



NORMA MEXICANA

NMX-AA-043-SCFI-2006

RESIDUOS - DETERMINACIÓN DE REACTIVIDAD – MÉTODO DE PRUEBA

WASTE – DETERMINATION OF REACTIVITY – TEST METHOD

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALS-INDEQUIM S.A. DE C.V.
- BUFETE QUÍMICO, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C. LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICOS
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CONCENTRADOS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL S.A. DE C.V.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES S.A. DE C.V.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA DGCENICA
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DEL GRUPO MICROANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO, INDUSTRIAL Y AGRÍCOLA S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SAS
- LABORATORIOS ABC, QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS Y SUMINISTROS INDUSTRIALES, QUANTUM S.A. DE C.V.
- MICROECOL, S.A. DE C.V.
- ON-SITE ANALÍTICA DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- RESIDUOS INDUSTRIALES MULTIQUIM, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
- LABORATORIO CENTRAL DE CALIDAD DE AGUAS

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2	RESUMEN	2
3	REFERENCIAS	3
4	DEFINICIONES	3
5	INTERFERENCIAS	5
6	SEGURIDAD	5
7	EQUIPO Y MATERIALES	6
8	REACTIVOS Y PATRONES	6
9	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	7
10	CONTROL DE CALIDAD	7
11	CALIBRACIÓN	15
12	PROCEDIMIENTO	15
13	CÁLCULOS	16
14	DESEMPEÑO DEL MÉTODO	16
15	MANEJO DE RESIDUOS	17
	APÉNDICE NORMATIVO A	17
16	VIGENCIA	28
17	BIBLIOGRAFÍA	28
18	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	29

NORMA MEXICANA

NMX-AA-043-SCFI-2006

RESIDUOS - DETERMINACIÓN DE REACTIVIDAD – MÉTODO DE PRUEBA

WASTE – DETERMINATION OF REACTIVITY – TEST METHOD

0 INTRODUCCION

La Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente define como materiales peligrosos a los: “Elementos, sustancias, compuestos, residuos o mezclas de ellos que, independientemente de su estado físico, representen un riesgo para el ambiente, la salud o los recursos naturales, por sus características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables o biológico-infecciosas”.

Los residuos reactivos son aquellos que normalmente son inestables y pueden llegar a reaccionar violentamente sin explosión; que pueden formar una mezcla explosiva con el agua, generar gases tóxicos, vapores y humos; que pueden contener cianuro o sulfuro y generar gases tóxicos; o bien ocasionar explosiones en distintas situaciones, ya sea de temperatura y presión estándares, si se calientan en condiciones de confinamiento o se someten a fuerzas considerables.

El método establecido en esta norma mexicana, para la medición de reactividad es considerado confiable, debido a que durante su desarrollo se encontraron ciertos procedimientos esenciales en muestras que fueron analizadas con buenos resultados, de manera que todos los requerimientos de desempeño especificados se cumplen.

Durante el desarrollo del método, se recomienda que el laboratorio no omita ninguna de las especificaciones establecidas en el mismo. Los términos “debe”, “puede” y “deberá” que se mencionan sirven para realzar la importancia de las especificaciones establecidas para producir datos verificables en los intervalos de trabajo del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Esta norma mexicana describe el método para medir reactividad en residuos líquidos, sólidos y semisólidos.

1.2 Campo de aplicación

1.2.1 Los métodos establecidos en esta norma mexicana son de aplicación nacional, para evaluar si un residuo es peligroso cuando presenta las siguientes características de reactividad:

1.2.2 El residuo es un líquido o sólido que sin fuente de ignición, puede inflamarse en los primeros cinco minutos de exposición al aire.

1.2.3 Cuando el residuo se expone al contacto con agua y reacciona espontáneamente y genera gases inflamables en una cantidad mayor a un litro por kilogramo del residuo por hora.

1.2.4 Es un residuo que en contacto con el aire y sin fuente de energía suplementaria genere calor.

1.2.5 Todos los residuos se pueden analizar por los presentes métodos, con la condición de que los residuos que sean combinados con ácido sulfúrico no formen mezclas explosivas.

1.2.6 El método que se describe a continuación, proporciona una forma para medir la liberación del ácido cianhídrico (HCN) al contacto con una disolución ácida desprendido bajo las condiciones de prueba. Es importante que esta limitación sea claramente entendida, es decir, que no mide alguna otra forma de cianuros que no sea aquella que se desprenda bajo las condiciones de la prueba.

1.2.7 El método descrito en el apéndice normativo A de esta norma mexicana mide únicamente el ácido sulfhídrico desprendido a las condiciones de prueba. Es importante que esta limitación sea claramente entendida, es decir, que no mide alguna otra forma de sulfuros que no sea aquella que se desprenda bajo las condiciones de la prueba.

2 RESUMEN

2.1 Una alícuota de ácido sulfúrico se agrega a una cantidad fija de muestra en un sistema cerrado, el gas generado se arrastra por medio de un gas inerte y se absorbe en un tubo lavador de gases

con una disolución, en la cual se mide la concentración de HCN liberado.

- 2.2** El CN- obtenido en el tratamiento de destilación alcalina se valora con nitrato de plata (Ag NO_3) estándar para formar el complejo soluble de cianuro Ag(CN)_2 . En cuanto se haya complejoado todo el CN- y exista un pequeño exceso de plata se detecta con el indicador p-dimetil-amino-benzal-rodanina, sensible a la plata que cambia de color inmediatamente del amarillo a rosa tenue.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se debe consultar la siguiente norma oficial mexicana vigente o la que la sustituya:

NOM-052-SEMARNAT-2005	Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 23 de junio de 2006.
-----------------------	---

4 DEFINICIONES

4.1 Blanco de calibración:

Volumen de agua reactivo que se utiliza para calibrar el instrumento. El blanco de calibración es un valor cero.

4.2 Blanco de campo:

Alícuota de agua reactivo que es colocada en un envase para muestra en el laboratorio, empacada para el muestreo, y tratada como una muestra en todos los aspectos, incluyendo el contacto con los equipos de campo y expuesta a las condiciones del sitio de muestreo, almacenaje, preservación y todos los procedimientos analíticos, los cuales pueden incluir filtración. El propósito del blanco de campo es determinar cual procedimiento de campo o transporte de muestra y ambiente ha contaminado la muestra.

4.3 Blanco de reactivos:

Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El blanco de reactivos debe llevarse a través de la preparación de la muestra y

el procedimiento analítico. El blanco de reactivos se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

4.4 Desviación estándar:

Este estadístico en el presente método se refiere a la desviación estándar de la (s) muestra (s), calculada a partir de $n-1$ y no a la de la población (σ) la cual se calcula a partir de n .

4.5 Disolución de calibración:

Disolución preparada a partir de un Material de Referencia Certificado que se utiliza para verificar la respuesta del instrumento con respecto a la concentración del analito.

4.6 Disolución de verificación de la calibración:

Disolución preparada a partir de un Material de Referencia Certificado a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración que se utiliza para verificar la calibración inicial.

4.7 Intervalo de trabajo:

Intervalo de la concentración sobre el cual la respuesta del instrumento para el analito es proporcional a la señal o respuesta de un instrumento.

4.8 Límite de detección del método (LDM):

Concentración mínima de un analito que puede identificarse, medirse y reportarse con una confianza del 99% cuando la concentración del analito es mayor a cero.

4.9 Límite práctico de cuantificación (LPC):

Concentración mínima del analito que puede medirse con un nivel de confianza predeterminado en condiciones rutinarias de operación. Este límite puede establecerse entre 5 a 10 veces el LDM.

4.10 Matriz adicionada (MA) y matriz adicionada duplicada (MAD):

Alícuota de una muestra ambiental para la cual cantidades conocidas de los analitos del método son adicionadas en el laboratorio. Las MA y MAD son analizadas exactamente como una muestra. Su propósito es cuantificar el sesgo y la precisión causada por la matriz de la muestra. Las concentraciones bases de los analitos en la matriz de la muestra debe medirse en una alícuota

separada y los valores medidos en las MA y MAD corregidas con las concentraciones base.

4.11 Muestra de control de calidad (MCC):

Muestra sintética que contiene todos o un subgrupo de analitos del método a una concentración conocida. La MCC se obtiene de una fuente externa al laboratorio o es preparada a partir de un Material de Referencia Certificado diferente al utilizado para la calibración. Se usa para verificar el desempeño del laboratorio con materiales.

5 INTERFERENCIAS

- 5.1** Los sulfuros son destilados junto con los cianuros, lo cual afecta la medición. Se deben eliminar estos por precipitación con carbonato de plomo y posteriormente filtración.
- 5.2** Los agentes oxidantes como el cloro descomponen la mayoría de los cianuros, esta interferencia se puede eliminar adicionando un exceso de arsenito de sodio al residuo antes de preservar y almacenar, el arsenito de sodio reduce el cloro al cloruro.
- 5.3** Las interferencias por nitratos y nitritos en muestras de residuos durante la destilación forman ácidos nitrosos, los cuales reaccionan con algunos compuestos orgánicos para formar oximas. Estos compuestos una vez que se han formado descompondrán bajo las condiciones de prueba el ácido cianhídrico generado. Las interferencias por nitrito y nitratos se eliminan adicionando ácido sulfámico justo antes de la destilación.

6 SEGURIDAD

- 6.1** Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Se debe tener un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 6.2** La carcinogenicidad de todos los reactivos no ha sido determinada con precisión; de todas maneras; cada sustancia química debe tratarse como de potencial peligro a la salud. La exposición a estas sustancias químicas debe ser reducida al menor nivel

posible. Se sugiere que el laboratorio realice monitoreos de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén disponibles para los analistas.

- 6.3** El HCN es altamente tóxico, se deben tomar todas las precauciones necesarias para no exponerse en ningún momento, trabajar en una campana de extracción y con mascarilla de seguridad.

7 EQUIPO Y MATERIALES

- Equipo para destilar cianuros (Ver esquema).
- Matraz de tres bocas de 500 ml con juntas esmeriladas 24/40.
- Placa de agitación.
- Embudo de separación con tubo para igualar presiones, juntas 24/40 y llave de politetrafluoroetileno (PTFE).
- Tubo flexible para las conexiones de nitrógeno.
- Medidor de flujo.
- Absorbedor de 300 ml.
- Bureta de 25 ml con llave de PTFE.
- Barras de agitación magnéticas.
- Espectrofotómetro UV / VIS con paso de luz de 1 mm
- Balanza Analítica con una sensibilidad de 0,001 g

8 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico a menos que se indique otro grado, el agua utilizada debe entenderse que se trata de agua desionizada.

- 8.1** Ácido sulfúrico (0,5N), H₂SO₄.- Adicionar 12,6 ml de ácido sulfúrico concentrado a un volumen de agua reactivo contenida en un matraz, aforar a 1 000 ml.

- 8.2** Disolución de referencia de cianuros.- Disolver aproximadamente 2,5 g de KOH y 2,5 g de KCN en un litro de agua. La concentración de cianuros de la disolución es de 1 000 mg/L.
- 8.3** Disolución de hidróxido de sodio (0,05N) NaOH.- Disolver 2 g de NaOH en agua, aforar a 1 000 ml.
- 8.4** Disolución indicadora de Rodanina.- Disolver 20 mg de p-dimetil-amino-benzal-rodanina en 100 ml de acetona.
- 8.5** Disolución patrón de nitrato de plata.- Disolver 3,27 g de nitrato de plata en 1 000 ml de agua destilada. Normalizar con NaCl, como se describe en la norma mexicana que establece el método para medir cloruros en agua.
- 8.6** Disolución normalizada de AgNO₃.- Diluir 200 ml de la disolución patrón de AgNO₃ en 1 000 ml.
- 8.7** Disolución de cloruro de magnesio 6-hidratado (2,5 M).- Pesar 508,25 g de cloruro de magnesio 6-hidratado disolver en 400 ml de agua en un matraz aforado, aforar a un volumen de 1 000 ml.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 9.1** Llenar a un volumen cero los envases que contengan las muestras, cerrar correctamente. Iniciar el análisis lo antes posible, almacenar las muestras a 4 °C protegidas de la luz.
- 9.2** Se pueden preservar las muestras ajustando el pH a 12,0 con una disolución de una base fuerte, pero esto puede causar dilución de la muestra, incrementar la fuerza iónica y posiblemente cambiar alguna otra característica física o química del residuo lo cual puede afectar la relación de liberación del ácido cianhídrico o del ácido sulfhídrico.

10 CONTROL DE CALIDAD

- 10.1** Aspectos generales:
- 10.1.1** Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa formal de control de calidad.
- 10.1.2** El desempeño del laboratorio se debe comparar con los criterios establecidos en la sección de desempeño, con objeto de

determinar si los resultados de los análisis cumplen con las especificaciones del método.

10.1.3 El analista debe hacer una demostración inicial de su habilidad para generar una exactitud y precisión aceptables por este método. Realizar el procedimiento como se menciona en el inciso 10.2.

10.1.4 Cada vez que se realice una modificación al método o que se cambie al analista responsable de llevar a cabo esta medición, el analista designado debe repetir el procedimiento mencionado en el inciso 10.2, si el cambio va a afectar alguno de los parámetros de desempeño del método, el laboratorio debe demostrar que los nuevos parámetros medidos son iguales o mejores a los anteriores.

10.1.5 No se permite el uso de técnicas determinativas alternativas y cambios que degraden la ejecución del método. Si se utiliza una técnica analítica que no sea la especificada en este método, ésta debe tener especificaciones iguales o mejores que la técnica descrita en este documento para el analito de interés.

10.1.6 Es obligatorio para el laboratorio mantener los registros de las modificaciones realizadas a este método. Estos registros deben de incluir lo siguiente:

- La justificación por escrito de la necesidad de realizar modificaciones al método para ese analito.
- Resultados de todas las pruebas de control de calidad comparadas del método modificado con el método original, dichos datos deben de incluir todos los parámetros mencionados en la sección de desempeño del método.
- Información que permita a un evaluador externo validar cada medición mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final. Lo anterior debe estar debidamente registrado e incluir, al menos los siguientes puntos:
 - Identificación de la muestra;
 - Número del lote analítico en el cual se analizó la muestra;
 - Fecha del análisis;
 - Procedimiento cronológico utilizado;

- Cantidad de muestra utilizada;
- Número de muestras de control de calidad analizadas en el lote;
- Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
- Registros de bitácoras, en cintas magnéticas o en otros respaldos de información;
- Información original generada por los equipos o por los analistas;
- Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados del lote analítico;
- Los nombres, títulos, direcciones y número de teléfono de los analistas que ejecutaron los análisis y modificaciones y el encargado del control de calidad que presenció y verificó los análisis y sus modificaciones.

10.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

10.2.1 Verificación de la exactitud de la calibración inicial del método.- Se debe verificar la normalización de la disolución titulante con la cantidad pesada de la sal grado primario correspondiente, nunca con una disolución de la misma.

10.2.2 Límite de detección del método (LDM): Es la concentración mínima detectable con un nivel de confianza bajo las condiciones establecidas del método. Esta sección solo aplica para el método colorimétrico.

10.2.3 Intervalo de trabajo del método (ITM).- El ITM se debe centrar de acuerdo al límite máximo permisible de la norma oficial mexicana NOM-SEMARNAT-052-2005, con al menos dos niveles de la curva de calibración por debajo de dicho valor y dos niveles por arriba.

10.2.3.1 El intervalo de trabajo mínimo se calcula multiplicando el volumen mínimo utilizado de la disolución titulante que pueda ser registrado con un 99% de confianza (el cual depende de la bureta utilizada) por la normalidad del titulante y por el peso equivalente.

10.2.3.2 El intervalo de trabajo máximo se calcula multiplicando el volumen máximo de la bureta por la normalidad del titulante y por el peso equivalente.

10.2.4 Exactitud inicial del método.- Calcular la exactitud inicial del método de la siguiente forma:

10.2.4.1 Preparar a partir de un Material de Referencia Certificado, una muestra sintética a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración del analito de interés, dividir en ocho porciones la muestra y analizar bajo las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

10.2.4.2 Registrar los resultados.

10.2.4.3 Calcular el porcentaje de recuperación:

$$\%R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el porciento de recuperación
(VE)	es el valor encontrado en la muestra
(VR)	es el valor real

10.2.4.4 Calcular el promedio y la desviación estándar del %R.

10.2.4.5 Comparar los valores de la media y la desviación estándar del %R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

10.2.4.6 Si los valores no cumplen con lo especificado, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente de desempeño inicial del método (EDIM).

10.2.4.7 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

10.2.5 Precisión inicial del método.- Calcular la precisión inicial del método de la siguiente forma:

10.2.5.1 Con los resultados de las ocho muestras preparadas en la sección anterior elaborar una tabla donde se anoten los diez valores apareados (cinco renglones con dos valores apareados).

10.2.5.2 Calcular la diferencia porcentual relativa (DPR) con la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 (X_1 - X_2) / (X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR	es la diferencia porcentual relativa
-----	--------------------------------------

X_1 es el valor medido de la muestra original
 X_2 es el valor medido de la muestra duplicada

10.2.5.3 Calcular la media aritmética del DPR.

10.2.5.4 Comparar los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

10.2.5.5 Sí los valores no cumplen con los especificados, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el EDIM.

10.2.5.6 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

10.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Calcular multiplicando el volumen mínimo utilizado de disolución titulante que pueda ser registrado con un 99% de confianza (el cual depende de la bureta utilizada) por la normalidad del titulante por el peso equivalente.

10.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma:

- | | |
|---------|---|
| 1 | Muestra de verificación de la estandarización inicial (MVEI). |
| 2 | Blanco de reactivos (BR) |
| 3 | Muestra sintética de control de calidad (MCC) |
| 4 | Muestra real No. 1 |
| 5 | Muestra real No. 2 |
| 6 | Muestra real No. 1 duplicada (MD) |
| 7 a 12 | Muestras reales Nos. 3 a 10 |
| 13 | MCC No. 2 |
| 14 | Muestra real No. 11 |
| 15 | Muestra real No. 12 |
| 16 | Muestra real No. 11 duplicada (MD) |
| 17 a 24 | Muestras reales Nos. 13 a 20, etc. |

Para lotes mayores, analizar al menos un 10% de MCC y 10% de muestras duplicadas.

10.4 Muestras de control de calidad

10.4.1 Blanco de reactivos (BR).- Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El BR debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El BR se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

- 10.4.1.1** Para que un BR se considere adecuado, la concentración en el mismo de cualquier analito no deberá ser más alto que el límite práctico de cuantificación correspondiente.
- 10.4.1.2** Nunca sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.
- 10.4.1.3** Sí el valor del BR es mayor al LPC se deberá desechar el lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.
- 10.4.2** Muestras duplicadas (MD).- Son muestras reales o de CC que se preparan a partir de una misma, la variación entre ellas solo es debida al error aleatorio de la pareja analista-método.
- 10.4.3** Muestras sintéticas de control de calidad (MCC).- Son muestras preparadas a partir de agua reactivo y materiales de referencia que se utilizan para determinar la exactitud y precisión de la pareja analista-método.
- 10.4.3.1** Preparar las muestras de control de calidad a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración a partir de materiales de referencia diferentes a los que se utilizaron para la curva de calibración y por personal diferente.
- NOTA 1:** Se recomienda que el analista no conozca el valor de las disoluciones de MCC con el objeto de asegurar la veracidad de la medición.
- 10.4.4** Muestra de verificación inicial (MVI).- Se utiliza para verificar que la estandarización del titulante continua vigente a través de diferentes días de trabajo.
- 10.4.4.1** Se debe utilizar una disolución patrón de valor intermedio del intervalo de trabajo.
- 10.4.4.2** La variación máxima permitida es de $\pm 5\%$, sí el valor encontrado, es mayor, entonces repetir la normalización de la disolución titulante.
- 10.5** Control de calidad estadístico.- En esta sección se especifica como debe realizarse el control de calidad estadístico obligatorio para este método:
- 10.5.1** Gráficas de control de exactitud.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de exactitud para

cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras de control de calidad, antes de tener este número de datos, utilizar como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial del método. Para elaborar la gráfica de control de exactitud utilizar el siguiente procedimiento:

- 10.5.1.1** Calcular el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\%R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el porcentaje de recuperación
(VE)	es el valor medido de la muestra de CC
(VR)	es el valor asignado a la muestra de CC.

- 10.5.1.2** Con al menos doce datos, calcular la media aritmética (X) y la desviación estándar para el %R.

- 10.5.1.3** Los límites de control son los siguientes:

- a) Límite de control superior = $X + 3s$
- b) Límite de advertencia superior = $X + 2s$
- c) Límite de control inferior = $X - 3s$
- d) Límite de advertencia inferior = $X - 2s$

- 10.5.1.4** Representar en una gráfica de control el valor promedio del %R y los límites de control y de advertencia superior e inferior.

- 10.5.1.5** Cada valor de exactitud obtenido de las MCC de cada lote analizado deberá graficarse y estar dentro de los límites de control superior e inferior.

- 10.5.1.6** Si un valor de exactitud es mayor a $\pm 3s$, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

- 10.5.2** Gráficas de control de precisión.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de precisión para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para poder iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras duplicadas, antes de tener este número de datos, pueden utilizarse como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial

del método. Para elaborar la gráfica de control de precisión deberá utilizarse el siguiente procedimiento:

- 10.5.2.1** Calcular la diferencia porcentual relativa de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 \left| X_1 - X_2 \right| / (X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR	es la diferencia porcentual relativa
X_1	es el valor medido de la muestra original
X_2	es el valor medido de la muestra duplicada
$ X_1 - X_2 $	es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos

- 10.5.2.2** Con al menos doce datos de la DPR, calcular el promedio.

- 10.5.2.3** Calcular los límites de control de la siguiente forma:

Límite superior de control (LSC) = 3,27R

Límite superior de advertencia (LSA) = 2,51R

Donde:

R es el promedio de las DPRs calculadas

- 10.5.2.4** Representar en una gráfica de control el valor promedio de las DPR y los valores de LSA y LSC.

- 10.5.2.5** Graficar cada uno de los valores de DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado el cual deberá ser menor que el LSC.

- 10.5.2.6** Si un valor de precisión es mayor a las especificaciones mencionadas en el inciso anterior, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determinar las causas del problema y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en la bitácora del analista.

- 10.6** Validación de modificaciones del método o de métodos alternos.- Para validar las modificaciones que se efectúen a este método o para la utilización de métodos alternos deberá seguirse el siguiente procedimiento:

- 10.6.1** Si se realizan modificaciones al presente método, deberán validarse de acuerdo a lo que se presenta en la sección 10.2.

10.6.2 Si se utiliza un método alternativo cuya fuente sea un método reconocido por alguna Institución de carácter internacional por ejemplo ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etcétera. Aplicar el mismo procedimiento que se presenta en la sección 10.2.

10.6.3 Si se utiliza algún método no estandarizado, deberá evidenciarse, además de los parámetros mencionados en el inciso 10.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales solo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.

10.7 Dependiendo de los requerimientos del programa específico de control de calidad de algún proyecto, pueden requerirse muestras dobles de campo, para evaluar la precisión y exactitud del muestreo y las técnicas de transportación de la muestra y otras muestras especiales de control de calidad como muestras adicionales y muestras adicionales duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

11 CALIBRACIÓN

11.1 Demostrar que la bureta para la medición titulométrica cuenta con una precisión aceptable para el análisis.

11.2 En el caso de usar un método colorimétrico, ajustar a 0,000 de absorbancia con el blanco de reactivos para iniciar el análisis.

12 PROCEDIMIENTO

12.1 Adicionar 50 ml de la disolución de NaOH 00,25 N al absorbedor, se pueden utilizar volúmenes diferentes esto depende de la capacidad del absorbedor, conectar al sistema, (Ver figura 1). Adicionar 20 g de muestra al matraz de tres bocas y 200 ml de la disolución de ácido sulfúrico al embudo, ensamblar el sistema.

12.2 Abrir la llave de nitrógeno y ajustar el flujo a 60 ml por minuto. Con el nitrógeno fluyendo, descargar los 200 ml de ácido sulfúrico.

12.3 Después de 90 minutos cerrar la llave de nitrógeno, desconectar el absorbedor, sacar el burbujeador del interior del absorbedor, lavar su interior con agua tipo II, transferir a un matraz aforado de 200 ml, agregar a continuación el contenido del absorbedor para después aforar.

12.4 Para medir la cantidad de cianuros, tomar 100 ml de la disolución adsorbedora, adicionar 0,5 ml de indicador de rodanina, titular

con la disolución normalizada de AgNO_3 aproximadamente 0,0037 N, detener la titulación cuando se observe el cambio de un color amarillo intenso a un matiz rosado. Registrar el cambio de color (vire), analizar un blanco por cada lote.

- 12.5** La normalización del nitrato de plata se realiza con una disolución de cloruro de sodio 0,0192 N, usando como indicador una disolución de cromato de potasio.

13 CÁLCULOS

- 13.1** Calcular la concentración de cianuros liberados:

$$\frac{\text{mg de CN}}{\text{kg de muestra en base húmeda}} = \frac{(V_1 - V_2) * N * 10,4000}{M}$$

Donde:

- V_1 es el volumen de AgNO_3 utilizado por la muestra, ml
 V_2 es el volumen de AgNO_3 utilizado por el blanco, ml.
 N es la normalidad de la disolución de AgNO_3 .
 M es el peso de la muestra en gramos.

14 DESEMPEÑO DEL METODO

- 14.1** Límite de Detección del Método: 0,2 mg/l
- 14.2** El método 335.2 de la Agencia de Protección al Ambiente de los Estados Unidos, reporta que un laboratorio usando una mezcla muestras de residuos industriales y municipales en concentraciones de 0,06 hasta 0,62 mg/l CN^- , la desviación estándar de la precisión fue de $\pm 0,005$ a 0,094 respectivamente. Considerar este dato como referencia.
- 14.3** Un laboratorio analizó una mezcla de muestras de residuos industriales y municipales en concentraciones de 0,28 y 0,62 mg/l de CN^- , la recuperación (exactitud) fue del 85 al 102% respectivamente.
- 14.4** En estudios adicionales usando como matriz agua subterránea y muestras lixiviadas de rellenos sanitarios en concentraciones de 0,5 a 10,0 mg/l CN^- , el límite de detección encontrado fue de 0,2 mg/l para mediciones colorimétricas y titulométricas. El promedio de recuperación fue del 94% y 98,9%.

15 MANEJO DE RESIDUOS

- 15.1** Es responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.
- 15.2** Almacenamiento: El laboratorio debe contar con áreas especiales, que tengan señalamientos adecuados para almacenar temporalmente las soluciones contaminadas.
- 15.3** Todas las muestras que cumplan con las especificaciones establecidas en las normas oficiales mexicanas en materia de descargas de aguas residuales podrán descargarse a los cuerpos receptores.

APÉNDICE NORMATIVO A

MÉTODO PARA MEDIR SULFUROS

A1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

A1.1 Objetivo

Este método aplica para determinar reactividad por sulfuros en residuos.

A1.2 Campo de aplicación

Este método aplica a todos los residuos, con la condición de que los residuos que son combinados con ácido sulfúrico no formen mezclas explosivas. Este método mide únicamente el ácido sulfhídrico desprendido a las condiciones de prueba. Es importante que esta limitación sea claramente entendida, es decir, que no mide alguna otra forma de sulfuros que no sea aquella que se desprende bajo las condiciones de la prueba.

A2 RESUMEN

- A2.1** Una alícuota de ácido sulfúrico se adiciona a una cantidad fija de muestra en un sistema cerrado, el gas generado se arrastra por medio de un gas inerte y se absorbe en un tubo lavador de gases con una disolución, en la cual se mide la concentración de H₂S liberado.

A2.2 Los sulfuros presentes en la muestra se hidrolizan en presencia del ácido sulfúrico, se liberan como H_2S , el cual es retenido en una disolución adsorbente y posteriormente se mide por un método titulométrico.

A3 INTERFERENCIAS

El método de titulación iodométrico presenta interferencias por sustancias reductoras que reaccionan con el yodo incluyendo el tiosulfato, sulfitos y varios compuestos orgánicos.

A4 APARATOS Y MATERIALES

- Matraz de tres bocas de 500 ml con juntas esmeriladas 24/40.
- Aparato de agitación.
- Embudo de separación con tubo de igualación de presiones, juntas 24/40 y llave de PTFE.
- Tubo flexible, para las conexiones de nitrógeno.
- Medidor de flujo.
- Absorbedor de 300 ml.

A5 REACTIVOS

Ácido sulfúrico (0,5N), H_2SO_4 .- Adicionar 13,5 ml de ácido sulfúrico concentrado a un matraz volumétrico, aforar a 1 000 ml.

A6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y MANEJO DE MUESTRAS

A6.1 Las muestras que contienen, o se sospecha que contengan sulfuros o una combinación de sulfuros y cianuros deben ser colectadas con un mínimo de aeración. Los frascos de las muestras deben ser llenados a volumen cero y cerrados correctamente. El análisis debe iniciar lo antes posible, de no ser así almacenar a 4° C protegiendo de la luz.

A6.2 Las muestras pueden ser preservadas ajustando el pH a 12,0 con una disolución alcalina fuerte, esto puede causar dilución de la muestra, incrementar la fuerza iónica y posiblemente cambiar alguna otra característica física o química del residuo lo cual

puede afectar la relación de liberación del ácido cianhídrico o del ácido sulfhídrico. Las muestras preservadas deben almacenarse a 4° C protegiendo de la luz.

A7 CONTROL DE CALIDAD

A7.1 Aspectos generales:

A7.1.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa forma de control de calidad.

A7.1.2 El desempeño del laboratorio se debe comparar con los criterios establecidos en la sección de desempeño, con objeto de determinar si los resultados de los análisis cumplen con las especificaciones del método.

A7.1.3 El analista debe hacer una demostración inicial de su habilidad para generar una exactitud y precisión aceptables por este método. El procedimiento debe realizarse como se menciona en el inciso 7.2.

A7.1.4 Cada vez que se realice una modificación al método o que se cambie al analista responsable de llevar a cabo esta medición, el analista designado debe repetir el procedimiento mencionado en el inciso 7.2, si el cambio va a afectar alguno de los parámetros de desempeño del método, el laboratorio debe demostrar que los nuevos parámetros medidos son iguales o mejores que los anteriores.

A7.1.5 No se permite el uso de técnicas determinativas alternativas y cambios que degraden la ejecución del método. Si se utiliza una técnica analítica que no sea la especificada en este método, dicha técnica debe tener especificaciones iguales o mejores que la de la técnica descrita en este documento para el analito de interés.

A7.1.6 Es obligatorio para el laboratorio mantener los registros de las modificaciones realizadas a este método. Estos registros deben de incluir lo siguiente:

- La justificación por escrito de la necesidad de realizar modificaciones al método para ese analito.
- Resultados de todas las pruebas de control de calidad comparadas del método modificado con el método original, dichos datos deben de incluir todos los parámetros mencionados en la sección de desempeño del método.

- Información que permita a un evaluador externo validar cada medición mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final. Lo anterior debe estar debidamente registrado e incluir, al menos los siguientes puntos:
- Identificación de la muestra;
- Número del lote analítico en el cual se analizó la muestra;
- Fecha del análisis;
- Procedimiento cronológico utilizado;
- Cantidad de muestra utilizada;
- Número de muestras de control de calidad analizadas en el lote;
- Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
- Registros de bitácoras, en cintas magnéticas o en otros respaldos de información;
- Información cruda reportada por los equipos o por los analistas;
- Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados del lote analítico;
- Los nombres, títulos, direcciones y número de teléfono de los analistas que ejecutaron los análisis y modificaciones y el encargado del control de calidad que presenció y verificó los análisis y sus modificaciones

A7.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

A7.2.1 Verificación de la exactitud de la calibración inicial del método.- Verificar la normalización de la disolución titulante con una cantidad pesada de la sal grado primario correspondiente, nunca con una disolución de la misma.

A7.2.2 Límite de detección del método (LDM): 0,5 mg/l.

A7.2.3 Intervalo de trabajo del método (ITM).- Para calcular el intervalo de trabajo del método se recomienda que el nivel medio de la curva de calibración sea equivalente al Límite Máximo Permisible de la Norma Oficial Mexicana NOM-05-SEMARNAT-2005, con al menos dos niveles por debajo de dicho valor y dos por encima.

A7.2.3.1 El intervalo de trabajo mínimo se calcula multiplicando el volumen mínimo utilizado de disolución titulante que pueda ser registrado con un 99% de confianza (el cual depende de la bureta utilizada) por la normalidad del titulante por el peso equivalente.

A7.2.3.2 El intervalo de trabajo máximo se calcula multiplicando el volumen máximo de la bureta por la normalidad del titulante y por el peso equivalente.

A7.2.4 Exactitud inicial del método.- Calcular la exactitud inicial del método de la siguiente forma:

A7.2.4.1 Preparar a partir de un material de referencia certificado, una muestra sintética a una concentración intermedia del analito de interés dentro de su intervalo de trabajo, dividir en ocho porciones la muestra, realizar el análisis completo en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

A7.2.4.3 Calcular el porcentaje de recuperación:

$$\%R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el porcentaje de recuperación.
VE	es el valor medido de la muestra.
VR	es el valor real asignado a la muestra.

A7.2.4.4 Calcular el promedio y la desviación estándar del %R.

A7.2.4.5 Comparar los valores de la media y la desviación estándar del %R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

A7.2.4.6 Si los valores no cumplen con lo especificado, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente de desempeño.

A7.2.4.7 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

A7.2.5 Precisión inicial del método.- Calcular la precisión inicial del método de la siguiente forma:

A7.2.5.1 Con los resultados de las ocho muestras preparadas en la sección anterior elaborar una tabla donde se anoten los diez valores apareados (cinco renglones con dos valores en pares).

A7.2.5.2 Calcular la diferencia porcentual relativa (DPR) con la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 (X_1 - X_2)/(X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR	es la diferencia porcentual relativa.
X ₁	es el valor medido de la muestra original.
X ₂	es el valor medido de la muestra duplicada.

A7.2.5.3 Calcular la media aritmética del DPR.

A7.2.5.4 Comparar los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

A7.2.5.5 Si los valores no cumplen con los especificados, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente de desempeño.

A7.2.5.6 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

A7.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Calcular multiplicando el volumen mínimo utilizado de disolución titulante, que pueda ser registrado con un 99% de confianza (el cual depende de la bureta utilizada) por la normalidad del titulante y por el peso equivalente.

A7.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma:

- 1 Muestra de verificación de la normalización inicial (MVEI).
- 2 Blanco de reactivos (BR)
- 3 Muestra sintética de control de calidad (MCC)
- 4 Muestra real No. 1
- 5 Muestra real No. 2
- 6 Muestra real No. 1 duplicada (MD)
- 7 a 12 Muestras reales Nos. 3 a 10
- 13 MCC No. 2
- 14 Muestra real No. 11
- 15 Muestra real No. 12
- 16 Muestra real No. 11 duplicada (MD)

17 a 24 Muestras reales Nos. 13 a 20, etc.

Para lotes mayores, analizar al menos un 10% de MCC y 10% de muestras duplicadas.

A7.4 Muestras de control de calidad

A7.4.1 Blanco de reactivos (BR).- Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El BR debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El BR se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

A7.4.1.1 Para que un BR se considere adecuado, la concentración en el mismo de cualquier analito no deberá ser más alto que el LPC correspondiente.

A7.4.1.2 Nunca sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.

A7.4.1.3 Si el valor del BR es mayor al LPC se deberá rechazar el lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

A7.4.2 Muestras duplicadas (MD).- Son muestras reales o de control de calidad que se preparan a partir de una misma muestra, la variación entre ellas solo es debida al error aleatorio de la pareja analista-método.

A7.4.3 Muestras sintéticas de control de calidad (MCC).- Son muestras preparadas a partir de agua reactivo y materiales de referencia certificados que se utilizan para calcular la exactitud y precisión de la pareja analista-método.

A7.4.3.1 Las MCC se deben preparar a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, a partir de materiales de referencia diferentes a los que se utilizaron para la curva de calibración y por personal diferente.

NOTA 2: Se recomienda que el analista no conozca el valor de las disoluciones de MCC con el objeto de asegurar la veracidad de la medición.

A7.4.4 Muestra de verificación de la normalización inicial (MVNI).- Se utiliza para verificar que la normalización del titulante sigue

vigente a través de diferentes días de trabajo, utilizar una disolución a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración.

A7.4.4.1 La variación máxima permitida es de $\pm 5\%$, sí el valor medido es mayor, repetir la normalización de la disolución titulante.

A7.5 Control de calidad estadístico.- En esta sección se especifica como debe realizarse el control de calidad estadístico obligatorio para este método:

A7.5.1 Gráficas de control de exactitud.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de exactitud para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras de control de calidad, antes de tener este número de datos, se pueden utilizar como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial del método. Para elaborar la gráfica de control de exactitud deberá utilizarse el siguiente procedimiento:

A7.5.1.1 Calcular el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\%R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el por ciento de recuperación
(VE)	es el valor medido de la muestra de CC
(VR)	es el valor asignado a la muestra de CC.

A7.5.1.2 Con al menos doce datos, calcular la media aritmética (X) y la desviación estándar para el %R.

A7.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:

- a) Límite de control superior = $X + 3s$
- b) Límite de advertencia superior = $X + 2s$
- c) Límite de control inferior = $X - 3s$
- d) Límite de advertencia inferior = $X - 2s$

A7.5.1.4 Representar en una gráfica de control el valor promedio del %R y los límites de control y de advertencia superior e inferior.

A7.5.1.5 Cada valor de exactitud obtenido de las muestras de control de calidad de cada lote analizado deberá graficarse y encontrarse dentro de los límites de control superior e inferior.

A7.5.1.6 Si un valor de exactitud es mayor a $\pm 3s$, rechazar todos los resultados del lote analítico, determinar las causas, corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

A7.5.2 Gráficas de control de precisión.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de precisión para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras duplicadas, antes de tener este número de datos, pueden utilizarse como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial del método. Para elaborar la gráfica de control de precisión deberá utilizarse el siguiente procedimiento:

A7.5.2.1 Calcular la diferencia porcentual relativa de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 \mid X_1 - X_2 \mid / (X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR	es la diferencia Porcentual relativa
X_1	es el valor medido de la muestra original
X_2	es el valor medido de la muestra duplicada
$\mid X_1 - X_2 \mid$	es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos

A7.5.2.2 Con al menos doce datos de la DPR, calcular el promedio.

A7.5.2.3 Determinar los límites de control de la siguiente forma:

$$\text{Límite superior de control (LSC)} = 3,27R$$

$$\text{Límite superior de advertencia (LSA)} = 2,51R$$

Donde:

R es el promedio de las DPR calculadas.

A7.5.2.4 Representar en una gráfica de control el valor promedio de las DPRs y los valores de LSA y LSC.

A7.5.2.5 Graficar cada valor del DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado, deberá ser menor que el LSC.

A7.5.2.6 Si un valor de precisión es mayor a las especificaciones mencionadas en el inciso anterior, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determinar las causas del problema,

corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en la bitácora del analista.

A7.6 Validación de modificaciones del método o de métodos alternos.- Para validar las modificaciones que se efectúen a este método o para la utilización de métodos alternos aplicar el siguiente procedimiento:

A7.6.1 Si se realizan modificaciones al presente método, validar de acuerdo a lo que se presenta en el inciso 7.2.

A7.6.2 Si se utiliza un método alternativo cuya fuente sea un método reconocido por alguna Institución de carácter internacional por ejemplo ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etcétera, aplicar el procedimiento que se presenta en la sección 7.2.

A7.6.3 Si se utiliza algún método no reconocido, deberá evidenciarse además de los parámetros mencionados en la sección 7.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales solo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.

A7.7 Dependiendo de los requerimientos del programa específico de control de calidad de algún proyecto, pueden requerirse muestras dobles de campo, para evaluar la precisión y exactitud del muestreo y las técnicas de transportación de la muestra y otras especiales de control de calidad como muestras adicionadas y adicionadas duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

A8 CALIBRACIÓN

Verificar la calibración de la bureta con la que se realice la titulación.

A9 PROCEDIMIENTO

A9.1 Adicionar 50 ml de la disolución de NaOH 0,25N al absorbedor dependiendo del volumen, conectar al sistema, (Ver figura 1).

A9.2 Adicionar 20 g de muestra al matraz de tres bocas, agregar al embudo 200 ml de la disolución de ácido sulfúrico, ensamblar el sistema.

A9.3 Después de 90 minutos cerrar la llave de nitrógeno, desconectar el absorbedor, sacar el burbujeador del interior del absorbedor, lavar su interior con agua tipo II, transferir (incluyendo los

lavados) a un matraz aforado de 200 ml, aforar a la marca del matraz.

A9.4 Medir la concentración de sulfuros por el método que se describe a continuación.

A9.5 Tomar 100 ml de la disolución absorbadora, adicionar 1 ml de disolución de acetato de zinc, dejar reposar 10 minutos, filtrar sobre un embudo gooch a través de un filtro de fibra de vidrio, regresar el filtro y el precipitado al matraz.

A9.6 Adicionar 100 ml de agua destilada, 2,0 ml de disolución de HCl 6,0 N, 28 ml de disolución de yodo y 1,0 ml de disolución de almidón.

A9.7 Titular con disolución de tiosulfato de sodio 0,025N hasta obtener un líquido incoloro. Analizar un blanco por cada lote.

A9.8 Valorar la disolución de yodo con una disolución de tiosulfato de sodio 0,025 N, utilizando una disolución de almidón como indicador.

A10 CÁLCULOS

A10.1 Medir la concentración de sulfuros liberados con la siguiente fórmula:

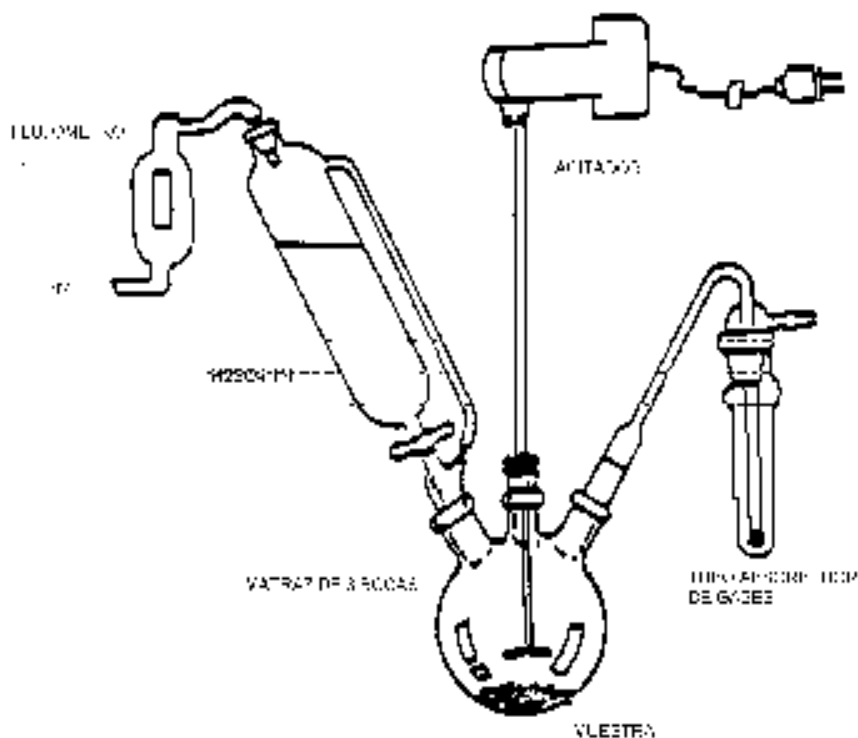
$$\frac{mg \text{ de } S}{kg \text{ base húmeda}} = \frac{(V_1 * N_1 - V_2 * N_2) * 32000}{M}$$

Donde:

V_1	es el volumen de la disolución de yodo utilizado (ml)
N_1	es la normalidad de la disolución de yodo
V_2	es el volumen de la disolución de tiosulfato utilizado (ml)
N_2	es la normalidad de la disolución de tiosulfato
M	es el peso de la muestra en gramos

A11 FIGURAS

Figura 1.- Sistema de extracción para cianuros y sulfuros



16 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

17 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, <publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.

- NMX-Z/1-013-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- USEPA, SW846. "Test methods for evaluating solid waste" VOL. IC: Laboratory manual physical and chemical methods. USA, 3ª Ed. 1986 Cap.7 ("Métodos de prueba para la evaluación de residuos sólidos" Vol. I: Manual de Laboratorio de Métodos Físicos y Químicos. EUA, 3ª. Ed. 1986, Cap. 7).
- USEPA, SW846. "Test methods for evaluating solid waste" (Reactivity): Laboratory Manual physical and chemical methods. USA. 1994 Cap.7 ("Métodos de prueba para la evaluación de residuos sólidos" (Reactividad): Manual de Laboratorio de Métodos Físicos y Químicos. EUA, 1994, Cap. 7).

18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide con ninguna norma internacional, debido a que no existe norma internacional sobre el tema tratado al momento de su elaboración.

México, D.F., a 06 de diciembre de 2012

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.