

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-043-SCFI-2001

RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE REACTIVIDAD

WASTE.- REACTIVITY METHOD

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.

ÍNDICE

0	Introducción
1	Objetivo y campo de aplicación
2	Resumen
3	Referencias
4	Definiciones
5	Interferencias
6	Seguridad
7	Equipo y materiales
8	Reactivos y patrones
9	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras
10	Control de calidad
11	Calibración
12	Procedimiento
13	Cálculos
14	Desempeño del método
15	Manejo de residuos
16	Bibliografía
17	Concordancia con normas y lineamientos internacionales y con normas mexicanas tomadas como base para su elaboración
18	Vigencia
	Apéndice A

PROY-NMX-AA-043-SCFI-2001

RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE REACTIVIDAD

WASTE.- REACTIVITY 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 son normalmente 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 que pueden 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 determinación 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 rangos de trabajo del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Esta Norma Mexicana describe el método para determinar reactividad en residuos líquidos, sólidos y semisólidos.

1.2 Campo de aplicación

Los métodos establecidos en esta Norma Mexicana aplican para determinar si un residuo es peligroso cuando presenta las siguientes características de reactividad:

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

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

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

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

El método que se describe a continuación, proporciona una forma para determinar la liberación del ácido cianhídrico (HCN) al contacto con una solución 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.

El método descrito en el apéndice 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

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 solución, en la cual se determina la concentración de HCN liberado.

El CN^- obtenido en el tratamiento de destilación alcalina se valora con nitrato de plata (AgNO_3) estándar para formar el complejo soluble de cianuro $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$. En cuanto se haya complejoado todo el CN^- y exista un pequeño exceso de plata se detecta con el indicador p-dimetilaminobenzalrodanina, sensible a la plata que vira inmediatamente del amarillo al color salmón.

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 Blanco de calibración

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

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 .

4.5 Estándar de calibración

Solución preparada de un estándar diluido y/o una solución patrón y utilizada para calibrar la respuesta del instrumento con respecto a la concentración del analito.

4.6 Estándar de verificación de la calibración

Punto medio del estándar de calibración que es utilizado para verificar la calibración inicial en el tiempo.

4.7 Intervalo de trabajo

Intervalo de la concentración sobre el cual la respuesta del instrumento para el analito es proporcional.

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 determinarse 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 añadidas en el laboratorio. Las MA y MAD son analizadas exactamente como una muestra. Su propósito es la cuantificación del sesgo y la precisión causada por la matriz de la muestra. Las concentraciones bases de los analitos en la matriz de la

muestra debe determinarse 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 los analitos del método a una concentración conocida. La MCC se obtiene de una fuente externa al laboratorio o es preparada de una fuente diferente de los estándares de la fuente de los estándares de calibración. Se usa para revisar el desempeño del laboratorio con materiales de prueba preparados externamente a los procesos normales de preparación.

5 INTERFERENCIAS

- 5.1 Los sulfuros son destilados junto con los cianuros, lo cual afecta la determinación. Se deben eliminar estos por precipitación con carbonato de plomo y posteriormente filtrar.

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 ser tratada 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, trabaje dentro de una campana de extracción y con mascarilla de seguridad.

7 EQUIPO Y MATERIALES

- 7.1 Matraz de tres bocas de 500 ml con juntas esmeriladas 24/40.
- 7.2 Aparato de agitación.
- 7.3 Embudo de separación con tubo de igualación de presiones, juntas 24/40 y llave de politetrafluoroetileno (PTFE).

7.4 Tubo flexible, para las conexiones de nitrógeno.

7.5 Medidor de flujo.

7.6 Absorbedor de 300 ml.

8 REACTIVOS Y PATRONES

8.1 Ácido sulfúrico (0,5N), H_2SO_4 . Adicionar 12,6 ml de ácido sulfúrico concentrado a un volumen de agua reactivo contenida en un matraz y diluir a 1 000 ml.

8.2 Solución 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 en esta solución es de 1 000 mg/L.

8.3 Solución de hidróxido de sodio 0,05N. Disolver 2 g de NaOH en agua y aforar a 1 000 ml.

8.4 Solución indicador de Rodanina. Disolver 20 mg de p-dimetilaminobenzalrodanina en 100 ml de acetona.

8.5 Solución patrón de nitrato de plata. Disolver 3,27 g de nitrato de plata en 1 L de agua destilada. Estandarizar con NaCl, como se describe en la Norma Mexicana que establece el método para determinar cloruros en agua.

8.6 Solución estándar de $AgNO_3$. Diluir 200 ml de la solución patrón de $AgNO_3$ en 1 000 ml.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

9.1 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 tapados correctamente. El análisis debe comenzar lo antes posible, y las muestras deben almacenarse en un sitio frío y oscuro hasta el análisis.

9.2 Las muestras pueden ser preservadas por ajustar el pH a 12,0 con 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. Las muestras preservadas deben ser almacenadas en refrigeración y en la oscuridad.

10 CONTROL DE CALIDAD

10.1 Aspectos generales:

- 10.1.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad (CC) formal.
- 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. El procedimiento debe realizarse 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 determinación, 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 determinados son iguales o mejores que 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, dicha técnica debe tener especificaciones iguales o mejores que la de 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 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.

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 estandarización de la solución 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 respectiva, con al menos dos puntos de la curva de calibración por debajo de dicho valor y dos puntos por arriba.
 - 10.2.3.1 El intervalo de trabajo mínimo se calcula multiplicando el volumen mínimo utilizado de solución 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.
 - 10.2.3.2 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.- Calcule la exactitud inicial del método de la siguiente forma:
 - 10.2.4.1 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.
 - 10.2.4.2 Analice las diez muestras y registre los resultados.
 - 10.2.4.3 Calcule el porcentaje de recuperación:

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

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

- 10.2.4.4 Calcule el promedio y la desviación estándar del %R.
- 10.2.4.5 Compare los valores de la media y la desviación estándar del %R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.
- 10.2.4.6 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 expediente de desempeño inicial del método (EDIM).
- 10.2.4.7 Repita el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 10.2.5 Precisión inicial del método.- Calcule la precisión inicial del método de la siguiente forma:
- 10.2.5.1 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).
- 10.2.5.2 Calcule 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 Calcule la media aritmética del DPR.
- 10.2.5.4 Compare los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.
- 10.2.5.5 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.
- 10.2.5.6 Repita el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 10.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Se calcula multiplicando el volumen mínimo utilizado de solución 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, debe analizarse al menos un 10% de MCC y 10% de MDs.

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 LPC correspondiente.

10.4.1.2 Nunca se deberá sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.

10.4.1.3 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.

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 patrones de referencia que se utilizan para determinar la exactitud y precisión de la pareja analista-método.

10.4.3.1 Las MCC se deben preparar a una concentración aproximada al valor medio de la curva de calibración.

10.4.3.2 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.

- 10.4.4 Muestra de verificación de la estandarización inicial (MVCI).- Se utiliza para verificar que la estandarización del titulante sigue 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 $\pm 5\%$, si el valor encontrado, es mayor, entonces se debe repetir la estandarización de la solución 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 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:
- 10.5.1.1 Calcule el Porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:
- $$\%R = (VE / VR) * 100$$
- 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. |
- 10.5.1.2 Con al menos doce datos, calcule la media aritmética (X) y la desviación estándar para el %R.
- 10.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:
- Límite de control superior = $X + 2s$
 - Límite de advertencia superior = $X + 1s$
 - Límite de control inferior = $X - 2s$
 - Límite de advertencia inferior = $X - 1s$
- 10.5.1.4 Construya una gráfica de control dibujando una línea paralela al eje de las abscisas (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.
- 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 $\pm 2s$, 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.

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 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:

10.5.2.1 Calcule 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, calcule el promedio.

10.5.2.3 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.

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

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

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, determine las causas del problema y corrija los errores, documente adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e inclúyelas 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 el inciso 10.2.
- 10.6.2 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 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 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 adicionales y muestras adicionales duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

11 CALIBRACIÓN

- 11.1 Demostrar que la bureta para la determinación 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 solución de NaOH 0,25 N al absorbedor dependiendo del volumen y conectar al sistema, (Ver figura 1). Adicionar 20 g de muestra al matraz de tres bocas, y 200 ml de la solución de ácido sulfúrico al embudo y 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 min cerrar la llave de nitrógeno y desconectar el absorbedor, sacar el burbujeador del interior del absorbedor, lavar su interior con agua tipo II, este lavado pasarlo a un matraz aforado de 200 ml, agregar a continuación el contenido del absorbedor, para después aforar.
- 12.4 Para determinar la cantidad de cianuros, tomar 100 ml. de la solución absorbidora, adicionar 0,5 ml de indicador de rodanina, titular con la solución estándar de AgNO_3 aprox. 0,0037 N, detener la titulación cuando se observe el vire de un color amarillo intenso a un matiz salmón. Registrar el cambio de color (vire), correr un blanco por cada lote.

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

13 CÁLCULOS

- 13.1 Determinar la cantidad de cianuros liberados:

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

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 solución de AgNO_3 .
 M es la muestra en gramos.

14. DESEMPEÑO DEL METODO

- 14.1 Limite 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.
- 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^- , el recobro (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 determinaciones colorimétricas y titulométricas. El promedio de recobro 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.

16 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

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).

17 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.

18 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**

APÉNDICE A

MÉTODO PARA DETERMINAR SULFUROS

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Este método aplica para determinar reactividad por sulfuros en residuos.

1.2 Campo de aplicación

Este método es aplicable 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 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 solución, en la cual se determina la concentración de H_2S liberado.

2.2 Los sulfuros presentes en la muestra se hidrolizan en presencia del ácido sulfúrico y se liberan como H_2S , el cual es atrapado en una solución adsorbente y posteriormente se determina por un método titulométrico.

3 INTERFERENCIAS

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

4 APARATOS Y MATERIALES

4.1 Matraz de tres bocas de 500 ml con juntas esmeriladas 24/40.

4.2 Aparato de agitación.

4.3 Embudo de separación con tubo de igualación de presiones, juntas 24/40 y llave de PTFE.

4.4 Tubo flexible, para las conexiones de nitrógeno.

4.5 Medidor de flujo.

4.6 Absorbedor de 300 ml.

5 REACTIVOS

5.1 Ácido sulfúrico (0,5N), H_2SO_4 . Adicionar 13,5 ml de ácido sulfúrico concentrado y diluir a 1 000 ml.

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y MANEJO DE MUESTRAS

6.1 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 tapados correctamente. El análisis debe comenzar lo antes posible, y las muestras deben almacenarse en un sitio frío y oscuro hasta el análisis.

6.2 Las muestras pueden ser preservadas ajustando el pH a 12,0 con una solución 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 ser almacenadas en refrigeración y en la oscuridad.

7 CONTROL DE CALIDAD

7.1 Aspectos generales:

7.1.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad (CC) formal.

7.1.2 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.

7.1.3 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.

7.1.4 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 7.2, 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.

7.1.5 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.

7.1.6 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

7.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

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

7.2.2 Límite de detección del método (LDM): 0.5 mg/l

7.2.3 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.

7.2.3.1 El intervalo de trabajo mínimo se calcula multiplicando el volumen mínimo utilizado de solución 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.

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

7.2.4 Exactitud inicial del método.- Calcule la exactitud inicial del método de la siguiente forma:

7.2.4.1 Prepare a partir de un material de referencia, la concentración intermedia del analito de interés dentro de su intervalo de trabajo, divida en diez porciones la muestra y realice el análisis completo en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

7.2.4.2 Analice las diez muestras y registre los resultados.

7.2.4.3 Calcule el porcentaje de recuperación:

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

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.

7.2.4.4 Calcule el promedio y la desviación estándar del %R.

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

7.2.4.6 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.

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

7.2.5 Precisión inicial del método.- Calcule la precisión inicial del método de la siguiente forma:

7.2.5.1 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).

7.2.5.2 Calcule 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.

- 7.2.5.3 Calcule la media aritmética del DPR.
- 7.2.5.4 Compare los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.
- 7.2.5.5 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.
- 7.2.5.6 Repita el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 7.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Se calcula multiplicando el volumen mínimo utilizado de solución 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.
- 7.3 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, debe analizarse al menos un 10% de MCC y 10% de MDs.

7.4 Muestras de control de calidad

- 7.4.1 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.

- 7.4.1.1 Para que un BR se considere adecuado, la concentración en el mismo de cualquier analito no deberá ser más alto que el LPC correspondiente.
- 7.4.1.2 Nunca se deberá sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.
- 7.4.1.3 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.
- 7.4.2 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.
- 7.4.3 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.
 - 7.4.3.1 Las MCC se deben preparar a una concentración aproximada al valor medio de la curva de calibración.
 - 7.4.3.2 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.
- 7.4.4 Muestra de verificación de la estandarización inicial (MVCI).- Se utiliza para verificar que la estandarización del titulante sigue vigente a través de diferentes días de trabajo.
 - 7.4.4.1 Se debe utilizar una disolución patrón de valor intermedio del Intervalo de trabajo.
 - 7.4.4.2 La variación máxima permitida es de $\pm 5\%$, si el valor encontrado es mayor entonces se debe repetir la estandarización de la solución titulante.
- 7.5 Control de calidad estadístico.- En esta sección se especifica como debe realizarse el control de calidad estadístico obligatorio para este método:
 - 7.5.1 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:
 - 7.5.1.1 Calcule el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

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

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.

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

7.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:

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

7.5.1.4 Construya una gráfica de control dibujando una línea paralela al eje de las abscisas (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.

7.5.1.5 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.

7.5.1.6 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.

7.5.2 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:

7.5.2.1 Calcule la diferencia porcentual relativa de acuerdo a 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.
 $|X_1 - X_2|$ es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos.

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

7.5.2.3 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.

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

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

7.5.2.6 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 inclúyelas en la bitácora del analista.

7.6 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:

7.6.1 Si se realizan modificaciones al presente método, deberán validarse de acuerdo a lo que se presenta en el inciso 7.2.

7.6.2 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 7.2.

7.6.3 Si se utiliza algún método no estandarizado, deberá evidenciarse, además de los parámetros mencionados en el inciso 7.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales solo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.

7.7 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 adicionales y muestras adicionales duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

8 CALIBRACIÓN

8.1 La bureta con la que se realice la titulación debe estar calibrada

9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Adicionar de 50 ml de la solución de NaOH 0,25N al absorbedor dependiendo del volumen y conectar al sistema, (Ver figura 1).
- 9.2 Adicionar 20 g de muestra al matraz de tres bocas, y 200 ml de la solución de ácido sulfúrico al embudo y ensamblar el sistema.
- 9.3 Después de 90 min. cerrar la llave de nitrógeno y desconectar el absorbedor, sacar el burbujeador del interior del absorbedor, lavar su interior con agua tipo II y este lavado pasarlo a un matraz aforado de 200 ml, agregando a continuación el contenido del absorbedor, para después aforar.
- 9.4 Determinar la cantidad de sulfuros por el método que se describe a continuación.
- 9.5 Tomar 100 ml. de la solución del absorbidora, adicionar 1 ml de solución de acetato de zinc, dejar reposar 10 min, filtrar sobre un filtro gooch con un filtro de fibra de vidrio y regresar el filtro y el precipitado al matraz.
- 9.6 Añadir 100 ml de agua destilada, 2,0 ml de solución de HCl 6,0 N, 28 ml de solución de yodo, 1,0 ml de solución de almidón.
- 9.7 Titular con tiosulfato de sodio 0,025N hasta incoloro. Correr un blanco por cada lote.
- 9.8 Valorar la solución de yodo con una solución de tiosulfato de sodio 0,025 N, utilizando solución de almidón como indicador.

10 CÁLCULOS

- 10.1 Determinar la cantidad de sulfuros liberados:

$$\text{mg de S/ kg base húmeda.} = \frac{(V_1 \cdot N_1 - V_2 \cdot N_2) \cdot 3 \cdot 2000}{M}$$

donde:

V_1 es el volumen de yodo utilizado, ml

N_1 es la normalidad de la solución de yodo

V_2 es el volumen de tiosulfato utilizado, ml

N_2 es la normalidad de la solución de tiosulfato

M es la muestra en gramos

11 FIGURAS

FIGURA NO. 1 SISTEMA DE EXTRACCIÓN PARA CIANUROS Y SULFUROS

