

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-020-SCFI-2001

**RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS
SEMIVOLÁTILES EN PRODUCTO DE EXTRACCIÓN DE
CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT)**

**WASTE.- SEMIVOLATILE ORGANIC COMPOUNDS IN PRODUCTS
FROM THE TOXIC COMPOUNDS EXTRACTION TEST**

PREFACIO

En la elaboración de este Proyecto de Norma Mexicana participaron las siguientes asociaciones, cámaras, dependencias, laboratorios privados, instituciones de educación superior e institutos de investigación:

- ASOCIACIÓN NACIONAL DE INGENIEROS QUÍMICOS, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN
- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIÓN Y CAPACITACIÓN AMBIENTAL
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES.
- INDEQUIM, S.A. DE C.V.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Instituto de Geografía. Laboratorio ambiental
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA
- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES MONTERREY.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO CONTROL QUÍMICO/NOVAMANN, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SAS LABORATORIOS, S.A DE C.V.
- SERVICIOS INDUSTRIALES PEÑALES, S.A. DE C.V.

ÍNDICE

0	Introducción
1	Objetivo y campo de aplicación
2	Resumen
3	Referencias
4	Definiciones
5	Interferencias
6	Seguridad
7	Instalaciones especiales
8	Equipos y materiales
9	Reactivos y patrones
10	Preservación y almacenamiento de muestras
11	Control de calidad
12	Verificación de la calibración de los instrumentos
13	Calibración del método
14	Procedimiento
15	Cálculos
16	Datos de desempeño del método
17	Manejo de residuos
18	Bibliografía
19	Concordancia con normas y lineamientos internacionales y con normas mexicanas tomadas como base para su elaboración
20	Tablas
21	Vigencia
	Apéndice A

PROY-NMX-AA-020-SCFI-2001**RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS SEMIVOLÁTILES EN PRODUCTO DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT)****WASTE.- SEMIVOLATILE ORGANIC COMPOUNDS IN PRODUCTS FROM THE TOXIC COMPOUNDS EXTRACTION TEST****0 INTRODUCCIÓN**

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".

La volatilidad o presión de vapor de un residuo lo puede convertir en un contaminante potencial del aire; este fenómeno es particularmente importante en el caso de ciertos compuestos orgánicos contenidos en los residuos. Otras propiedades de las sustancias contenidas en los residuos peligrosos que influyen en su peligrosidad y riesgo, son su persistencia y su capacidad de bioacumularse.

El método establecido en esta norma mexicana, para la determinación de compuestos orgánicos semivolátiles en producto de extracción de constituyentes tóxicos (PECT) 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, al laboratorio no se le permite omitir ningún inciso del numeral correspondiente a Control de Calidad, ni los parámetros que se especifiquen como "no modificables" en este caso es la Medición en cromatógrafo de gases acoplado a espectrofotómetro de masas. Los términos "debe", "puede" y "deberá" son mencionados a través de los métodos y están destinados a ilustrar la importancia de los procedimientos para producir datos verificables en los rangos de trabajo del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**1.1 Objetivo**

Esta Norma Mexicana establece el método de análisis por cromatografía de gases para determinar compuestos orgánicos semivolátiles.

1.2 Campo de aplicación

Este método aplica para la determinación y cuantificación de compuestos orgánicos semivolátiles por la técnica de cromatografía de gases. Los compuestos que se analizan por este método deben tener un punto de ebullición entre 150°C y 380°C, deben ser solubles en disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición y no requieren derivatización para volatilizarse. La matriz en la que aplica este método es en el producto obtenido en la prueba de extracción para compuestos tóxicos (PECT).

2 RESUMEN

Este método describe las condiciones y procesos de análisis cromatográficos, que deben aplicarse para la óptima separación de compuestos orgánicos semivolátiles en el producto de extracción para constituyentes tóxicos (PECT), la identificación y cuantificación se realiza con un espectrofotómetro de masas.

El producto PECT se somete a un proceso de extracción específico para realizar su análisis por la técnica de cromatografía de gases, el extracto se inyecta al cromatógrafo a través de una columna capilar la cual se programa a una temperatura tal que permita la separación óptima de los analitos de interés, estos analitos son detectados con un espectrofotómetro de masas conectado al cromatógrafo de gases, la identificación de los compuestos semivolátiles se realiza por comparación con compuestos estándares y la cuantificación se logra por comparación de la respuesta de un estándar interno usando una curva de calibración de cinco niveles.

3 REFERENCIAS

NOM-052-ECOL-1993 Que establece las características de los residuos peligrosos; el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 22 de octubre de 1993.

4 DEFINICIONES

4.1 Analito

Parámetro o compuestos analizado

4.2 EC

Estándar certificado

4.3 EICP

Perfil de iones seleccionados extraídos

4.4 GC

Cromatógrafo (ia) de gases

4.5 LDM

Límite de detección del método

4.6 LPC

Límite práctico de cuantificación del método

4.7 Muestra adicionada (spike)

Muestra real adicionada con una concentración conocida de los compuestos de interés, se usa para detectar interferencias de matriz.

4.8 Muestra de chequeo

Mezcla de compuestos que tienen como propósito verificar la vigencia de la calibración del instrumento.

4.9 MS

Espectrofotómetro de masas.

4.10 Trampa

Columna de acero inoxidable empacada con material absorbente.

5 INTERFERENCIAS

5.1 Interferencias de matriz:

5.1.1 Se pueden presentar interferencias por compuestos que son coextraídos de las muestras.

5.1.2 En el análisis de muestras que presentan concentraciones veinticinco veces mayores al intervalo de trabajo, pueden provocar contaminación por arrastre.

5.2 Interferencias instrumentales:

5.2.1 Interferencias ocasionadas por sitios activos dentro del sistema cromatográfico que provocan coleos en los picos y por ende la pérdida del límite de detección.

5.2.2 Interferencias o problemas resultantes de la obstrucción parcial o total de flujos.

5.2.3 Niveles altos de aire y/o humedad, pueden provocar una relación señal-ruido elevada.

5.3 Contaminación durante el análisis:

- 5.3.1 La contaminación cruzada puede ocurrir sí en la secuencia del análisis existen muestras de alta y baja concentración y estas son analizadas subsecuentemente.
- 5.3.2 Contaminación producida por un mal lavado del material de laboratorio.
- 5.4 Contaminación del material:
 - 5.4.1 El material tanto para muestreo como para análisis deberá estar perfectamente limpio y libre de compuestos orgánicos.
- 5.5 Contaminación de reactivos:
 - 5.5.1 Todos los reactivos utilizados en este método deberán estar libres de compuestos orgánicos semivolátiles, para lo cual se recomienda analizarlos previamente. Generalmente los contaminantes más comunes son las grasas y los ftalatos.

Nota: Los datos de todos los blancos, muestras y adiciones deben evaluarse por interferencias. Determinar si la fuente de interferencia se debe a la preparación y/o limpieza de las muestras y tomar las acciones correctivas necesarias para eliminar el problema. No se permite sustraer valores del blanco de los resultados para la muestra.

6 SEGURIDAD

- 6.1 Este método no menciona todas las precauciones de seguridad asociadas con su aplicación. El analista es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y debe conocer las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método.

Se debe consultar el archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual deberá estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 6.2 La toxicidad o carcinogenicidad de cada reactivo usado no ha sido precisamente definida; sin embargo cada compuesto químico deberá ser tratado como un potencial riesgo para la salud. Desde este punto de vista la exposición a estos químicos deberá ser reducida a los niveles más bajos posibles. Los parámetros que a continuación se mencionan son tentativamente clasificados como sospechosos de carcinogénesis en humanos y mamíferos: cloruro de metileno y todos los estándares utilizados en la calibración.

7 INSTALACIONES ESPECIALES

- 7.1 El área de extracción debe estar separada del área de análisis.

- 7.2 La temperatura ambiente del área de extracción y del área de análisis no debe rebasar los 25°C.
- 7.3 El área de preparación de muestras debe contar con una campana de extracción.
- 7.4 El área de extracción debe estar libre de cualquier dispositivo que genere o produzca flama abierta.

8 EQUIPO Y MATERIALES

8.1 Equipos e instrumentos para preparación de muestras:

- Balanza granataria con un intervalo de 0,01 - 200 g.
- Balanza analítica con una precisión al 0,0001g

8.2 Equipos e instrumentos para análisis instrumental:

- Cromatógrafo de gases con puerto de inyección capilar.
- Detector selectivo de masas capaz de realizar un barrido de 35 unidades de masa atómica - 260 unidades de masa atómica.

8.3 Materiales

- Frascos de vidrio boca angosta, color ámbar, tapa rosca cubierta por el interior con PTFE, de 1 L de capacidad
- Gradillas para soportar embudos de separación de 2 L.
- Embudos de separación de 2 L con llave integrada
- Matracas erlenmeyer de 500 ml;
- Embudos de filtración de tallo corto;
- Pipetas serológicas de 10 ml;
- Probetas de 1,0 L;
- Matracas volumétricos clase "A" de 10 ml;
- Concentrador kuderna danish de 500 ml con columna de tres bolas;
- Papel o tira indicador de pH (intervalo de pH 0 a 14);
- Microjeringas de 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, y 500 µl, respectivamente;
- Vasos de polipropileno de alta densidad de 500 ml;

- Matraz volumétrico de plástico de 500 ml;
- Viales de 2 ml de vidrio borosilicato;
- Tapas de aluminio p/vial de 2 ml con septa de PTFE/neopreno;
- Engargoladora;
- Pipetas pasteur de 200 mm x 4 mm;
- Probetas de 100 ml;
- Pipetas volumétricas clase "A" de 1 ml, 2 ml, 5 ml, y 10 ml, respectivamente;
- Matraces volumétricos clase "A" de 10 ml con tapón de vidrio esmerilado;
- Micro-kuderna danish;
- Fibra de vidrio de 8 micras.

8.4 Materiales para análisis instrumental

- Microjeringa de 10 μ l;
- Microjeringa de 25 μ l;
- Microjeringa de 500 μ l
- Espátula de acero inoxidable 25 cm de longitud;
- Insertos de vidrio para puerto de inyección;
- Septa color gris para bajo flujo;
- Columna cromatográfica 5% fenilmetil silicón de 30 m por 0,25 mm de diámetro interno y 0,17 μ m de espesor de película;
- O-ring de vespel.

9 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los reactivos mencionados deberán ser grado analítico, o solo que se indique otro grado.

9.1 Reactivos para preparación de muestras:

- Cloruro de metileno grado cormatográfico;
- Solución de ácido sulfúrico 1:1.- A un matraz erlenmeyer de 250 ml que contenga 100 ml de agua adicionar lentamente y con cuidado 100 ml de ácido sulfúrico;

- Solución de hidróxido de potasio 10 M.- Pesar 270 g de KOH, disolver en agua grado reactivo en un vaso de polietileno de alta densidad, llevar esta disolución a una matraz aforado de plástico de 500 ml y aforar con agua;
- Agua bidestilada;
- Silica gel grado cromatográfico;
- Alúmina grado cromatográfico;
- Florisil 40/60;
- Metanol grado cromatográfico.

9.2 Soluciones patrón para la curva de calibración partiendo de estándares puros.

Todas las soluciones patrón y soluciones secundarias serán preparadas e identificadas de acuerdo al procedimiento de preparación de soluciones desarrollado en cada laboratorio.

Estas soluciones deben ser adquiridas como soluciones certificadas o preparadas a partir de estándares puros usando el siguiente procedimiento.

- 9.2.1 Para preparar soluciones patrón a partir de compuestos sólidos de 10 000 mg/L.
 - 9.2.1.1 Colocar aproximadamente 9,8 ml de metanol en un matraz volumétrico clase "A" de 10 ml.
 - 9.2.1.2 Dejar abierto el matraz aproximadamente 10 min o hasta que todo el alcohol de las paredes se halla evaporado, cerrar nuevamente el matraz.
 - 9.2.1.3 Pesar el matraz y registrar el peso.
 - 9.2.1.4 Adicionar el estándar sólido y pesar lo más cercano a 0,0100 g, aforar a la marca.
 - 9.2.1.5 Registrar el peso.
- 9.2.2 Disolución patrón de 10 000 mg/L.
 - 9.2.2.1 En un matraz volumétrico de 10 ml, adicionar 9,5 ml de metanol.
 - 9.2.2.2 Dejar abierto el matraz aproximadamente 10 min o hasta que todo el alcohol de las paredes se halla evaporado, cerrar nuevamente el matraz.
 - 9.2.2.3 Pesar el matraz y registrar el peso.
 - 9.2.2.4 Con una micro jeringa de 100 μ l adicionar gota a gota el estándar de referencia al matraz, asegurándose de que el estándar de referencia no toque las paredes del matraz y caiga directamente en el alcohol, pesar lo más cercano a 0,01000 g, aforar a la marca.

9.2.2.5 Registrar el peso, identificar la solución estándar.

9.2.2.6 Cerrar y mezclar por inversión del matraz varias veces.

Nota: Sí la pureza de los estándares es mayor del 96%, no aplicar corrección para el cálculo de la concentración de la solución patrón.

9.2.2.7 Almacenar la solución estándar patrón en viales de 15 ml con septas de PTFE protegidas de la luz. Las soluciones metanólicas preparadas de analitos líquidos son estables durante seis meses a una temperatura de 4 °C.

9.2.3 Soluciones estándar para diluciones primarias y secundarias.

9.2.3.1 Usar las soluciones patrón para preparar las diluciones primarias y secundarias, las cuales deben prepararse en concentraciones tales que puedan diluirse fácilmente. Almacenar las soluciones estándar de dilución primaria y secundaria a volumen cero en viales de 2 ml con tapa cubierta de PTFE en el interior. Verificar la integridad de las soluciones frecuentemente.

9.2.3.2 Preparar la curva de calibración a partir de la solución secundaria que contiene los analitos del método en una concentración de 1 000 mg/L.

a) Adicionar 1,0 ml de la solución de 1 000 mg/L a un matraz de 10 ml, aforar con metanol hasta la marca, esta solución tiene una concentración de 100 mg/L.

b) Adicionar 2,0 ml de la solución de 1 000 mg/L a un matraz de 10 ml, aforar con metanol hasta la marca, esta solución tiene una concentración de 200 mg/L.

c) Adicionar 1,25 ml de la solución de 200 mg/L a un matraz de 10 ml, aforar a la marca con metanol, esta solución tiene una concentración de 25 mg/L.

d) De la solución de 100 mg/L, tomar 1,0 ml colocarlo en un matraz de 10 ml y aforar a la marca, esta solución tienen una concentración de 10 mg/L.

e) De la solución de 200 mg/L, tomar 2,0 ml, colocarlos en un matraz de 5,0 ml aforar a la marca con metanol, esta solución tiene una concentración de 50 mg/L.

9.2.3.3 Adicionar los compuestos surrogados en las mismas concentraciones que los analitos y los estándares internos en concentración fija de 50 mg/L.

9.3 Preparación de patrones para la curva de calibración partiendo de mezclas certificadas.

9.3.1 Mezcla certificada de compuestos orgánicos semivolátiles (2 000 µg/ml).- Tomar las alícuotas adecuadas de la mezcla de estándares y de metanol, para obtener las siguientes concentraciones: 10 µg/ml, 25 µg/ml, 50 µg/ml, 100 µg/ml y 200 µg/ml.

9.4 Solución de estándares internos y surrogados.

9.4.1 Solución de estándares internos preparados a partir de estándares puros, preparar la solución patrón para obtener una solución de 2 000 mg/L, de ésta solución tomar 50 µl, adicionar a cada vial que contiene 1,0 ml de extracto de muestra y a cada nivel de la curva de calibración una concentración de 100 µg/L de estándar interno. La solución de estándares internos contendrá los siguientes compuestos:

Naftaleno d-8
Fenantreno d-10
Acenafteno d-10
Criseno d-12
Perileno d-12

9.4.2 Solución de estándares internos y surrogados a partir de mezclas certificadas.- Las mezclas certificadas tienen una concentración de 2 500 µg/ml, contienen los siguientes estándares internos y surrogados: 2-Fluorofenol, Nitrobenceno D-5, 2-Fluorobifenilo, Tribromofenol.

9.4.3 Solución de estándares surrogados a partir de estándares puros.- Preparar la solución patrón como se menciona en la sección correspondiente, a partir de esta solución preparar una dilución secundaria con una concentración de 1 000 mg/L.

9.4.4 La solución de estándares surrogados contendrá los siguientes compuestos:

Compuesto	Concentración en mg/L
2-Fluorofenol	2 560
2,4,6 Tribromo fenol	2 600
Nitrobeceno d5	1 240
Terfenilo d-14	1 000

9.5 Solución de decafluoro trifenil fosfina (DFTPP).

9.5.1 Preparar una solución estándar de DFTPP en metanol, con una concentración de 50 ng/µl.

9.6 Muestras adicionadas (spike).

9.6.1 Los compuestos contenidos en las muestras adicionadas son las listadas en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-2000, correspondientes a los compuestos orgánicos semivolátiles.

9.7 Muestra de control.

9.7.1 Preparar una muestra de control, de una concentración igual al nivel medio de la curva de calibración debe contener los siguientes analitos.

Benzo (a) pireno, Fenol, Fluoranteno, Pentaclorofenol, 2,4, Dinitrotolueno, 2,4,6, Triclorofenol

Nota: Todas las soluciones antes mencionadas deberán almacenarse en viales de 5 ml o 10 ml de capacidad y protegerse de la luz, además deberán rotularse con los siguientes datos: fecha de preparación, nombre de la mezcla, nombre de la persona que los preparó, lote, solvente y fecha de caducidad.

10 PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 10.1 Métodos de preservación: temperatura 4°C, proteger los frascos de la luz.
- 10.2 Tiempo máximo previo al análisis: Las muestras se deben analizar lo antes posible, el extracto (PECT).

11 CONTROL DE CALIDAD

- 11.1 Aspectos generales:
- 11.1.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 11.1.2 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.
- 11.1.3 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 11.2.
- 11.1.4 Cada vez que se realice una modificación al método o que se cambie al analista responsable de llevar a cabo esta determinación, el analista designado debe repetir el procedimiento mencionado en el inciso 11.2, si el cambio va a afectar alguno de los parámetros de desempeño del método, el laboratorio debe demostrar que los nuevos parámetros determinados son iguales o mejores que los anteriores.
- 11.1.5 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.
- 11.1.6 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 CC 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 determinación 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; y
- 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

11.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

11.2.1 Verificación de la exactitud de la calibración inicial del método.- Se debe verificar la curva de calibración con patrones de procedencia diferente a los utilizados para la curva de calibración y elaborados por personal diferente al analista encargado, con objeto de validar que la curva de calibración está adecuadamente elaborada.

11.2.1.1 Los valores entre los obtenidos en la curva de calibración y los patrones de procedencia diferente deben variar menos del 10%.

11.2.1.2 Si los valores no cumplen con lo especificado, determine las causas y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e inclúyalas en el expediente de desempeño inicial del método (EDIM).

11.2.1.3 Repita el procedimiento anterior hasta que se cumpla con la especificación.

11.2.2 Límite de detección del método (LDM):

11.2.2.1 Prepare una muestra sintética a partir del patrón de calibración mas adecuado a una concentración que se encuentre entre cinco y diez veces el límite de detección del método estimado.

- 11.2.2.2 Divida la disolución anterior en siete alícuotas y analícelas.
- 11.2.2.3 Calcule el promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos.
- 11.2.2.4 Calcule el LDM usando la siguiente ecuación:

$$\text{Ecuación 1 } LDM = (t_{n-1, 0,99\%}) * s$$

donde:

$$(t_{n-1, 0,99\%}) = 3,14$$

s es la desviación estándar

- 11.2.2.5 Si el resultado del LDM obtenido es menor de diez veces la concentración de la disolución patrón que se utilizó, entonces prepare otra disolución que se encuentre entre cinco y diez veces el LDM obtenido y repita el procedimiento a partir del inciso 11.2.1
- 11.2.2.6 El procedimiento y los resultados deben quedar asentados en la bitácora del analista y en el expediente del desempeño inicial del método (EDIM).
- 11.2.2.7 El límite de detección del método que se obtenga, debe ser igual o menor al que se presente en la sección de desempeño
- 11.2.3 Intervalo de trabajo del método (ITM): El ITM se debe centrar de acuerdo al límite máximo permisible de la Norma Oficial Mexicana respectiva, con al menos dos puntos de la curva de calibración por debajo de dicho valor y dos puntos por encima.
 - 11.2.3.1 El intervalo de trabajo se define como la porción lineal de la curva de calibración, normalmente abarca de una a tres órdenes de magnitud.
 - 11.2.3.2 Se puede determinar utilizando como indicador el coeficiente de correlación de la recta de ajuste por mínimos cuadrados, el cual debe ser mayor a 0,99 (siempre y cuando antes se verifique la linealidad por métodos gráficos).
- 11.2.4 Exactitud inicial del método.- Calcule la exactitud inicial del método de la siguiente forma:
 - 11.2.4.1 Prepare a partir de un material de referencia, la concentración intermedia del analito de interés dentro de su rango de trabajo, divida en diez porciones la muestra y realice el análisis completo en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.
 - 11.2.4.2 Analice las diez muestras y registre los resultados.

- 11.2.4.3 Calcule el porcentaje de recuperación:
Ecuación 2

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

donde:

%R es el porcentaje de recuperación
 Valor Encontrado (VE) es el valor medido de la muestra
 Valor Real (VR) es el valor asignado a la muestra

- 11.2.4.4 Calcule el promedio y la desviación estándar del %R.
- 11.2.4.5 Compare los valores de la media y la desviación estándar del %R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.
- 11.2.4.6 Si los valores no cumplen con lo especificado, determine las causas y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e inclúyalas en el EDIM.
- 11.2.4.7 Repita el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 11.2.5 Precisión inicial del método.- Calcule la precisión inicial del método de la siguiente forma:
- 11.2.5.1 Con los resultados de las diez muestras preparadas en la sección anterior elabore una tabla donde se pongan los diez valores apareados (cinco renglones con dos valores apareados).
- 11.2.5.2 Calcule la diferencia porcentual relativa (DPR) con la siguiente ecuación:

Ecuación 3

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

donde:

DPR es la diferencia porcentual relativa
 X₁ es el valor medido de la muestra original
 X₂ es el valor medido de la muestra duplicada.

- 11.2.5.3 Calcule la media aritmética del DPR.
- 11.2.5.4 Compare los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.
- 11.2.5.5 Si los valores no cumplen con los especificados, determine las causas y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e inclúyalas en el EDIM.

- 11.2.5.6 Repita el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 11.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Se puede calcular multiplicando por cinco el LDM o en caso de que el rango de trabajo sea mayor a éste valor, entonces utilizar el primer punto de la curva de calibración.
- 11.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma por cada veinte muestras:

Cantidad de controles tomando en cuenta inyecciones:

Exteriores:

Blanco de reactivos del método
Blanco de reactivos (lixiviación)
Muestra de autotune (agua – aire)
Muestra de verificación del tune cada doce horas
Muestras para verificación de calibración (SPCL, CCC)
Muestra real No. 1
Muestra real No. 2
Muestra real duplicada
Muestra real hasta la 20

Para lotes mayores, debe analizarse al menos un 10% de MCC y 10% de MDs.

- 11.4 Muestras de control de calidad
 - 11.4.1 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.
 - 11.4.1.1 Para que un BR se considere adecuado, la concentración en el mismo de cualquier analito no deberá ser más alto que el LPC correspondiente.
 - 11.4.1.2 Nunca se deberá sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.
 - 11.4.1.3 Si el valor del BR es mayor al LPC se deberá desechar el lote analítico, determine las causas y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.
 - 11.4.2 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.

- 11.4.3 Muestras sintéticas de control de calidad (MCC).- Son muestras preparadas a partir de agua reactivo y patrones de referencia que se utilizan para determinar la exactitud y precisión de la pareja analista-método.
 - 11.4.3.1 Las MCC se deben preparar a una concentración aproximada al valor medio de la curva de calibración.
 - 11.4.3.2 Deben ser preparadas a partir de patrones diferentes a los que se utilizaron para la curva de calibración y por personal diferente.

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

- 11.4.4 Muestra de verificación de la calibración inicial (MVCI).- Se utiliza para verificar que la curva de calibración sigue vigente a través de diferentes días de trabajo.
 - 11.4.4.1 Se debe utilizar la disolución patrón de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla después de haber verificado el instrumento de medición.
 - 11.4.4.2 La variación máxima permitida es de $\pm 25\%$, si el valor encontrado, es mayor, entonces debe realizar una nueva curva de calibración.
- 11.4.5 Muestra de verificación de la calibración continua (MVCC).- Se utiliza para verificar que la curva de calibración sigue vigente a través del mismo día de trabajo.
 - 11.4.5.1 Se debe utilizar la disolución patrón de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla cada diez muestras dentro del lote analítico.
 - 11.4.5.2 La variación máxima permitida es de $\pm 20\%$, si el valor encontrado, es mayor, entonces debe realizar una nueva curva de calibración, reanalizar las cinco muestras anteriores y proseguir con el análisis del lote analítico.
- 11.4.6 Muestra de verificación del instrumento (MVI).- Es la muestra que sirve para verificar que el instrumento de medición se encuentra en las condiciones apropiadas de funcionamiento y que son las mismas en las cuales se realizó la calibración inicial.
 - 11.4.6.1 La MVI es una muestra que depende de las especificaciones del fabricante del instrumento.
- 11.5 Control de calidad estadístico.- En esta sección se especifica como debe realizarse el control de calidad estadístico obligatorio para este método:
 - 11.5.1 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 poder iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras de MCC, 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:

- 11.5.1.1 Calcule el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Ecuación 4} \quad \% R = (VE / VR) * 100$$

donde:

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

- 11.5.1.2 Con al menos doce datos, calcule la media aritmética (\bar{X}) y la desviación estándar para el %R.

- 11.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:

- a) Límite de control superior = $\bar{X} + 2s$
- b) Límite de advertencia superior = $\bar{X} + 1s$
- c) Límite de control inferior = $\bar{X} - 2s$
- d) Límite de advertencia inferior = $\bar{X} - 1s$

- 11.5.1.4 Construya una gráfica de control dibujando una línea paralela al eje de las abscisas (\bar{X}), representando la media como una línea central y líneas paralelas a la línea central, representando los límites de control y los límites de advertencia superior e inferior.

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

- 11.5.1.6 Si un valor de exactitud es mayor a $\pm 2s$, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determine las causas y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

- 11.5.2 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 veinticuatro 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:

- 11.5.2.1 Calcule la diferencia porcentual relativa de acuerdo a la siguiente ecuación:

Ecuación 5

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

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.
 $|X_1 - X_2|$ es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos

- 11.5.2.2 Con al menos doce datos de la DPR, calcule el promedio.

- 11.5.2.3 Determine 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

- 11.5.2.4 Construya una gráfica de control dibujando líneas paralelas al eje-X, representando el LSA y el LSC.

- 11.5.2.5 Cada valor del DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado deberá graficarse y deberá ser menor que el LSC.

- 11.5.2.6 Si un valor de precisión es mayor a las especificaciones mencionadas en el inciso anterior, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determine las causas del problema y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e inclúyalas en la bitácora del analista.

- 11.6 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:

- 11.6.1 Si se realizan modificaciones al presente método, deberán validarse de acuerdo a lo que se presenta en el inciso 11.2.

- 11.6.2 Si se utiliza un método alternativo cuya fuente sea un método estandarizado por alguna Institución de carácter internacional o reconocida internacionalmente (p.e. ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etc.) siga el mismo procedimiento que se presenta en el inciso 11.2.

- 11.6.3 Si se utiliza algún método no estandarizado, deberá evidenciarse, además de los parámetros mencionados en el inciso 11.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales solo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.
- 11.7 Dependiendo de los requerimientos del programa específico de CC 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 adicionadas y muestras adicionadas duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

12 VERIFICACIÓN DE LA CALIBRACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS

- 12.1 Verificar la calibración de los instrumentos de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
- 12.1.1 Sistema GC/MS.
- 12.1.1.1 Verificar la presión en la cabeza de la columna (15 psi).
- 12.1.1.2 Medir la relación del split, la cual debe ser de $1/25 \pm 1$, el flujo de purga de la septa debe ser de 3 ml/min - 5 ml/min.
- 12.1.1.3 El valor del vacío del espectrómetro de masas debe estar en un intervalo de $2,5 - 5,5 \times 10^{-5}$ Torr.

Nota: Los datos anteriormente mencionados deben registrarse en las bitácoras de verificación de los instrumentos (GC/MS).

A continuación se describen las instrucciones pertinentes para llevar a cabo la calibración de todos los instrumentos que intervienen en éste método.

- 12.2 Verificación de la sintonía del espectrómetro de masas (Autotune)
- 12.2.1 Realizar un autotune según instructivo del fabricante. El autotune es una autocalibración que hace el instrumento con respecto a una sustancia de referencia.
- 12.2.2 Verificar y comparar los valores obtenidos con los criterios recomendados por el fabricante.
- 12.2.3 Si no se cumple con los criterios es necesario lavar la fuente de ionización y posteriormente volver a calibrar.

- 12.3 Calibración del GC/MS de acuerdo a las especificaciones del método.
- 12.3.1 Inyectar 2,0 µl de la solución estándar de DECAFLUORATRIFENIL FOSFINA (DFTPP), de acuerdo a las condiciones cromatográficas establecidas en el método instrumental.
- 12.3.2 Una vez inyectado el estándar de DFTPP, verificar que el espectro del pico del (DFTPP) cumpla con los siguientes criterios:

MASA	CRITERIO DE ABUNDANCIA RELATIVA DE IONES DE LA DFTPP
51	30% A 60% DE LA MASA 198
68	< 2% DE LA MASA 69
70	< 2 % DE LA MASA 69
127	40% A 60 % DE LA MASA 198
197	<1% DE LA MASA 198
198	PICO BASE 100 %
199	5% A 9% DE LA MASA 198
275	10% A 30 % DE LA MASA 198
365	> A 1 % DE LA MASA 198
441	PRESENTE PERO MENOS QUE LA MASA 443
442	> 40% DE LA MASA 198
443	17% A 23 % DE LA MASA 442

- 12.3.3 Si el espectro obtenido de DFTPP no cumple con lo anterior, es necesario revisar los parámetros del Autotune y/o repetir nuevamente la calibración.
- 12.4 Verificar que el sistema GC/MS esté libre de contaminación (nivel señal-ruido).
- 12.4.1 Realizar un blanco electrónico, el cual deberá estar libre de picos.
- 12.4.2 Una vez preparada la mezcla de SPCCs, calcular los factores de respuesta de cada compuesto con la siguiente fórmula:

$$\text{Ecuación 6 } F.R. = (Ax/Cis)/(Ais/Cx)$$

donde:

- Ax es el área del ión característica del compuesto medido
 Ais es el área del ión característico del estándar interno
 Cis es la concentración del estándar interno
 Cx es la concentración del compuesto medido.

- 12.4.3 Criterios de evaluación para SPCCs.

El factor de respuesta promedio mínimo aceptable para los compuestos de la mezcla SPCCs es de 0,08.

12.4.4 Acciones correctivas para SPCCs

- Verificar que la mezcla no haya sufrido alguna degradación;
- Verificar que el inserto del puerto de inyección no este contaminado;
- Verificar que no existe contaminación en la parte final de la columna (no debe existir sitios activos en la columna); y
- Cambiar la columna y calibrar nuevamente.

12.5 Condiciones de operación.

12.5.1 Para las condiciones instrumentales de operación ejecutar el método instrumental según instrucciones del fabricante.

13 CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

13.1 Una vez preparada la mezcla estándar y la curva de calibración, analizar los cinco niveles de la curva según las condiciones instrumentales.

13.2 Calcular los factores de respuesta.

Los factores de respuesta de cada compuesto de la curva de calibración se calculan con la siguiente ecuación:

$$\text{Ecuación 7 } F.R. = (A_x C_{is}) / (A_{is} C_x)$$

donde:

- A_x es el área del ión característica del compuesto medido
- A_{is} es el área del ión característico del estándar interno
- C_{is} es la concentración del estándar interno (ug/L)
- C_x es la concentración del compuesto medido (ug/L)

13.3 Calcular los factores de respuesta promedio para cada compuesto.

Los factores de respuesta promedio se calculan sumando los factores de respuesta obtenidos por compuesto (cinco niveles de curva) divididos entre cinco. Posteriormente calcular la desviación estándar promedio para cada compuesto y con los datos anteriores obtener el porcentaje de la desviación estándar relativa (%DSR):

$$\text{Ecuación 8 } \% DSR = DS / X * 100$$

donde:

- X es la media de los factores de respuesta de cada compuesto
- DS es la desviación estándar promedio para cada compuesto

- 13.4 El % DSR debe ser igual o menor de treinta, sí esto no sucediera será necesario volver a analizar el compuesto.
- 13.5 Verificación continua de la calibración Inicial.
- 13.5.1 De la muestra de control, calcular los factores de respuesta (inciso 13.2).
- 13.5.2 En la muestra se encuentran todos los compuestos calibrados en la curva. Analizar la muestra.
- 13.5.3 Para evaluar la muestra calcular los factores de respuesta.
- 13.5.4 Calcular el porcentaje de la diferencia con la siguiente ecuación:

$$\text{Ecuación 9} \quad \% D = (FRI) - (FRC) / FRI * 100$$

donde:

%D es el porcentaje de la diferencia
 FRI es el promedio del factor de respuesta de calibración inicial de cada compuesto (de la curva de calibración)
 FRC es el factor de respuesta de la calibración continua

- 13.5.5 Criterios para la calibración continua.

Para la calibración diaria, si el por ciento de la diferencia es > del 25 %, esto se considera como los límites de alerta. Si él % de la diferencia es menor a 25% se asume que la calibración inicial es válida. Si es mayor al 30% se tomarán las acciones correctivas respectivas. Si aún así no cumple; la curva de calibración deberá prepararse y analizarse nuevamente.

- 13.6 Evaluación de estándares internos
- 13.6.1 Los estándares internos utilizados son: Diclorobenceno D-4;Naftaleno d-8; Acenafteno D-10; Fenantreno D-10, Criseno d12, Perileno d12, todos se encuentran en las muestras en concentración de 100 mg/L.
- 13.6.2 Si el tiempo de retención para cualquier estándar interno cambia por más de 30 segundos, tomando como referencia la última calibración, deberá verificarse el sistema cromatográfico y corregir el flujo. Si el área del (EICP) ión varía por un factor de 2 (-50% a 100%) con respecto a los de la última calibración, verificar el espectrómetro de masas. Calcular el por ciento de recuperación con la ecuación siguiente:

$$\text{Ecuación 10} \quad \% \text{ Recuperación} = A \times 100 / B$$

donde:

A es el área obtenida en el raw data
 B es el área promedio del estándar interno de la curva de calibración

13.6.3 Sí al evaluar el área de los estándares internos en las muestras, alguno no cumple con los criterios mencionados, repetir el análisis, registrar la anomalía en un formato de incidencias.

13.7 Evaluación de estándares surrogados.

13.7.1 Calcular el porcentaje de recuperación con la ecuación siguiente:

$$\text{Ecuación 11} \quad \% \text{ Recuperación} = A \times 100/B$$

donde:

A es la concentración en ($\mu\text{g/L}$) obtenida en el raw data del surrogado

B es la concentración adicionada a la muestra en ($\mu\text{g/L}$)

13.7.2 Si al evaluar % de recuperación de los estándares surrogados en las muestras, alguno no cumple con los criterios mencionados, repetir el análisis, registrar la anomalía en un formato de incidencias.

14 PROCEDIMIENTO

Extracción en medio ácido:

14.1 Colocar los embudos de separación de 2 L en una gradilla.

14.2 Colocar frente a la gradilla las muestras.

14.3 Identificar las muestras

14.4 Colocar un vaso de precipitado frente a cada embudo e identificarlo al igual que las muestras.

14.5 Adicionar 20 μl de la mezcla de compuestos surrogados.

14.6 Con una pipeta serológica adicionar 2 ml de ácido sulfúrico 1:1, agitar por 10 segundos.

14.7 Determinar el pH con tira o papel indicador de pH. Ajustar el pH con la solución de ácido hasta 2.

14.8 Adicionar 30 ml de solución de cloruro de metileno a cada embudo.

14.9 Tapar el embudo y agitarlo vigorosamente durante 2 min, venteando ocasionalmente para liberar la presión formada por evaporación, repetir la misma operación para cada muestra.

14.10 Dejar reposar 5 min. para que se separen las fases orgánicas de las acuosas, drenar a su respectivo vaso de precipitado.

14.11 Adicionar 20 ml de cloruro de metileno y repetir la operación de los incisos 14.9 a 14.10

- 14.12 Repetir la operación de los incisos 14.8, 14.9 y 14.10, reuniendo los extractos en el vaso de precipitados.
- 14.13 Al extracto orgánico adicionar 2 g de sulfato de sodio anhidro, dejar reposar 5 min.
- 14.14 Extracción en medio alcalino.
- 14.15 A la fase acuosa adicionar 20 µl de compuestos surrogados básicos.
- 14.16 Adicionar 5 ml de solución de KOH 10 M, verificar el pH, en caso necesario ajustar hasta llegar a un pH de 12 o más.
- 14.17 Adicionar 30 ml de cloruro de metileno a cada muestra, repetir la operación del inciso 14.8 al inciso 14.13
- 14.18 Mezclar los extractos ácido y alcalino
- 14.19 Transferirlos al kuderna danish (KD), colocar el KD en un baño de agua a 65 °C, dejar concentrar.
- 14.20 Cuando el volumen se haya reducido a 0,8 ml o menos, retirar del baño de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente
- 14.21 Preparar número igual de viales de 2 ml, identificarlos de la misma manera que las muestras, blancos y controles, adicionar un volumen de veinte microlitros del estándar interno a cada uno de los viales.
- 14.22 Para realizar el análisis de muestras es necesario seguir el orden mencionado anteriormente y cumplir con los criterios de calibración instrumentales y del método.

15 CÁLCULOS

- 15.1 Cálculo de la concentración para productos de extracción PECT

Ecuación 12

$$\text{Analito } (\mu\text{g/l}) = \frac{(AX) (IS)}{(Ais) (FR) (Vo)}$$

donde:

- AX es el área característica de ión del compuesto medido
 IS es la cantidad de estándar interno inyectada (ng)
 Ais es el área característica de ión del estándar interno
 FR es el factor de respuesta
 Vo es el volumen tomando en cuenta las diluciones efectuadas

- 15.2. Cuando se genera el reporte en la computadora, la concentración se obtiene automáticamente, sin embargo hay que aplicar cuando se requiera el cálculo referido a las diluciones efectuadas.
- 15.3 Reporte de resultados.
- 15.3.1 Los resultados deben reportarse en unidades de mg/L.
- 15.3.2 Reportar cuatro cifras significativas.

16 DATOS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO

- 16.1 Límite de detección del método (Ver Tabla 20.2)
- 16.2 Límite práctico de cuantificación no especificado

17 MANEJO DE RESIDUOS

- 17.1 El presente método utiliza solventes como el cloruro de metileno el cual es un compuesto que presenta un riesgo, por tal razón, su manejo debe realizarse dentro de una campana de extracción. El solvente se puede recuperar utilizando un equipo de condensación al momento de concentrar en el kuderna danish evitando así la contaminación.
- 17.2 Todos los residuos generados en el desarrollo de este método se deben confinar de acuerdo a la legislación vigente de nuestro país.
- 17.3 Es la 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.
- 17.4 Las muestras extraídas podrán ser desechadas al drenaje, siempre y cuando las concentraciones de los analitos no rebasen los límites máximos permisibles establecidos por la normatividad. Si algún analito sobrepasa los límites éste será confinado según el reglamento de manejo de residuos.

18 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SECOFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.
- NMX-Z-013-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas oficiales mexicanas
- METHOD # 1625 Revision B (EPA-600 Series, Vol. 49 No. 209 October 1984) Code of Federal Regulations No. 40 of USEPA revised as of July 1, 1991.

Environmental Monitoring and Support Laboratory, "Methods for Chemical Analysis of Water, Wastes, and Soils", Office of Research and Development U.S Environmental Agency Protection, Cincinnati, Ohio. 1992. (Laboratorio de Soporte y Monitoreo Ambiental, "Métodos para análisis de agua, residuos, y suelos", Oficina de Investigación y Desarrollo, Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos, Cincinnati, Ohio. 1992.)

Laboratory Data Validation, "Functional Guidelines for Evaluating Organics Analyses", Environmental Compliance, Inc., Osha and U.S. E.P.A. 1988. (Validación de datos de laboratorio, "Lineamientos funcionales para la evaluación de análisis orgánicos", Compilación Ambiental, Inc. Osha y Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos. 1988).

METHOD #: 8270 (SW-846 Third Edition, September 1986)

19 CONCORDANCIA CON NORMAS Y LINEAMIENTOS INTERNACIONALES Y CON NORMAS MEXICANAS TOMADAS COMO BASE PARA SU ELABORACIÓN

Esta Norma no tiene concordancia con Normas o Lineamientos Internacionales ni con Normas Mexicanas que hayan servido de base para su elaboración en virtud de que no se encontraron antecedentes al respecto al momento de su elaboración.

20 TABLAS

20.1 CRITERIOS DE EVALUACIÓN DE LA CALIBRACIÓN

Muestras de control:

Analito	% de Recuperación
Benzo (a) pireno	29,68 – 150,2
Fenol	12,12 – 76,4
Fluoranteno	37,33 – 126,87
Pentaclorofenol	29,34 – 160,64
2,4, Dinitrotolueno	47,57 – 126,75
2,4,6 Triclorofenol	47,23 – 134,4

Surrogados

Analito	Concentración ug/ L	% de Recuperación
2- Fluorofenol	100	21 – 100
2,4,6 Tribromofenol	100	10 – 123
Nitrobenceno d-5	100	35 – 114
Terfenol d 14	100	35 – 141

Estándares internos

Analito	Concentración ug/L
1,4 Diclorobenceno d4	100
Naftaleno d 10	100
Acenafteno d 10	100
Fenantreno d 10	100
Criseno d 12	100

20.2 Tabla del desempeño del método

Compuestos orgánicos semivolátiles	Límite practico de cuantificación (mg/l)	Límite de detección del método (LDM) (mg/l)
1,2,4-Triclorobenceno	1,5	0,5
2,3,4,6-Tetraclorofenol	0,45	0,15
2,4-Dinitrofenol	0,3	0,1
2,4-Dinitrotolueno	0,03	0,01
2,6-Dinitrotolueno	0,15	0,05
3,3'-Dimetoxibenzidina	0,03	0,01
4,6-Dinitro-o-cresol	0,3	0,1
7,12-Dimetilbenzo[a]antraceno	0,003	0,001
Alilo, cloruro de	0,21	0,07
Anilina	0,03	0,01
Benzidina	0,003	0,001
Benzo(a)antraceno	0,003	0,001
Benzo(a)pireno	0,003	0,001
Benzo(b)fluoranteno	0,003	0,001
Benzilo, cloruro de	3,0	1,0
Bis(2-Cloroetil) éter	0,015	0,005
Clorobenzilato	0,15	0,05
Dibenz(a,h)antraceno	0,003	0,001
Difenilamina	0,6	0,2
Fenol	4,2	1,4
Fluoranteno	0,4	0,17
Hexaclorociclopentadieno	0,15	0,05
Hexaclorofeno	0,003	0,001

Compuestos orgánicos semivolátiles	Límite práctico de cuantificación (mg/l)	Límite de detección del método (LDM) (mg/l)
Isoforona	0,3	0,1
m-Cresol	60,0	20,0
m-Dinitrobenceno	0,15	0,05
Naftaleno	0,6	0,2
n-Nitrosopirrolidina	0,015	0,005
Nitrobenceno	0,6	0,2
n-Nitrosodietilamina	0,003	0,001
n-Nitrosodifenilamina	1,5	0,5
n-Nitrosodimetilamina	0,003	0,001
n-Nitroso-di-n-butilamina	0,03	0,01
n-Nitrosometiltilamina	0,003	0,001
n-Nitrosodi-n-propilamina	0,015	0,005
o-Cresol	60,0	20,00
p-Cresol	60,0	20,00
Pentaclorofenol	1,5	0,5
Pireno	0,3	0,1
Piridina	1,5	0,5

21 VIGENCIA

Esta Norma Mexicana entrará en vigor 60 días después de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

MÉXICO, D.F., A

**MIGUEL AGUILAR ROMO
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

APENDICE A

PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TOXICOS PARA ANÁLISIS DE COMPUESTOS ORGANICOS SEMIVOLATILES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Este método establece el procedimiento de extracción para lixiviar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad en el ambiente.

1.2 Campo de aplicación

Este método aplica para la extracción de los constituyentes tóxicos en residuos sólidos y líquidos.

2 RESUMEN

2.1 Determinación de la concentración de sólidos secos.

Filtrar el residuo a través de un filtro de fibra de vidrio de 0,6 micrómetros (μm) a 0,8 micrómetros (μm), determinar la cantidad de sólidos retenidos en el filtro a 105°C.

2.2 Si la concentración de sólidos secos es menor al 0,5%, entonces la muestra líquida que pasó a través del filtro se somete directamente a la determinación de metales, compuestos orgánicos volátiles y semivolátiles. Si la concentración de sólidos secos es mayor al 0,5%, filtrar una cantidad de residuo equivalente a 100 g de sólidos húmedos, lixiviar para la determinación de metales y compuestos orgánicos semivolátiles; así mismo lixiviar una cantidad equivalente a 25 g de sólidos para la determinación de compuestos orgánicos volátiles.

2.2.1 La fase sólida se lleva al proceso de extracción con una cantidad de reactivo de extracción igual a veinte veces el peso de los sólidos. El reactivo de extracción empleado estará en función de la alcalinidad de la fase sólida.

2.2.2 Si la fase líquida inicial del residuo y el extracto son compatibles (es decir, al combinarse no forman fases múltiples) se pueden mezclar y analizar juntos. Si son incompatibles se analizan separadamente y los resultados se combinan matemáticamente para obtener una concentración promedio en volumen.

2.3 Lixiviación de metales y compuestos orgánicos semivolátiles

Seleccionar la solución de extracción según el pH que presente el residuo, adicionar el volumen de solución de extracción calculado según el contenido de sólidos en el residuo, llevar la mezcla de residuo y solución de extracción a los envases correspondientes del equipo, esto depende del tipo de análisis a realizar, es decir, análisis de compuestos orgánicos o inorgánicos, iniciar la rotación de los envases a 30 r/min. durante 18 h \pm 2 h.

- 2.3.1 Una vez transcurrido el tiempo de extracción, transferir los extractos de los residuos a sus envases correspondientes para su posterior análisis.

3 DEFINICIONES

- 3.1 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.

- 3.2 Desviación estándar

Cuando se utiliza 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 .

- 3.3 Lixiviación

Procedimiento de laboratorio que permite determinar la movilidad de los constituyentes de un residuo hacia un fluido acuoso.

- 3.4 Porcentaje de sólidos húmedos

Es la fracción de una muestra que se retiene en el filtro de fibra de vidrio $0,6 \mu\text{m}$ a $0,8 \mu\text{m}$ al aplicar el procedimiento de filtración y que se utiliza para determinar la cantidad de muestra a filtrar.

4 INTERFERENCIAS

Las muestras de residuos aceitosos pueden no pasar el filtro o pasar parcialmente creando interferencias al obtener bajas eficiencias de lixiviación, en este tipo de muestras es muy importante analizar los compuestos orgánicos volátiles directamente al igual que los metales, el resultado de los constituyentes se dividirá entre veinte, sí sobrepasan los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-052-ECOL-2000, entonces el residuo se considera peligroso.

5 SEGURIDAD

- 5.1 Este método no menciona todas las precauciones de seguridad asociadas con su aplicación. El analista es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y debe conocer las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Debe consultar el archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual esta disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

- 5.2 La toxicidad o carcinogenicidad de cada reactivo usado no ha sido precisamente definida; sin embargo cada compuesto químico deberá ser tratado como un potencial riesgo para la salud. Desde este punto de vista la exposición a estos químicos deberá ser reducida a los niveles más bajos posibles. Los parámetros que a continuación se mencionan son tentativamente clasificados como sospechosos de carcinogénesis en humanos y mamíferos: cloruro de metileno y todos los estándares utilizados en la calibración.

6 EQUIPO Y MATERIALES

6.1 Equipo

- Aparato de agitación, capaz de rotar los recipientes de lixiviación a $30 \text{ r/min} \pm 2 \text{ r/min}$;
- Balanza de laboratorio con una exactitud de $\pm 0,01 \text{ g}$;
- Potenciómetro;
- Estufa con control de temperatura para trabajar a $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$;
- Equipo de filtración: diseñado en acero inoxidable; y
- Aparato de extracción de volumen muerto cero (VMC): diseñado en acero inoxidable, se utiliza para la lixiviación de compuestos orgánicos volátiles.

6.2 Materiales.

- Frascos de politetrafluoretileno (PTFE) de capacidad de 2L que sean compatibles con el equipo de agitación utilizado;
- Frascos de vidrio borosilicato, con capacidad de 2 L que sean compatibles con el equipo de agitación utilizado;
- Filtros de fibra de vidrio borosilicato, sin aglutinantes, tamaño de poro de $0,6 \mu\text{m}$ a $0,8 \mu\text{m}$; y
- Recipientes para recolectar los filtrados: Frascos de vidrio ámbar, capacidad de 2 L (para recolectar el extracto).

7 REACTIVOS Y PATRONES

7.1 Los reactivos que se mencionan en éste procedimiento deben ser grado analítico, a menos que se indique otra grado.

- Hidróxido de sodio;
- Ácido acético glacial;
- Ácido clorhídrico;
- Ácido nítrico;
- Agua tipo I, grado ASTM; y
- Nitrógeno, grado industrial.

7.2 Preparación de soluciones.

7.2.1 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 5,143 N: Disolver 102,85 g. de NaOH en agua y aforar a 500 ml.

7.2.2 Solución ácido clorhídrico (HCl) 1N: Agregar lentamente 20,8 ml de HCl concentrado a una cantidad aproximada de 200 ml de agua grado reactivo, aforar a un volumen de 250 ml con agua.

7.2.3 Solución ácido nítrico (HNO₃) 1N: Colocar en el matraz 500 ml de agua y añadir lentamente 62,5 ml de HNO₃ concentrado aforar a 1 L con agua.

7.2.4 Solución de lixiviación 1.- Adicionar 11,4 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua, añadir 25 ml de NaOH 5,143 N, aforar a 2 L. Cuando se prepara en forma correcta el pH a éste reactivo es de $4,93 \pm 0,05$.

7.2.5 Solución de lixiviación 2.- Adicionar 11,4 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua y aforar a 2 L. Cuando se prepara en forma correcta el pH de éste reactivo es de $2,88 \pm 0,05$.

8 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

8.1 Tiempos máximos para la retención de muestras (días)

	<i>De la recolección en campo al laboratorio</i>	<i>Del laboratorio a la lixiviación</i>	<i>De la preparación de muestra a la determinación analítica</i>	<i>Tiempo total</i>
Compuestos orgánicos semivolátiles y metales	3	10	7	20

8.2 Cantidad mínima de muestra: para residuos sólidos 1 kg, en el caso de residuos líquidos 2 L.

8.3 Preservación: mantener la muestra a 4°C en frascos de vidrio ámbar con el menor espacio posible.

9 CONTROL DE CALIDAD

9.1 Se debe incluir un blanco de reactivos en el proceso de lixiviación.

10 CALIBRACIÓN

10.1 Es muy importante verificar que el equipo de agitación rote a las revoluciones por minuto indicadas y dentro de su intervalo específico.

10.2 Verificar la calibración de las soluciones patrón de pH

10.3 Mantener dentro de los intervalos de pH las soluciones de lixiviación que se indican en el método

11 PROCEDIMIENTO

11.1 Preparación y acondicionamiento de la muestra.

Se debe de llevar a cabo evaluaciones preliminares en una muestra del residuo de un mínimo de 100 g

11.1.1 Determinación del porcentaje de sólidos secos:

Si la muestra es líquida o esta formada por varias fases, se requiere la separación sólido - líquido para hacer la determinación preliminar del por ciento de sólidos.

11.1.1.1 Pesar el recipiente que recibirá el filtrado, identificarlo como (P1).

11.1.1.2 Pesar el filtro que se utilizara, identificarlo como (P11).

11.1.1.3 Ensamblar el equipo de filtración, colocar el filtro en el soporte y asegurarlo.

11.1.1.4 Pesar el vaso de precipitado en el cual se pesarán los 100 g de muestra, identificarlo como (P2).

11.1.1.5 Homogeneizar la muestra mediante agitación.

11.1.1.6 Pesar una parte de muestra del residuo (100 g mínimo), identificar su peso como (P3).

11.1.1.7 Sumar el peso de la muestra más peso del vaso ($P4 = P2 + P3$), identificarlo como (P4)

- 11.1.1.8 Transferir cuantitativamente la muestra al equipo de filtración, vertiendo de manera uniforme sobre el equipo de filtración.
- 11.1.1.9 Si más del 1,0 por ciento de la muestra se ha adherido al recipiente que se uso para transferirla al aparato de filtración, considerar el peso de este residuo y restarlo al peso de la muestra original, para conocer el peso efectivo del residuo, pesar el vaso de precipitado que contenía la muestra y registrarlo como (P5): $(P5 = \text{Peso del Residuo} + \text{Peso del Vaso})$. Calcular el peso del residuo que quedo en el vaso ($P6 = P5 - P2$), registrarlo como (P6)
- 11.1.1.10 Ensamblar el equipo de filtración y aplicar gradualmente presión de 0,07 a 0,70 kg/cm² en el equipo de filtración, hasta observar el paso de líquido a través del filtro, si no pasa líquido por el filtro en un intervalo de 2 min. incrementar la presión en intervalos de 0,7 Kg/cm² hasta un máximo de 3,5 Kg/cm².
- 11.1.1.11 Si cesa el flujo de líquido a 3,5 Kg/cm² y en un período de 2 min no hay filtrado adicional detener la filtración.
- El material retenido en el filtro se define como la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.
- 11.1.1.12 Algunos residuos, como los aceitosos y esmaltes, contienen material que tienen apariencia líquida. Pero si después de aplicar la presión mencionada en el inciso 11.1.1.11, estos residuos no pasan por el filtro, se clasifican como residuos sólidos. No reemplazar el filtro original, usar únicamente un solo filtro.
- 11.1.1.13 Pesar el recipiente que contiene el filtrado, identificarlo como (P7).
- 11.1.1.14 Determinar el peso de la fase líquida, identificarlo como (P8), se calcula restando el peso del recipiente vacío del peso total del recipiente con el filtrado ($P8 = P7 - P1$).

donde:

- P8 es el peso de la fase líquida.
 P7 es el peso del vaso más fase líquida.
 P1 es el peso del vaso.

- 11.1.1.15 Calcular el peso efectivo de la muestra, identificarlo como (P9).

$$P9 = P4 - (P2 - P6)$$

donde:

- P4 es el peso de muestra más el vaso.
 P2 es el peso del vaso.
 P6 es el peso residuo que quedo en el vaso.

- 11.1.1.16 Determinar el peso de la fase sólida de la muestra, identificarlo como (P10), se calcula restando el peso de la fase líquida (P8) del peso total de la muestra (P9).

$$P10 = P9 - P8$$

11.1.1.17 Calcular el Porcentaje de sólidos húmedos como sigue.

$$\% \text{ de sólidos húmedos} = (P10/ P9) * 100$$

donde:

P10 es el peso de la fase sólida.
P9 es el peso efectivo de muestra.

11.1.2 Determinación del porcentaje de sólidos secos:

11.1.2.1 Remover la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.

11.1.2.2 Secar el filtro con el sólido a $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ hasta que dos pesadas sucesivas no varíen en $\pm 1,0\%$. Registrar el peso final.

11.1.2.3 Calcular el porcentaje de sólidos secos:

$$\% \text{ solidossecos} = \frac{\text{Pesodel filtromasresiduoseco} - \text{Pesodel filtro}}{\text{Peso inicial del residuo}} * 100$$

11.1.2.4 Si el porcentaje de sólidos secos es menor que 0,5 %, entonces el filtrado se define como extracto PECT.

11.1.2.5 Sí el porcentaje de sólidos secos es mayor del 0,5 %, entonces el se deberá lixiviar el equivalente a 100 g de la fase sólida del residuo.

11.1.3 Reducción del tamaño de partícula del residuo

11.1.3.1 Si el porcentaje de sólidos es mayor a 0,5 %, determinar si el material sólido requiere reducción de partícula.

11.1.3.2 Se debe de proceder a triturar, moler, cortar o desmenuzar los sólidos, si tienen un área mayor de 1 cm^2 (aproximadamente) o sí las partículas son mayores a 0,5 cm.

11.2 Lixiviación de compuestos orgánicos semivolátiles y metales.

11.2.1 Prueba preliminar para ajustar el pH en el sistema de lixiviación: El pH en el sistema se debe mantener ≤ 4 durante todo el proceso de lixiviación, por lo tanto se requiere hacer una prueba preliminar de ajuste de pH:

11.2.1.1 Tomar una cantidad de muestra equivalente a 10 g en peso seco.

11.2.1.2 Adicionar 200 ml de solución de lixiviación, someter a agitación moderada y constante durante 15 min.

- 11.2.1.3 Medir el pH y registrarlo, sí este varía en más de $\pm 0,5$ unidades de pH, ajustar con la solución de HCl ó de NaOH según sea el caso, someter a agitación moderada durante 15 min.
- 11.2.1.4 Registrar el volumen de solución ácida ó alcalina utilizada para el ajuste de pH.
- 11.2.1.5 Repetir el inciso anterior hasta que el sistema alcance el equilibrio de pH $4 \pm 0,5$.
- 11.2.1.6 Una vez determinado el volumen de la solución de ajuste de pH, relacionar esté al proceso de lixiviación considerando la cantidad de muestra a lixiviar (100 g).
- 11.2.2 Extracción compuestos orgánicos semivolátiles y metales en residuos sólidos. Sí la muestra es cien por ciento sólida, es decir, el residuo no produce líquido cuando se somete a filtración, proceder a lo siguiente:
 - 11.2.2.1 Se debe extraer $100 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ de muestra, para llevar a cabo la lixiviación, la solución de lixiviación se utiliza en una relación de 1,0 g de muestra por 20 ml de solución.
 - 11.2.2.2 Colocar 100 g de muestra sólida (a la cual de ser necesario se le redujo previamente el tamaño de partícula) en el recipiente de lixiviación de PTFE
 - 11.2.2.3 Añadir 2 000 ml de solución de lixiviación y adicionar de ser necesario la cantidad de solución de ajuste de pH calculada en el inciso 11.2.1
 - 11.2.2.4 Colocar el recipiente en el equipo de agitación y hacer girar a $30 \text{ r/min} \pm 2,0 \text{ r/min}$.
 - 11.2.2.5 Después de 1 h de iniciada la lixiviación, medir el pH en el lixiviado, para verificar que se encuentra $\leq 4 \pm 0,5$ unidades de pH
 - 11.2.2.6 Monitorear el pH del lixiviado mínimo tres veces durante todo el proceso, en caso de ser necesario ajustar el pH, la adición de la solución de ajuste no debe exceder los 4 ml por gramo de residuo. La adición debe ser lenta para permitir que el sistema alcance el equilibrio.
 - 11.2.2.7 Llevar a cabo la extracción por un tiempo de $18 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$.
 - 11.2.2.8 Al termino de la lixiviación, medir el pH del lixiviado el cual debe ser de $\leq 4,0 \pm 0,5$ unidades de pH, sí no es así ajustar el pH y dejar lixiviar por 3 h mas (registrar todos los valores de pH en la bitácora correspondiente). Después de este tiempo, filtrar el extracto en el equipo de filtración utilizando un filtro de fibra de vidrio.
 - 11.2.2.9 A partir de esta solución (extracto PECT), realizar la digestión de metales y la extracción de los compuestos orgánicos semivolátiles correspondientes para su análisis.

- 11.2.3 Extracción de compuestos orgánicos semivolátiles y metales en residuos semisólidos o lodos.
- 11.2.3.1 Si el porcentaje de sólidos es mayor o igual a 0,5 %, pero menor al 100 % entonces:
- 11.2.3.2 Preparar la muestra al tamaño adecuado.
- 11.2.3.3 Utilizar el resultado obtenido del porcentaje de sólidos húmedos, para calcular la cantidad de muestra que es necesario filtrar para obtener una cantidad de sólidos húmedos equivalentes a 100 g, con la siguiente fórmula:
- $$g \text{ de muestra} = 10\ 000 / \% \text{ de sólidos húmedos}$$
- 11.2.3.4 Filtrar la cantidad de muestra homogénea obtenida en el inciso anterior y separar la fase líquida de la fase sólida utilizando el equipo de filtración, antes de filtrar lavar el filtro con aproximadamente con 10 ml HNO₃ 1N y 300 ml de agua grado reactivo.
- 11.2.3.5 El material que queda retenido en el portafiltro se define como la fase sólida del residuo y el que atraviesa el filtro como la fase líquida.
- 11.2.3.6 Transferir el total del material sólido a un frasco de extracción incluyendo el filtro usado para separar el líquido inicial de la fase sólida.
- 11.2.3.7 Lentamente añadir los 2 L de la solución de lixiviación, verificar el pH ($\leq 4,0 \pm 0,5$), sí es necesario ajustarlo como se indica en el inciso 11.2.1. cerrar el frasco herméticamente.
- 11.2.3.8 Colocar el recipiente en el equipo de agitación e iniciar la agitación a 30 r/min ± 2 r/min.
- 11.2.3.9 Después de 60 min. de iniciada la lixiviación, verificar el pH en el lixiviado, sí el valor del pH es $> 4,0 \pm 0,5$, ajustar con la solución de ajuste de pH correspondiente, la adición de esta solución no debe exceder los 4 ml por gramo de residuo. La adición debe ser lenta para permitir que el sistema alcance el equilibrio.
- 11.2.3.10 Llevar a cabo la lixiviación a 30 r/min ± 2 r/min durante 18 h ± 2 h.
- 11.2.3.12 Al término de la lixiviación, medir el pH el cual debe ser de $\leq 4,0 \pm 0,5$, sí no es así ajustar el pH y continuar con la lixiviación por 3 h más. Registrar todos los valores de pH en la bitácora correspondiente.
- 11.2.3.13 Después del tiempo de lixiviación, filtrar el extracto en el equipo de filtración.
- 11.2.3.14 Verificar que el filtrado original y el filtrado obtenido de la lixiviación sean compatibles. Si son compatibles mezclar el filtrado y el lixiviado.
- 11.2.3.15 A partir de esta solución (extracto PECT), realizar la digestión para analizar metales y la extracción para analizar compuestos orgánicos semivolátiles.

- 11.2.3.16 Si no son compatibles, analizar los filtrados y el lixiviado por separado, relacionar los resultados matemáticamente de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$\text{Concentracion final de constituyente} = \frac{V_1C_1 + V_2C_2}{V_1 + V_2}$$

donde:

- V_1 es el volumen del primer extracto L.
 C_1 es la concentración del constituyente de interés en el primer extracto mg/L.
 V_2 es el volumen del segundo extracto L.
 C_2 es la concentración del constituyente de interés en el segundo extracto, mg/L.

- 11.2.3.17 Para el análisis de metales el lixiviado se deberá preservar a un pH menor de 2,0 con la adición de ácido nítrico, (verificar antes sino hay formación de precipitado al adicionar unas gotas de ácido nítrico a una alícuota del extracto; si hay formación de precipitado no preservar y analizar lo antes posible).