.

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
Wood Preservation: K001	Bottom sediment sludge from the treatment of wastewaters from wood preserving processes that use creosote and/or pentachlorophenol	(T)
Inorganic Pigments:		
K002	Wastewater treatment sludge from the production of chrome yellow and orange pigments	(T)
K003	Wastewater treatment sludge from the production of molybdate orange pigments	(T)
K004	Wastewater treatment sludge from the production of zinc yellow pigments	(T)
K005	Wastewater treatment sludge from the production of chrome green pigments	(T)
K006	Wastewater treatment sludge from the production of chrome oxide green pigments (anhydrous and hydrated)	(T)
K007	Wastewater treatment sludge from the production of iron blue pigments	(T)
K008	Oven residue from the production of chrome oxide green pigments	(T)
Organic Chemicals:		
K009	Distillation bottoms from the production of acetaldehyde from ethylene	(T)
K010	Distillation side cuts from the production of acetaldehyde from ethylene	(T)
K011	Bottom stream from the wastewater stripper in the production of acrylonitrile	(R, T)
K012	Still bottoms from the final purification of acrylonitrile in the production of acrylonitrile	(R, T)
K013	Bottom stream from the acetonitrile column in the production of acrylonitrile	(R, T)
K014	Bottoms from the acetronitrile purification column in the production of acrylonitrile	(T)
K015	Still bottoms from the distillation of benzyl chloride	(T)
K016	Heavy ends or distillation residues from the production of carbon tetrachloride	(T)
K017	Heavy ends (still bottoms) from the purification column in the production of epichlorohydrin	(T)
K018	Heavy ends from fractionation in ethyl chloride production	(T)
K019	Heavy ends from the distillation of ethylene dichloride in ethylene dichloride production	(T)
K020	Heavy ends from the distillation of vinyl chloride in vinyl chloride monomer production	(T)
K021	Aqueous spent antimony catalyst waste from fluoromethanes production	(T)
K022	Distillation bottom tars from the production of phenol/acetone from cumene	(T)
K023	Distillation light ends from the production of phthalic anhydride from naphthalene	(T)
K024	Distillation bottoms from the production of phthalic anhydride from naphthalene	(T)
K025	Distillation bottoms from the production of nitrobenzene by the nitration of benzene	(T)
K026	Stripping still tails from the production of methyl ethyl pyridines	(T)
K027	Centrifuge residue from toluene diisocyanate production	(R, T)
K028	Spent catalyst from the hydrochlorinator reactor in the production of 1,1,1-trichloroethane	(T)
K029	Waste from the product stream stripper in the production of 1,1,1-trichloroethane	(T)
K030	Column bottoms or heavy ends from the combined production of trichloroethylene and perchloroethylene	(T)
Pesticides:		
K031	By-products salts generated in the production of MSMA and cacodylic acid	(T)
K032	Wastewater treatment sludge from the production of chlordane	(T)
K033	Wastewater and scrub water from the chlorination of cyclopentadiene in the production of chlordane	(T)
K034	Filter solids from the filtration of hexachlorocyclopentadiene in the production of chlordane	(T)
K035	Wastewater treatment sludges generated in the production of creosote	(T)
K036	Still bottoms from toluene reclamation distillation in the production of disulfoton	(T)
K037	Wastewater treatment sludges from the production of disulfoton	(T)
K038	Wastewater from the washing and stripping of phorate production	(T)
K039	Filter cake from the filtration of diethylphosphorodithoric acid in the production of phorate	(T)
K040	Wastewater treatment sludge from the production of phorate	(T)
K041	Wastewater treatment sludge from the production of toxaphene	(T)
K042	Heavy ends or distillation residues from the distillation of tetrachlorobenzene in the production of 2,4,5-T	(T)
K043	2,6-Dichlorophenol waste from the production of 2,4-D	(T)
Explosives:		
K044	Wastewater treatment sludges from the manufacturing and processing of explosives	(R)
K045	Spent carbon from the treatment of wastewater containing explosives	(R)
K046	Wastewater treatment sludges from the manufacturing, formulation and loading of lead-based initiating compounds	(T)
K047	Pink/red water from TNT operations	(R)
Petroleum Refining:		
K048	Dissolved air flotation (DAF) float from the petroleum refining industry	(T)
K049	Slop oil emulsion solids from the petroleum refining industry	(T)
K050	Heat exchanger bundle cleaning sludge from the petroleum refining industry	(T)
K051	API separator sludge from the petroleum refining industry	(T)
K052	Tank bottoms (leaded) from the petroleum refining industry	(T)
Leather Tanning Finishing:		
K053	Chrome (blue) trimmings generated by the following subcategories of the leather tanning and finishing industry: hair pulp/chrome tan/retan/wet finish; hair save/chrome tan/retan/wet finish; retan/wet finish; no beamhouse; through-the-blue; and shearling.	(T)

§ 261.32 Hazardous waste from specific sources.—Continued

Industry and EPA hazardous waste No.	Hazardous waste	Hazard code
K054	Chrome (blue) shavings generated by the following subcategories of the leather tanning and finishing industry: hair pulp/chrome tan/retan/wet finish; hair save/chrome tan/retan/wet finish; retan/wet finish; no beamhouse; through-the-blue; and shearling.	(T)
K055	Buffing dust generated by the following subcategories of the leather tanning and finishing industry: hair pulp/chrome tan/retan/wet finish; hair save/chrome tan/retan/wet finish; retan/wet finish; no beamhouse; and through-the-blue.	(T)
K056	Sewer screenings generated by the following subcategories of the leather tanning and finishing industry: hair pulp/chrome tan/retan/wet finish; hair save/chrome tan/retan/wet finish; retan/wet finish; no beamhouse; through-the-blue; and shearling.	(T)
K057	Wastewater treatment sludges generated by the following subcategories of the leather tanning and finishing industry: hair pulp/chrome tan/retan/wet finish; hair save/chrome tan/retan/wet finish; retan/wet finish; no beamhouse; through-the-blue and shearling.	(T)
K058	Wastewater treatment sludges generated by the following subcategories of the leather tanning and finishing industry: hair pulp/chrome tan/retan/wet finish; hair save/chrome tan/retan/wet finish; and through-the-blue.	(R, T)
K059	Wastewater treatment sludges generated by the following subcategory of the leather tanning and finishing industry: hair save/non-chrome tan/retan/wet finish.	(R)
Iron and Steel:		
K060	Ammonia still lime sludge from coking operations	(T)
K061	Emission control dust/sludge from the electric furnace production of steel	(C, T)
K062	Spent pickle liquor from steel finishing operations	(C)
K063	Sludge from lime treatment of spent pickle liquor from steel finishing operations	(T)
Primary Copper: K064	Acid plant blowdown slurry/sludge resulting from the thickening of blowdown slurry from primary copper production	(T)
Primary Lead: K065	Surface impoundment solids contained in and dredged from surface impoundments at primary lead smelting facilities	(T)
Primary Zinc:		
K066	Sludge from treatment of process wastewater and/or acid plant blowdown from primary zinc production	(T)
K067	Electrolytic anode slimes/sludges from primary zinc production	(T)
K068	Cadmium plant leach residue (iron oxide) from primary zinc production	(T)
Secondary Lead: K069	Emission control dust/sludge from secondary lead smelting	(T)

§ 261.33 Discarded Commercial Chemical Products, Off-Specification Species, Containers, and Spill Residues Thereof.

The following materials or items are hazardous wastes if and when they are discarded or intended to be discarded:

(a) Any commercial chemical product, or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(b) Any off-specification commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate which, if it met specifications, would have the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this section.

(c) Any container or inner liner removed from a container that has been used to hold any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraph (e) of this section, unless:

(1) The container or inner liner has been triple rinsed using a solvent capable of removing the commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate;

(2) The container or inner liner has been cleaned by another method that has been shown in the scientific literature, or by tests conducted by the generator, to achieve equivalent removal; or

(3) In the case of a container, the inner liner that prevented contact of the commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate with the container, has been removed.

(d) Any residue or contaminated soil, water or other debris resulting from the cleanup of a spill, into or on any land or water, of any commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in paragraphs (e) or (f) of this Section.

[Comment: The phrase "commercial chemical product or manufacturing chemical intermediate having the generic name listed in . . ." refers to a chemical substance which is manufactured or formulated for commercial or manufacturing use. It does not refer to a material, such as a manufacturing process waste, that contains any of the substances listed in paragraphs (e) or (f). Where a manufacturing process waste is deemed to be a hazardous waste because it contains a substance listed in paragraphs (e) or (f), such waste will be listed in either §§ 261.31 or 261.32 or will be identified as a hazardous waste by the characteristics set forth in Subpart C of this Part.]

(e) The commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates, referred to in paragraphs (a) through (d) of this section, are identified as acute hazardous wastes (H) and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5(c). These wastes and their corresponding EPA Hazardous Waste Numbers are:

Hazardous waste No.	Substance [1]
	1080 see P058
	1081 see P057
	(Acetato)phenylmercury see P092
	Acetone cyanohydrin see P069
P001	3-(alpha-Acetonylbenzyl)-4-hydroxycoumarin and salts
P002	1-Acetyl-2-thiourea
P003	Acrolein
	Agarin see P007
	Agrosan GN 5 see P092
	Aldicarb see P069
	Aldifen see P048

—Continued

Hazardous waste No.	Substance [1]
P004	Aldrin
	Alginycin see P092
P005	Allyl alcohol
P006	Aluminum phosphide (R)
	ALVIT see P037
	Aminoethylene see P054
P007	5-(Aminomethyl)-3-isoxazolol
P008	4-Aminopyridine
	Ammonium metavanadate see P119
P009	Ammonium picrate (R)
	ANTIMUCIN WDR see P092
	ANTURAT see P073
	AQUATHOL see P088
	ARETIT see P020
P010	Arsenic acid
P011	Arsenic pentoxide
P012	Arsenic trioxide
	Athrombin see P001
	AVITROL see P008
	Aziridene see P054
	AZOFOS see P061
	Azophos see P061
	BANTU see P072
P013	Barium cyanide
	BASENITE see P020
	BCME see P016
P014	Benzenethiol
	Benzoepin see P050
P015	Beryllium dust
P016	Bis(chloromethyl) ether
	BLADAN-M see P071
P017	Bromoacetone
P018	Brucine
P019	2-Butanone peroxide
	BUFEN see P092
	Butaphene see P020
P020	2-sec-Butyl-4,6-dinitrophenol
P021	Calcium cyanide
	CALDON see P020
P022	Carbon disulfide
	CERESAN see P092
	CERESAN UNIVERSAL see P092
	CHEMOX GENERAL see P020
	CHEMOX P.E. see P020
	CHEM-TOL see P090
P023	Chloroacetaldehyde
P024	p-Chloroaniline
P025	1-(p-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methylindole-3-acetic acid
P026	1-(o-Chlorophenyl)thiourea
P027	3-Chloropropionitrile
P028	alpha-Chlorotoluene
P029	Copper cyanide
	CRETOX see P108
	Coumadin see P001
	Coumafen see P001
P030	Cyanides

Hazardous waste No.	Substance [1]
P031	Cyanogen
P032	Cyanogen bromide
P033	Cyanogen chloride
	Cyclodan see P050
P034	2-Cyclohexyl-4,6-dinitrophenol
	D-CON see P001
	DETHMOR see P001
	DETHNEL see P001
	DFP see P043
P035	2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D)
P036	Dichlorophenylarsine
	Dicyanogen see P031
P037	Dieldrin
	DIELDREX see P037
P038	Diethylarsine
P039	0,0-Diethyl-S-[2-(ethylthio)ethyl]ester of phosphorothioic acid
P040	0,0-Diethyl-0-(2-pyrazinyl)phosphorothioate
P041	0,0-Diethyl phosphoric acid, 0-p-nitrophenyl ester
P042	3,4-Dihydroxy-alpha-(methylamino)-methyl benzyl alcohol
P043	Di-isopropylfluorophosphate
	DIMETATE see P044
	1,4:5,8-Dimethanonaphthalene, 1,2,3,4,10,10-hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro endo, endo see P060
P044	Dimethoate
P045	3,3-Dimethyl-1-(methylthio)-2-butanone-O-[(methylamino)carbonyl] oxime
P046	alpha,alpha-Dimethylphenethylamine
	Dinitrocyclohexylphenol see P034
P047	4,6-Dinitro-o-cresol and salts
P048	2,4-Dinitrophenol
	DINOSEB see P020
	DINOSEBE see P020
	Disulfoton see P039
P049	2,4-Dithiobiuret
	DNBP see P020
	DOLCO MOUSE CEREAL see P108
	DOW GENERAL see P020
	DOW GENERAL WEED KILLER see P020
	DOW SELECTIVE WEED KILLER see P020
	DOWICIDE G see P090
	DYANACIDE see P092
	EASTERN STATES DUOCIDE see P001
	ELGETOL see P020
P050	Endosulfan
P051	Endrin
	Epinephrine see P042
P052	Ethylcyanide
P053	Ethylenediamine
P054	Ethyleneimine
	FASCO FASCRAT POWDER see P001
	FEMMA see P091
P055	Ferric cyanide
P056	Fluorine
P057	2-Fluoroacetamide
P058	Fluoroacetic acid, sodium salt
	FOLODOL-80 see P071
	FOLODOL M see P071
	FOSFERNO M 50 see P071
	FRATOL see P058
	Fulminate of mercury see P065
	FUNGITOX OR see P092
	FUSSOF see P057
	GALLOTOX see P092
	GEARPHOS see P071
	GERUTOX see P020
P059	Heptachlor
P060	1,2,3,4,10,10-Hexachloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahydro-1,4:5,8-endo, endo-dimethanonaphthalene
	1,4,5,6,7,7-Hexachloro-cyclic-5-norbornene-2,3-dimethanol sulfite see P050
P061	Hexachloropropene
P062	Hexaethyl tetraphosphate
	HOSTAQUICK see P092
	HOSTAQUIK see P092
	Hydrazomethane see P068
P063	Hydrocyanic acid
	ILLOXOL see P037
	INDOCI see P025
	Indomethacin see P025
	INSECTOPHENE see P050
	Isodrin see P060
P064	Isocyanic acid, methyl ester
	KILOSEB see P020
	KOP-THIODAN see P050
	KWIK-KIL see P108
	KWIKSAN see P092
	KUMADER see P001
	KYPFARIN see P001
	LEYTOSAN see P092
	LIQUIPHENE see P092
	MALIK see P050
	MAREVAN see P001
	MAR-FRIN see P001
	MARTIN'D MAR-FRIN see P001
	MAVERAN see P001
	MEGATOX see P005
P065	Mercury fulminate
	MERSOLITE see P092
	METACID 50 see P071
	METAFOS see P071
	METAPHOR see P071
	METAPHOS see P071
	METASOL 30 see P092
P066	Methomyl
P067	2-Methylaziridine
	METHYL-E 605 see P071
P068	Methyl hydrazine
	Methyl isocyanate see P064
P069	2-Methyllactonitrile
P070	2-Methyl-2-(methylthio)propionaldehyde-o-(methylcarbonyl) oxime
	METHYL NIRON see P042
P071	Methyl parathion
	METRON see P071
	MOLE DEATH see P108
	MOUSE-NOTS see P108
	MOUSE-RID see P108
	MOUSE-TOX see P108
	MUSCIMOL see P007
P072	1-Naphthyl-2-thiourea
P073	Nickel carbonyl
P074	Nickel cyanide
P075	Nicotine and salts
P076	Nitric oxide
P077	p-Nitroaniline
P078	Nitrogen dioxide
P079	Nitrogen peroxide
P080	Nitrogen tetroxide
P081	Nitroglycerine (R)
P082	N-Nitrosodimethylamine
P083	N-Nitrosodiphenylamine
P084	N-Nitrosomethylvinylamine
	NYLMERATE see P092
	OCTALOX see P037
P085	Octamethylpyrophosphoramide
	OCTAN see P092
P086	Oleyl alcohol condensed with 2 moles ethylene oxide
	OMPA see P085
	OMPACIDE see P085
	OMPAX see P085
P087	Osmium tetroxide
P088	7-Oxabicyclo[2.2.1]heptane-2,3-dicarboxylic acid
	PANIVARFIN see P001
	PANORAM D-31 see P037
	PANTHERINE see P007
	PANWARFIN see P001
P089	Parathion
	PCP see P090
	PENNCAP-M see P071
	PENOXYL CARBON N see P048
P090	Pentachlorophenol
	Pentachlorophenate see P090
	PENTA-KILL see P090
	PENTASOL see P090
	PENWAR see P090
	PERMICIDE see P090
	PERMAGUARD see P090
	PERMATOX see P090
	PERMITE see P090
	PERTOX see P090
	PESTOX III see P085
	PHENMAD see P092
	PHENOTAN see P020
P091	Phenyl dichloroarsine
	Phenyl mercaptan see P014
P092	Phenylmercury acetate
P093	N-Phenylthiourea
	PHILIPS 1861 see P008
	PHIX see P092
P094	Phorate
P095	Phosgene
P096	Phosphine
P097	Phosphorothioic acid, 0,0-dimethyl ester, 0-ester with N,N-dimethyl benzene sulfonamide
	Phosphorothioic acid 0,0-dimethyl-0-(p-nitrophenyl) ester see P071
	PIED PIPER MOUSE SEED see P108
P098	Potassium cyanide
P099	Potassium silver cyanide
	PREMERGE see P020
P100	1,2-Propanediol
	Propargyl alcohol see P102
P101	Propionitrile
P102	2-Propyn-1-ol
	PROTHROMADIN See P001
	QUICKSAM see P092
	QUINTOX see P037
	RAT AND MICE BAIT see P001
	RAT-A-WAY see P001
	RAT-B-GON see P001
	RAT-O-CIDE #2 see P001
	RAT-GUARD see P001
	RAT-KILL see P001
	RAT-MIX see P001
	RATS-NO-MORE see P001
	RAT-OLA see P001
	RATOREX see P001
	RATTUNAL see P001
	RAT-TROL see P001
	RO-DETH see P001
	RO-DEX see P108
	ROSEX see P001
	ROUGH & READY MOUSE MIX see P001
	SANASEED see P108
	SANTOBRITE see P090
	SANTOPHEN see P090
	SANTOPHEN 20 see P090
	SCHRADAN see P085
P103	Selenourea
P104	Silver Cyanide
	SMITE see P105
	SPARIC see P020
	SPOR-KIL see P092
	SPRAY-TROL BRAND RODEN-TROL see P001
	SPURGE see P020
P105	Sodium azide
	Sodium coumadin see P001
P106	Sodium cyanide
	Sodium fluoroacetate see P058
	SODIUM WARFARIN see P001
	SOLFARIN see P001
	SOLFOBLACK BB see P048
	SOLFOBLACK SB see P048
P107	Strontium sulfide
P108	Strychnine and salts
	SUBTEX see P020
	SYSTAM see P085
	TAG FUNGICIDE see P092
	TEKWAISA see P071
	TEMIC see P070
	TEMIK see P070
	TERM-I-TROL see P090
P109	Tetraethyldithiopyrophosphate
P110	Tetraethyl lead
P111	Tetraethylpyrophosphate
P112	Tetranitromethane
	Tetraphosphoric acid, hexaethyl ester see P062
	TETROSULFUR BLACK PB see P048
	TETROSULPHUR PBR see P048
P113	Thallic oxide
	Thallium peroxide see P113
P114	Thallium selenite
P115	Thallium (I) sulfate
	THIFOR see P092
	THIMUL see P092
	THIODAN see P050
	THIOFOR see P050
	THIOMUL see P050
	THIONEX see P050
	THIOPHENIT see P071
P116	Thiosemicarbazide
	Thiosulfan tional see P050
P117	Thiuram
	THOMPSON'S WOOD FIX see P090
	TIOVEL see P050
P118	Trichloromethanethiol
	TWIN LIGHT RAT AWAY see P001
	USAF RH-8 see P069
	USAF EK-4890 see P002
P119	Vanadic acid, ammonium salt
P120	Vanadium pentoxide
	VOFATOX see P071
	WANADU see P120
	WARCOUMIN see P001
	WARFARIN SODIUM see P001
	WARFICIDE see P001
	WOFOTOX see P072
	YANOCK see P057
	YASOKNOCK see P058
	ZIARNIK see P092
P121	Zinc cyanide
P122	Zinc phosphide (R,T)
	ZOOCOUMARIN see P001

[1] The Agency included those trade names of which it was aware; an omission of a trade name does not imply that the omitted material is not hazardous. The material is hazardous if it is listed under its generic name.

(f) The commercial chemical products or manufacturing chemical intermediates, referred to in paragraphs (a), (b) and (d) of this section, are identified as toxic wastes (T) unless otherwise designated and are subject to the small quantity exclusion defined in § 261.5 (a) and (b). These wastes and their corresponding EPA Hazardous Waste Numbers are:

Hazardous Waste No.	Substance[1]
	AAF see U005
U001	Acetaldehyde
U002	Acetone (I)
U003	Acetonitrile (I,T)
U004	Acetophenone
U005	2-Acetylaminoflourene
U006	Acetyl chloride (C,T)
U007	Acrylamide
	Acetylene tetrachloride see U209
	Acetylene trichloride see U228
U008	Acrylic acid (I)
U009	Acrylonitrile
	AEROTHENE TT see U226
	3-Amino-5-(p-acetamidophenyl)-1H-1,2,4-triazole, hydrate see U011
U010	6-Amino-1;1a,2,8,8a,8b-hexahydro-8-(hydroxymethyl)8-methoxy-5-methylcarbamate azirino(2',3':3,4) pyrrolo(1,2-a) indole-4, 7-dione (ester)
U011	Amitrole
U012	Aniline (I)
U013	Asbestos
U014	Auramine
U015	Azaserine
U016	Benz[c]acridine
U017	Benzal chloride
U018	Benz[a]anthracene
U019	Benzene
U020	Benzenesulfonyl chloride (C,R)
U021	Benzidine
	1,2-Benzisothiazolin-3-one, 1,1-dioxide see U202
	Benzo[a]anthracene see U018
U022	Benzo[a]pyrene
U023	Benzotrichloride (C,R,T)
U024	Bis(2-chloroethoxy)methane
U025	Bis(2-chloroethyl) ether
U026	N,N-Bis(2-chloroethyl)-2-naphthylamine
U027	Bis(2-chloroisopropyl) ether
U028	Bis(2-ethylhexyl) phthalate
U029	Bromomethane
U030	4-Bromophenyl phenyl ether
U031	n-Butyl alcohol (I)
U032	Calcium chromate
	Carbolic acid see U188
	Carbon tetrachloride see U211
U033	Carbonyl fluoride
U034	Chloral
U035	Chlorambucil
U036	Chlordane
U037	Chlorobenzene
U038	Chlorobenzilate
U039	p-Chloro-m-cresol
U040	Chlorodibromomethane
U041	1-Chloro-2,3-epoxypropane
	CHLOROETHENE NU see U226
U042	Chloroethyl vinyl ether
U043	Chloroethene
U044	Chloroform (I,T)
U045	Chloromethane (I,T)
U046	Chloromethyl methyl ether
U047	2-Chloronaphthalene
U048	2-Chlorophenol
U049	4-Chloro-o-toluidine hydrochloride
U050	Chrysene
	C.I. 23060 see U073
U051	Cresote
U052	Cresols
U053	Crotonaldehyde
U054	Cresylic acid
U055	Cumene
	Cyanomethane see U003
U056	Cyclohexane (I)
U057	Cyclohexanone (I)
U058	Cyclophosphamide
U059	Daunomycin
U060	DDD
U061	DDT
U062	Diallate
U063	Dibenz[a,h]anthracene
	Dibenzo[a,h]anthracene see U063
U064	Dibenzo[a,i]pyrene
U065	Dibromochloromethane
U066	1,2-Dibromo-3-chloropropane
U067	1,2-Dibromoethane
U068	Dibromomethane
U069	Di-n-butyl phthalate
U070	1,2-Dichlorobenzene
U071	1,3-Dichlorobenzene
U072	1,4-Dichlorobenzene
U073	3,3'-Dichlorobenzidine
U074	1,4-Dichloro-2-butene
	3,3'-Dichloro-4,4'-diaminobiphenyl see U073
U075	Dichlorodifluoromethane
U076	1,1-Dichloroethane
U077	1,2-Dichloroethane
U078	1,1-Dichloroethylene
U079	1,2-trans-dichloroethylene
U080	Dichloromethane
	Dichloromethylbenzene see U017
U081	2,4-Dichlorophenol
U082	2,6-Dichlorophenol
U083	1,2-Dichloropropane
U084	1,3-Dichloropropene
U085	Diepoxybutane (I,T)
U086	1,2-Diethylhydrazine
U087	0,0-Diethyl-S-methyl ester of phosphorodithioic acid
U088	Diethyl phthalate
U089	Diethylstilbestrol
U090	Dihydrosafrole
U091	3,3'-Dimethoxybenzidine
U092	Dimethylamine (I)
U093	p-Dimethylaminoazobenzene
U094	7,12-Dimethylbenz[a]anthracene
U095	3,3'-Dimethylbenzidine
U096	alpha,alpha-Dimethylbenzylhydroperoxide (R)
U097	Dimethylcarbamoyl chloride
U098	1,1-Dimethylhydrazine
U099	1,2-Dimethylhydrazine
U100	Dimethylnitrosoamine
U101	2,4-Dimethylphenol
U102	Dimethyl phthalate
U103	Dimethyl sulfate
U104	2,4-Dinitrophenol
U105	2,4-Dinitrotoluene
U106	2,6-Dinitrotoluene
U107	Di-n-octyl phthalate
U108	1,4-Dioxane
U109	1,2-Diphenylhydrazine
U110	Dipropylamine (I)
U111	Di-n-propylnitrosamine
	EBDC see U114
	1,4-Epoxybutane see U213
U112	Ethyl acetate (I)
U113	Ethyl acrylate (I)
U114	Ethylenebisdithiocarbamate
U115	Ethylene oxide (I,T)
U116	Ethylene thiourea
U117	Ethyl ether (I,T)
U118	Ethylmethacrylate
U119	Ethyl methanesulfonate
	Ethylnitrile see U003
	Firemaster T23P see U235
U120	Fluoranthene
U121	Fluorotrichloromethane
U122	Formaldehyde
U123	Formic acid (C,T)
U124	Furan (I)
U125	Furfural (I)
U126	Glycidylaldehyde
U127	Hexachlorobenzene
U128	Hexachlorobutadiene
U129	Hexachlorocyclohexane
U130	Hexachlorocyclopentadiene
U131	Hexachloroethane
U132	Hexachlorophene
U133	Hydrazine (R,T)
U134	Hydrofluoric acid (C,T)
U135	Hydrogen sulfide
	Hydroxybenzene see U188
U136	Hydroxydimethyl arsine oxide
	4,4'-(Imidocarbonyl)bis(N,N-dimethyl)aniline see U014
U137	Indeno(1,2,3-cd)pyrene
U138	Iodomethane
U139	Iron Dextran
U140	Isobutyl alcohol
U141	Isosafrole
U142	Kepone
U143	Lasiocarpine
U144	Lead acetate
U145	Lead phosphate
U146	Lead subacetate
U147	Maleic anhydride
U148	Maleic hydrazide
U149	Malononitrile
	MEK Peroxide see U160
U150	Melphalan
U151	Mercury
U152	Methacrylonitrile
U153	Methanethiol
U154	Methanol
U155	Methapyrilene
	Methyl alcohol see U154
U156	Methyl chlorocarbonate
	Methyl chloroform see U226
U157	3-Methylcholanthrene
	Methyl chloroformate see U156
U158	4,4'-Methylene-bis-(2-chloroaniline)
U159	Methyl ethyl ketone (MEK) (I,T)
U160	Methyl ethyl ketone peroxide (R)
	Methyl iodide see U138
U161	Methyl isobutyl ketone
U162	Methyl methacrylate (R,T)
U163	N-Methyl-N'-nitro-N-nitrosoguanidine
U164	Methylthiouracil
	Mitomycin C see U010
U165	Naphthalene
U166	1,4-Naphthoquinone
U167	1-Naphthylamine
U168	2-Naphthylamine
U169	Nitrobenzene (I,T)
	Nitrobenzol see U169
U170	4-Nitrophenol
U171	2-Nitropropane (I)
U172	N-Nitrosodi-n-butylamine
U173	N-Nitrosodiethanolamine
U174	N-Nitrosodiethylamine
U175	N-Nitrosodi-n-propylamine
U176	N-Nitroso-n-ethylurea
U177	N-Nitroso-n-methylurea
U178	N-Nitroso-n-methylurethane
U179	N-Nitrosopiperidine
U180	N-Nitrosopyrrolidine
U181	5-Nitro-o-toluidine
U182	Paraldehyde
	PCNB see U185
U183	Pentachlorobenzene
U184	Pentachloroethane
U185	Pentachloronitrobenzene
U186	1,3-Pentadiene (I)
	Perc see U210
	Perchlorethylene see U210
U187	Phenacetin
U188	Phenol
U189	Phosphorous sulfide (R)
U190	Phthalic anhydride
U191	2-Picoline
U192	Pronamide
U193	1,3-Propane sultone
U194	n-Propylamine (I)
U196	Pyridine
U197	Quinones
U200	Reserpine
U201	Resorcinol
U202	Saccharin
U203	Safrole
U204	Selenious acid
U205	Selenium sulfide (R,T)
	Silvex see U233
U206	Streptozotocin
	2,4,5-T see U232
U207	1,2,4,5-Tetrachlorobenzene
U208	1,1,1,2-Tetrachloroethane
U209	1,1,2,2-Tetrachloroethane
U210	Tetrachloroethene
	Tetrachloroethylene see U210
U211	Tetrachloromethane
U212	2,3,4,6-Tetrachlorophenol
U213	Tetrahydrofuran (I)
U214	Thallium (I) acetate
U215	Thallium (I) carbonate
U216	Thallium (I) chloride
U217	Thallium (I) nitrate
U218	Thioacetamide
U219	Thiourea
U220	Toluene
U221	Toluenediamine
U222	o-Toluidine hydrochloride

Hazardous Waste No.	Substance[1]
U223	Toluene diisocyanate
U224	Toxaphene
	2,4,5-TP see U233
U225	Tribromomethane
U226	1,1,1-Trichloroethane
U227	1,1,2-Trichloroethane
U228	Trichloroethene
	Trichloroethylene see U228
U229	Trichlorofluoromethane
U230	2,4,5-Trichlorophenol
U231	2,4,6-Trichlorophenol
U232	2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid
U233	2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid alpha, alpha, alpha- Trichlorotoluene see U023
	TRI-CLENE see U228
U234	Trinitrobenzene (R,T)
U235	Tris(2,3-dibromopropyl) phosphate
U236	Trypan blue
U237	Uracil mustard
U238	Urethane
	Vinyl chloride see U043
	Vinylidene chloride see U078
U239	Xylene

[1] The Agency included those trade names of which it was aware; an omission of a trade name does not imply that it is not hazardous. The material is hazardous if it is listed under its generic name.

Appendix I—Representative Sampling Methods

The methods and equipment used for sampling waste materials will vary with the form and consistency of the waste materials to be sampled. Samples collected using the sampling protocols listed below, for sampling waste with properties similar to the indicated materials, will be considered by the Agency to be representative of the waste.

Extremely viscous liquid—ASTM Standard D140–70 Crushed or powdered material—ASTM Standard D346–75 Soil or rock-like material—ASTM Standard D420–69 Soil-like material—ASTM Standard D1452–65 Fly Ash-like material—ASTM Standard D2234–76 [ASTM Standards are available from ASTM, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103]

Containerized liquid wastes—"COLIWASA" described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," [1] U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460. [Copies may be obtained from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair St., Cincinnati, Ohio 45268]

Liquid waste in pits, ponds, lagoons, and similar reservoirs.—"Pond Sampler" described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods." [1]

This manual also contains additional information on application of these protocols.

[1] These methods are also described in "Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams," EPA 600/2–80–018, January 1980.

Appendix II— EP Toxicity Test Procedure

A. Extraction Procedure (EP)

1. A representative sample of the waste to be tested (minimum size 100 grams) should be obtained using the methods specified in Appendix I or any other methods capable of yielding a representative sample within the meaning of Part 260. [For detailed guidance on conducting the various aspects of the EP see "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods," SW–846, U.S. Environmental Protection Agency Office of Solid Waste, Washington, D.C. 20460.[1]]

2. The sample should be separated into its component liquid and solid phases using the method described in "Separation Procedure" below. If the solid residue [2] obtained using this method totals less than 0.5% of the original weight of the waste, the residue can be discarded and the operator should treat the liquid phase as the extract and proceed immediately to Step 8.

3. The solid material obtained from the Separation Procedure should be evaluated for its particle size. If the solid material has a surface area per gram of material equal to, or greater than, 3.1 cm^2 or passes through a 9.5 mm (0.375 inch) standard sieve, the operator should proceed to Step 4. If the surface area is smaller or the particle size larger than specified above, the solid material should be prepared for extraction by crushing, cutting or grinding the material so that it passes through a 9.5 mm (0.375 inch) sieve or, if the material is in a single piece, by subjecting the material to the "Structural Integrity Procedure" described below.

4. The solid material obtained in Step 3 should be weighed and placed in an extractor with 16 times its weight of deionized water. Do not allow the material to dry prior to weighing. For purposes of this test, an acceptable extractor is one which will impart sufficient agitation to the mixture to not only prevent stratification of the sample and extraction fluid but also insure that all sample surfaces are continously brought into contact with well mixed extraction fluid.

5. After the solid material and deionized water are placed in the extractor, the operator should begin agitation and measure the pH of the solution in the extractor. If the pH is greater than 5.0, the pH of the solution should be decreased to 5.0 ± 0.2 by adding 0.5 N acetic acid. If the pH is equal to or less than 5.0, no acetic acid should be added. The pH of the solution should be monitored, as described below, during the course of the extraction and if the pH rises above 5.2, 0.5N acetic acid should be added to bring the pH down to 5.0 ± 0.2. However, in no event shall the aggregate amount of acid added to the solution exceed 4 ml of acid per gram of solid. The mixture should be agitated for 24 hours and maintained at 20°–40° C (68°–104° F) during this time. It is recommended that the operator monitor and adjust the pH during the course of the extraction with a device such as the Type 45–A pH Controller manufactured by Chemtrix, Inc., Hillsboro, Oregon 97123 or its equivalent, in conjunction with a metering pump and reservoir of 0.5N acetic acid. If such a system is not available, the following manual procedure shall be employed:

(a) A pH meter should be calibrated in accordance with the manufacturer's specifications.

(b) The pH of the solution should be checked and, if necessary, 0.5N acetic acid should be manually added to the extractor until the pH reaches 5.0 ± 0.2. The pH of the solution should be adjusted at 15, 30 and 60 minute intervals, moving to the next longer interval if the pH does not have to be adjusted more than 0.5N pH units.

(c) The adjustment procedure should be continued for at least 6 hours.

(d) If at the end of the 24-hour extraction period, the pH of the solution is not below 5.2 and the maximum amount of acid (4 ml per gram of solids) has not been added, the pH should be adjusted to 5.0 ± 0.2 and the extraction continued for an additional four hours, during which the pH should be adjusted at one hour intervals.

6. At the end of the 24 hour extraction period, deionized water should be added to the extractor in an amount determined by the following equation:

V = (20)(W) − 16(W) − A

V = ml deionized water to be added

W = weight in grams of solid charged to extractor

A = ml of 0.5N acetic acid added during extraction

7. The material in the extractor should be separated into its component liquid and solid phases as described under "Separation Procedure."

8. The liquids resulting from Steps 2 and 7 should be combined. This

[1] Copies may be obtained from Solid Waste Information, U.S. Environmental Protection Agency, 26 W. St. Clair Street, Cincinnati, Ohio 45268.

[2] The percent solids is determined by drying the filter pad at 80° C until it reaches constant weight and then calculating the percent solids using the following equation:

$$\frac{\text{(weight of pad + solid) − (tare weight of pad)}}{\text{initial weight of sample}} \times 100 = \%\ \text{solids}$$

combined liquid (or the waste itself if it has less than ½ percent solids, as noted in Step 2) is the extract and should be analyzed for the presence of any of the contaminants specified in Table I of § 261.24 using the Analytical Procedures designated below.

Separation Procedure

Equipment: A filter holder, designed for filtration media having a nominal pore size of 0.45 micrometers and capable of applying a 5.3 kg/cm² (75 psi) hydrostatic pressure to the solution being filtered shall be used. For mixtures containing nonabsorptive solids, where separation can be affected without imposing a 5.3 kg/cm² pressure differential, vacuum filters employing a 0.45 micrometers filter media can be used. (For further guidance on filtration equipment or procedures see "Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods.")

Procedure: [3]

(i) Following manufacturer's directions, the filter unit should be assembled with a filter bed consisting of a 0.45 micrometer filter membrane. For difficult or slow to filter mixtures a prefilter bed consisting of the following prefilters in increasing pore size (0.65 micrometer membrane, fine glass fiber prefilter, and coarse glass fiber prefilter) can be used.

(ii) The waste should be poured into the filtration unit.

(iii) The reservoir should be slowly pressurized until liquid begins to flow from the filtrate outlet at which point the pressure in the filter should be immediately lowered to 10–15 psig. Filtration should be continued until liquid flow ceases.

(iv) The pressure should be increased stepwise in 10 psi increments to 75 psig and filtration continued until flow ceases or the pressurizing gas begins to exit from the filtrate outlet.

(v) The filter unit should be depressurized, the solid material removed and weighed and then transferred to the extraction apparatus, or, in the case of final filtration prior to analysis, discarded. Do not allow the material retained on the filter pad to dry prior to weighing.

(vi) The liquid phase should be stored at 4°C for subsequent use in Step 8.

B. Structural Integrity Procedure

Equipment: A Structural Integrity Tester having a 3.18 cm (1.25 in.) diameter hammer weighing 0.33 kg (0.73 lbs.) and having a free fall of 15.24 cm (6 in.) shall be used. This device is available from Associated Design and Manufacturing Company, Alexandria, VA., 22314, as Part No. 125, or it may be fabricated to meet the specifications shown in Figure 1.

Procedure:

1. The sample holder should be filled with the material to be tested. If the sample of waste is a large monolithic block, a portion should be cut from the block having the dimensions of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder. For a fixated waste, samples may be cast in the form of a 3.3 cm (1.3 in.) diameter x 7.1 cm (2.8 in.) cylinder for purposes of conducting this test. In such cases, the waste may be allowed to cure for 30 days prior to further testing.

2. The sample holder should be placed into the Structural Integrity Tester, then the hammer should be raised to its maximum height and dropped. This should be repeated fifteen times.

3. The material should be removed from the sample holder, weighed, and transferred to the extraction apparatus for extraction.

Analytical Procedures for Analyzing Extract Contaminants

The test methods for analyzing the extract are as follows:

(1) For arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury, selenium or silver: "Methods for Analysis of Water and Wastes," Environmental Monitoring and Support Laboratory, Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio 45268 (EPA–600/4–79–020, March 1979),

(2) For Endrin; Lindane; Methoxychlor; Toxaphene; 2,4-D; 2,4,5-TP Silver: in "Methods for Benzidine, Chlorinated Organic Compounds, Pentachlorophenol and Pesticides in Water and Wastewater," September 1978, U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Ohio 42568,

as standardized in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste, Physical/Chemical Methods."

For all analyses, the method of standard addition shall be used for the quantification of species concentration. This method is described in "Test Methods for the Evaluation of Solid Waste." (It is also described in "Methods for Analysis of Water and Wastes.")

BILLING CODE 6560-01-M

[3] This procedure is intended to result in separation of the "free" liquid portion of the waste from any solid matter having a particle size >0.45um. If the sample will not filter, various other separation techniques can be used to aid in the filtration. As described above, pressure filtration is employed to speed up the filtration process. This does not alter the nature of the separation. If liquid does not separate during filtration, the waste can be centrifuged. If separation occurs during centrifugation the liquid portion (centrifugate) is filtered through the 0.45um filter prior to becoming mixed with the liquid portion of the waste obtained from the initial filtration. Any material that will not pass through the filter after centrifugation is considered a solid and is extracted.