

**PROYECTO DE NORMA MEXICANA**

**PROY-NMX-AA-048-SCFI-2001**

**RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE METALES POR  
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN  
PRODUCTOS DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS  
(PECT)**

**WASTE.- METALS BY ATOMIC ABSORPTION  
SPECTOPHOTOMETRY 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 PEÑOLES, 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	Equipos 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	Tablas
19	Vigencia
	Apéndice A

**PROY-NMX-AA-048-SCFI-2001**

**RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE METALES POR  
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN  
PRODUCTOS DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS  
(PECT).**

**WASTE.- METALS BY ATOMIC ABSORPTION  
SPECTROPHOTOMETRY 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”.

En términos generales se dice que la toxicidad de una sustancia representa su capacidad para causar una lesión en un organismo vivo.

Los metales pesados, así como la condición de pH, presente, forman parte de las sustancias o condiciones consideradas como tóxicas para los organismos que entran en contacto con las mismas.

Desde luego, el comportamiento de tales parámetros en el ecosistema tendrá un efecto significativo sobre su acción final en los organismos, sin embargo, es de esperar que debido a la naturaleza conservativa de los metales, se puedan presentar efectos tóxicos a grandes distancias del punto inicial de su incorporación al ambiente.

Respecto a los efectos sobre la salud, estos se darán según el grado de exposición, las propiedades específicas de la sustancia química y las características biológicas del órgano afectado, pudiendo presentarse lesiones transitorias o permanentes.

En cualquier caso, la eliminación o el control de la concentración de estos contaminantes antes de entrar a los ecosistemas, aumentará la confianza de que tanto los ecosistemas que sustentan como la salud del hombre, no se verán afectados.

El método establecido en esta norma mexicana, para la determinación de metales 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**

Esta Norma Mexicana establece el método para determinar metales en el producto de extracción para compuestos tóxicos por la técnica de espectrofotometría de absorción atómica y aplica para la determinación y cuantificación de los siguientes metales: Arsénico, Berilio, Cadmio, Cromo total, Mercurio, Níquel, Plata, Plomo, Selenio, Talio, Vanadio.

## **2 RESUMEN**

### **2.1 Tratamiento de la muestra:**

2.1.1 Digestión.- La digestión ácida de la muestra reduce las interferencias producidas por materia orgánica y para convertir los metales a su forma libre para ser analizados por la técnica de absorción atómica.

2.1.2 Digestión en placa.- Tomar 100 ml del producto de extracción para compuestos tóxicos (PECT), acidificar con ácido nítrico y clorhídrico concentrados, evaporar la muestra en una placa de calentamiento casi a sequedad hasta completar la digestión, agregar ácido nítrico en caso de ser necesario, la muestra se filtra y se lleva a un volumen de 100 ml con agua grado reactivo.

2.1.3 Para los metales que se analizan por generador de hidruros o vapor frío se debe considerar su digestión específica para cada elemento.

2.1.4 Como alternativa la digestión puede ser realizada por horno de microondas o autoclave. Estos procedimientos alternativos deben cumplir con los criterios de validación establecidos en el método.

### **2.2 Análisis:**

2.2.1 Aspiración directa.- El extracto PECT digerido y filtrado, es aspirado y atomizado en una flama de aire - acetileno u óxido nítrico - acetileno, en un EAA, esta muestra genera una señal (absorbancia) que es proporcional a la concentración del metal de interés.

2.2.2 Generador de hidruros y vapor frío.- El arsénico, selenio y mercurio son convertidos a sus hidruros respectivos con una solución de borohidruro de sodio o cloruro estanoso en un medio ácido con HCl. El hidruro es removido de la solución por burbujeo y llevado por un flujo de nitrógeno a la flama del espectrofotómetro de absorción atómica, la lectura de absorbancia de la muestra es comparada con una curva de calibración analizada en las mismas condiciones que la muestra. El mercurio se determina por la técnica de generación de vapor frío acoplado a espectrometría de absorción atómica.

### 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 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.

#### 4.2 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.

#### 4.3 Desempeño del método

Conjunto de parámetros que determinan el alcance del método y la calidad de los resultados que deben obtenerse. Estos parámetros incluyen: límite de detección del método, límite práctico de cuantificación, rango de trabajo, precisión inicial del método, exactitud inicial del método, precisión continua del método y exactitud continua del método.

#### 4.4 Desviación estándar

Si se utiliza este estadístico en el presente método, se refiere a la desviación estándar de la muestra, calculada a partir de  $n-1$ , y no a la de la población ( $\sigma$ ) lo cual se calcula a partir de  $n$ .

#### 4.5 Exactitud

Desviación de una lectura con respecto al valor nominal de un material de referencia.

#### 4.6 Límite de detección del método (LDM)

Concentración mínima del analito que puede detectarse con un nivel de confianza predeterminado. Para efectos de este método, el nivel de confianza es del 99%. Este límite de detección generalmente se logra por analistas experimentados con equipo bien calibrado y bajo condiciones no rutinarias.

4.7 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 cinco a diez veces el LDM.

**5 INTERFERENCIAS**

5.1 Aspiración directa:

5.1.1 Interferencias químicas.- Son causadas por la pérdida de absorción por saltos cuánticos de átomos en combinaciones moleculares en la flama. Este fenómeno puede ocurrir cuando la flama no está lo suficientemente caliente para disociar la molécula, como en el caso de la interferencia de fosfatos en la determinación de magnesio, aluminio y bario o porque el átomo disociado es oxidado inmediatamente a un compuesto que no se disociará a la temperatura de la flama. La adición de lantano superará la interferencia del fosfato en la atomización de magnesio, calcio y bario en caso de que la flama sea aire acetileno.

5.1.2 La presencia de altas concentraciones de sólidos disueltos en la muestra, interfieren con los resultados. Estos sólidos además de presentar una barrera física al paso de la luz del cátodo hueco en la flama, forman depósitos en la cabeza del quemador. Para evitar este problema, use corrección de fondo una vez que se haya filtrado la muestra. Para ciertos elementos no se requiere corrección de fondo, sin embargo es necesaria la limpieza del quemador, las altas concentraciones de sólidos disueltos se evita aspirando continuamente agua acidulada.

5.1.3 Las interferencias de ionización.- Este tipo de interferencias ocurren cuando la temperatura de la flama es lo suficientemente alta como para generar la remoción de un electrón de su átomo neutral, dando un ión con carga positiva. Este tipo de interferencias pueden controlarse generalmente por la adición de elementos o sales fácilmente ionizables a la muestra y a los estándares.

5.1.4 La absorción molecular y la dispersión de la luz causada por las partículas sólidas en la flama, pueden causar errores positivos. Cuando ocurra este fenómeno, use corrección de fondo para obtener valores exactos.

5.1.5 Interferencias específicas de cada elemento:

5.1.5.1 Cadmio

El calcio en concentraciones mayores de 1 000 mg/L, suprime la absorción del cadmio. A concentraciones de 2 000 mg/L la supresión es del 19%. No interfieren el sodio, potasio, sulfatos y cloruros a concentraciones de 9 000 mg/L cada uno. La presencia de magnesio (4 500 mg/L) utilizando el horno de grafito interfiere con la determinación de cadmio.

5.1.5.2 Plomo

Altas concentraciones de calcio incrementa la lectura de la concentración de plomo, esto se elimina con la técnica de corrección de fondo.

#### 5.1.5.3 Níquel

El sodio, potasio, sulfatos y cloruros en concentraciones menores a 9 000 mg/L no interfieren en la determinación de níquel; tampoco el calcio, magnesio y fierro en concentraciones menores de 4 000 mg/L cada uno, así como los nitratos en concentraciones menores de 2 000 mg/L y el cadmio, plomo, cobre, zinc, cobalto y cromo a concentraciones menores de 10 mg/L de cada uno.

#### 5.1.5.4 Selenio

El mercurio y el arsénico en concentraciones mayores de 500 mg/L y 100 mg/L respectivamente, pueden inhibir la formación del hidruro de selenio.

#### 5.1.5.5 Cromo

Puede ocurrir una interferencia si las muestras contienen altas concentraciones de metales alcalinos, esta interferencia puede tratarse adicionando una disolución de KCl esta adición se hace también a los estándares de la curva de calibración.

### 5.2 Método de adición de estándar:

En caso de no contar con corrector de fondo o tener interferencias no específicas utilizar el método de adición de estándar.

### 5.3 Interferencias en el generador de hidruros:

5.3.1 Si la línea de transferencia entre la celda fría y el atomizador no está bien caliente, puede condensarse el vapor de agua en la línea, esta condensación puede interferir con la determinación del hidruro. Para evitar este problema la celda debe estar lo suficientemente caliente, generalmente se deja calentar entre 10 min y 15 min o hasta que alcance 90°C.

5.3.2 El cobalto, cobre, hierro, mercurio o níquel con altas concentraciones en la muestra, pueden causar interferencias por la precipitación de los metales reducidos y bloquear la línea de transferencia y demás conexiones.

5.3.3 Arsénico.- La evolución del hidruro se ve afectado por la presencia de cobalto, níquel, mercurio, plata, platino, cobre, cromo, molibdeno y antimonio. El sulfuro de hidrógeno y otros sulfuros, son removidos con acetato de plomo antes de la evolución del hidruro y durante la digestión.

## 6 SEGURIDAD

6.1 No se ha determinado la carcinogenicidad de todos los reactivos con precisión, por lo que cada sustancia química debe tratarse como potencialmente peligrosa para la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor nivel posible.

- 6.2 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 éste método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 6.3 Todas las precauciones de seguridad asociadas a este método deberán estar contenidas en el procedimiento de seguridad.
- 6.4 El borohidruro de sodio es una sustancia tóxica, flamable y corrosiva.
- 6.5 El uso de una campana de extracción, ropa de protección, lentes de seguridad y mascarilla se requieren cuando se preparan las soluciones donde las reacciones entre el disolvente y el soluto son exotérmicas, esto es, óxido de lantano en solución ácida. Se requieren iguales precauciones cuando se diluyen ácidos fuertes, debe evitarse el contacto con la piel y vías respiratorias.
- 6.6 Se requiere un sistema de ventilación permanente para eliminar una gran cantidad de gases calientes y algunas veces tóxicos producidos por el quemador durante la operación del instrumento. Como el acetileno es un gas flamable deberán tomarse las precauciones adecuadas cuando se use. Para evitar explosiones nunca pase el acetileno a través de instalaciones o tuberías de cobre o aleaciones con alto contenido de cobre (latón, bronce). Si el espectrofotómetro no está equipado con un escudo protector, el operador deberá usar lentes de seguridad para atenuar la luz ultravioleta emitida por la flama. El óxido nitroso es un gas que se usa como anestésico, el lugar de trabajo debe estar bien ventilado.
- 6.7 Los gases oxidantes deben separarse de los gases reductores.
- 6.8 Los gases deben de ser almacenados en un lugar ventilado, identificados y asegurados.
- 6.9 Aplicar cuidadosamente las guías de operación del fabricante del equipo para optimizar la velocidad del flujo de gas. Si no se emplean las precauciones adecuadas, puede resultar una combustión peligrosa dentro de la cámara de mezcla de los gases.
- 6.10 Para evitar explosiones en línea, no permita que la presión de llegada del acetileno al instrumento exceda  $1,06 \text{ kg/cm}^2$  (15 psi).
- 6.11 Cuando se usa  $\text{N}_2\text{O}$  como oxidante, deberá utilizarse una cabeza de quemador de 50,8 mm de diámetro, ya que utilizando una cabeza de 101,6 mm ocurrirá un regreso de la flama. La flama de  $\text{N}_2\text{O}$  debe encenderse usando primero una combinación de aire/acetileno y luego cambiar a óxido nitroso/acetileno. El óxido nitroso nunca debe pasarse a través de líneas que contengan residuos de aceites o grasas, ya que puede causar una explosión.

- 6.12 Revise que el tubo del desagüe de la cámara de mezcla de gas esté lleno con agua antes de comenzar cualquier análisis. Se recomienda el uso de una trampa de seguridad o de cualquier válvula. Siga las instrucciones del fabricante para mantener una presión positiva en el sello del líquido.
- 6.13 Dada la alta toxicidad del plomo, cadmio, níquel, mercurio, plata, bario, cromo, así como todos los pasos de preparación y digestión de las muestras, extreme las precauciones de manejo de todas las soluciones y utilice un cuarto bien ventilado.
- 6.14 El arsénico, el selenio y sus correspondientes hidruros son tóxicos. Manéjense con cuidado.

## **7 EQUIPOS Y MATERIALES**

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son relevantes en este método analítico.

### **7.1 Equipo:**

- Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA);
- Generador de hidruros, continuo o intermitente;
- Horno de grafito capaz de programar las temperaturas del tubo de grafito, debe contar con un sistema de enfriamiento;
- Lámparas de cátodo hueco de: antimonio, arsénico, bario, berilio, cadmio, cobalto, cobre, cromo, mercurio, molibdeno, níquel, plata, plomo, selenio, talio, vanadio, zinc. Pueden usarse lámparas de descarga en los metales que aplique;
- Placa de calentamiento con regulador de resistencia que alcance una temperatura de 40°C a 400°C, recubierta con una placa anticorrosiva;
- Horno de microondas de acuerdo a las especificaciones del fabricante;
- Autoclave.- Que alcance una presión de 15 lb/pulg, y una temperatura de 121°C, por 30 min mínimo;
- Quemadores de 10 cm de ranura, y para óxido nitroso de 5 cm;
- Registrador para el EAA. (Sistema para registro de datos); y
- Celda de cuarzo cilíndrica.

### **7.2 Material:**

- Matraz erlenmeyer;
- Matraz volumétrico clase "A";

- Papel filtro;
- Pipetas volumétricas clase "A";
- Micropipetas;
- Tubos de grafito (Específicos para el horno de grafito utilizado).

7.3 Limpieza del material:

- 7.3.1 Los contenedores de las muestras deben lavarse con solución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua desionizada.
- 7.3.2 Para el material de PTFE o material de vidrio deberá dejarse remojando solución con HNO<sub>3</sub> (1+1), HCl (1+1) o con agua regia (3 partes de HCl conc. + 1 parte de HNO<sub>3</sub> conc.) Para celdas de cuarzo utilice HF (1+1) para su limpieza por 10 min a 15 min.

## 8 REACTIVOS Y PATRONES

- 8.1 Los reactivos que requiere el método deben ser tipo ACS (American Chemical Society) grado reactivo a menos que se indique otro grado.

- Agua.- A menos que otra cosa se indique el agua de referencia debe entenderse como agua grado reactivo con las siguientes especificaciones:

Conductividad, micromho/cm a 25°C:	1,0 (5,0 máxima)
pH:	No especificado

- Ácido clorhídrico concentrado (HCl), gravedad específica 1,19;
- Ácido nítrico concentrado(HNO<sub>3</sub>), gravedad específica 1,42;
- Ácido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), gravedad específica 1,84;
- Borohidruro de sodio (NaBH<sub>4</sub>) preparar a concentración especificada por el fabricante del equipo;
- Cloruro de potasio (KCl);
- Sulfato clorhidrato de hidroxilamina;
- Hidróxido de sodio (NaOH);
- Permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>);
- Persulfato de potasio (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>);
- Aire comprimido libre de agua y aceite;
- Acetileno grado absorción atómica;

- Nitrógeno;
- Óxido nitroso grado alta pureza;
- Solución de clorhidrato de hidroxilamina.- Disolver 120 g de clorhidrato de hidroxilamina en un litro de agua;
- Solución de permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ).- Disolver 5,0 g  $\text{KMnO}_4$  en agua y diluir a 100 ml;
- Solución de persulfato de potasio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) al 5%.- Disolver 5,0 g de  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  en 100 ml de agua desionizada;
- Solución de cloruro de potasio (KCl).- Disolver 250 g de KCl en agua y diluir a un litro.

## 8.2 Patrones:

NOTA: Todas las soluciones estándar usadas en este método deberán ser certificados y trazables

- 8.2.1 Solución estándar certificada de 1 000 mg/L de los siguientes metales: Antimonio, arsénico, bario, berilio, cadmio, cobalto, cobre, cromo, mercurio, molibdeno, níquel, plata, plomo, selenio, talio, vanadio, zinc.
- 8.2.2 Solución estándar intermedia.- Preparar una solución estándar intermedia de cada metal, tomando una alícuota adecuada de la solución estándar certificada diluyendo con agua que contenga 1,5 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado/L.
- 8.2.3 Solución estándar de trabajo.- Preparar una serie de cinco soluciones a partir de las soluciones estándar de cada metal que estén dentro del intervalo de trabajo (tabla 1 y 2), tomando las diluciones adecuadas de la solución estándar intermedia (inciso 8.2.2), diluyendo con agua que contenga ( 0,15 por ciento).
- 8.2.4 Solución estándar para la matriz adicionada.- La concentración depende del metal a analizar y de la técnica utilizada, se debe preparar a partir de la solución intermedia (inciso 8.2.2) diluyendo con agua que contenga 1,5 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado/L.
- 8.2.5 Muestras de control de calidad.- El encargado de CC deberá preparar una solución de una fuente diferente al utilizado para la curva independiente a la que usa el analista.
  - 8.2.5.1 Soluciones intermedias de CC.- Preparar las muestra de control de calidad (MCC), diluyendo con agua conteniendo 1,5 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado/L dependiendo de la concentración del metal a analizar y de la técnica empleada. Las concentraciones deben estar dentro del rango de trabajo de cada metal (Ver tabla 1 y 2).

## **9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS**

- 9.1 Recolección. Debe tomarse un mínimo de 500 ml de extracto PECT.
- 9.2 Preservación de la muestra.- Los extractos de lixiviación deben preservarse con ácido nítrico (1+1) hasta obtener un pH < a 2. Para la determinación de mercurio, la muestra debe preservarse con 1 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y todas las muestras deben refrigerarse a 4°C hasta su análisis.
- 9.3 Almacenamiento de la muestra.- El tiempo máximo previo al análisis es de seis meses. Para mercurio es de veintiocho días.

## **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;
  - 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 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.

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

10.2.1.2 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 EDIM.

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

10.2.2 Límite de detección del método (LDM):

10.2.2.1 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.

10.2.2.2 Divida la disolución anterior en siete alícuotas y analícelas.

10.2.2.3 Calcule el promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos.

10.2.2.4 Calcule el LDM usando la siguiente ecuación:

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

donde:

$(t_{n-1}, 0,99\%)$  = 3,14  
 s es la desviación estándar

- 10.2.2.5 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 10.2.2.2.
- 10.2.2.6 El procedimiento y los resultados deben quedar asentados en la bitácora del analista y en el expediente del desempeño inicial del método (EDIM).
- 10.2.2.7 El límite de detección del método que se obtenga, debe ser igual o menor al que se presente en la sección de desempeño.
- 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 encima.
  - 10.2.3.1 El intervalo de trabajo se define como la porción lineal de la curva de calibración, normalmente abarca de uno a tres órdenes de magnitud.
  - 10.2.3.2 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).
- 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 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.
  - 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 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 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.
- 10.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma:
  - 1 Muestra de verificación del instrumento (MVI).
  - 2 Muestra de verificación de la calibración inicial (MVCI) (o patrones de la curva de calibración).
  - 3 Blanco de reactivos (BR).
  - 4 Muestra sintética de control de calidad (MCC).
  - 5 Muestra real No. 1

- 6 Muestra real No. 2
- 7 Muestra real No. 1 duplicada (MD).
- 8 a 13 Muestras reales Nos. 3 a 10
- 14 Muestra de verificación de la calibración continua (MVCC).
- 15 MCC No. 2
- 16 Muestra real No. 11
- 17 Muestra real No. 12
- 18 Muestra real No. 11 duplicada (MD).
- 19 a 26 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 calibración inicial (MVCI).- Se utiliza para verificar que la curva de calibración sigue vigente a través de diferentes días de trabajo.

- 10.4.4.1 Se debe utilizar la disolución patrón de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla después de haber verificado el instrumento de medición.
- 10.4.4.2 La variación máxima permitida es de  $\pm 25\%$ , si el valor encontrado, es mayor, entonces debe realizar una nueva curva de calibración.
- 10.4.5 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.
- 10.4.5.1 Se debe utilizar la disolución patrón de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla cada diez muestras dentro del lote analítico.
- 10.4.5.2 La variación máxima permitida es de  $\pm 20\%$ , si el valor encontrado, es mayor, entonces debe realizar una nueva curva de calibración, analizar de nuevo las cinco muestras anteriores y proseguir con el análisis del lote analítico.
- 10.4.6 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.
- 10.4.6.1 La MVI es una muestra que depende de las especificaciones del fabricante del instrumento.
- 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 ( $\bar{X}$ ) y la desviación estándar para el %R.

10.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:

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

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

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

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 inclúyalas 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 La verificación se realizará cada mes, o bien cuando se presente un coeficiente de correlación menor de 0,997 ó un 5 % de variación en la pendiente.
  - 11.1.1 Aspiración directa:
    - 11.1.1.1 Verifique la corriente de la lámpara para cada metal.
    - 11.1.1.2 Seleccione el ancho de banda espectral óptimo, el cual depende de cada elemento en particular.

- 11.1.1.3 Coloque la longitud de onda para el metal de interés de acuerdo al inciso 18.2 (tabla 2) o de acuerdo a las condiciones recomendadas por el fabricante del equipo.
- 11.1.1.4 Alinee el quemador de acuerdo a las especificaciones del fabricante del equipo.
- 11.1.1.5 Ajuste las condiciones de la flama de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Permita que el sistema alcance el equilibrio de 10 min a 15 min.
- 11.1.1.6 Optimice la velocidad de nebulización, aspirando una solución de un metal (como cobre) el cual es sensible a cambios en las condiciones de la flama y ajuste la nebulización hasta obtener una absorbancia máxima.
- 11.1.1.7 La estabilidad del instrumento debe demostrarse analizando una solución estándar de 5 ppm de cobre que deberá dar una máxima absorbancia de acuerdo a lo establecido por el fabricante una concentración veinte veces el límite de detección del Instrumento (LDI) un mínimo de cinco veces obteniendo una desviación estándar relativa de la señal de absorbancia menor que el 5 %.
- 11.1.1.8 Debe efectuarse la mezcla de gases necesaria de para obtener la absorbancia requerida por la curva de calibración, con una presión de salida de los tanques de Acetileno (12 libras /pulgada<sup>2</sup>– 16 libras /pulgada<sup>2</sup>) y de aire (a 40 libras /pulgada<sup>2</sup> a 80 libras /pulgada<sup>2</sup>).
- 11.1.1.9 Analice el blanco de reactivos, la curva de calibración y las MCC.
- 11.1.2 Calibración del generador de hidruros:
  - 11.1.2.1 Instale la lámpara adecuada, coloque la corriente de la lámpara dependiendo del metal a analizar.
  - 11.1.2.2 Encienda el espectrofotómetro y espere a que se estabilice.
  - 11.1.2.3 Seleccione la longitud de onda y el ancho de banda espectral para el elemento que va a ser determinado de acuerdo a lo recomendado por el fabricante del equipo.
  - 11.1.2.4 Ajuste el rayo de luz de la lámpara de acuerdo con las especificaciones del fabricante del equipo.
  - 11.1.2.5 Ajuste los flujos de gas de aire y acetileno, este ajuste no se requiere para la determinación de mercurio.
  - 11.1.2.6 Alinee la celda de cuarzo en el rayo de luz y espere de 20 min a 30 min para su estabilización en la flama antes de iniciar el análisis; en este período, prepare las soluciones estándar y los reactivos.
  - 11.1.2.7 Coloque las soluciones en el contenedor del reductor.

- 11.1.2.8 Abra el suministro de gas inerte ( $N_2$ ) e incremente la presión a  $2,5 \text{ Kg/cm}^2$ .
- 11.2 Observaciones:
  - 11.2.1 Para preparar las curva de calibración de cada metal, ver los rangos de concentración en el inciso correspondiente Prepare una curva de calibración reciente antes de analizar la muestra.
  - 11.2.2 A los estándares de As y Se por horno de grafito, se debe añadir 0,25 ml de  $HNO_3$  concentrado, 0,5 ml de  $H_2O_2$  al 30 %, 0,5 ml de la solución de  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  al 5 % y aforar a 25 ml con agua.

## 12 PROCEDIMIENTO

Las muestras que contengan partículas o materia orgánica requieren en general, un tratamiento previo al análisis. Los metales totales incluyen las combinaciones de carácter orgánico e/o inorgánico, tanto disueltos como en partículas.

- 12.1 Preparación de la muestra para la determinación de metales totales:
  - 12.1.1 Homogeneice perfectamente la muestra, verificando que no existan sólidos adheridos en el fondo del contenedor. Inmediatamente después mida 100 ml de la muestra, del blanco de reactivos, de la muestra adicionada (MA) y de la muestra adicionada duplicada (MAD) y transfiera a un vaso de precipitado.

NOTA: El volumen de muestra dependerá de los niveles de concentración esperada de los analitos.

- 12.1.2 Añada 3 ml de  $HNO_3$  concentrado y caliente en una parrilla, evapore cuidando que no hierva, hasta aproximadamente de 10 ml a 20 ml, 2 ml a 5 ml de muestra y enfríe.

NOTA: Si la muestra hierve, algunos metales como plomo, cadmio, selenio, arsénico, pueden formar compuestos volátiles.

- 12.1.3 Adicione 5 ml de  $HNO_3$  concentrado, cubra con un vidrio de reloj y pase nuevamente la muestra a la parrilla de calentamiento. Incremente la temperatura de calentamiento hasta que exista reflujo de vapores. Continúe calentando y en caso de ser necesario, agregue mayor cantidad de  $HNO_3$  y continúe la digestión.
- 12.1.4 Cuando la digestión es completa (esto es cuando la muestra tenga apariencia cristalina constante), evapore casi a sequedad hasta aproximadamente de 2 ml a 5 ml, retire la muestra de la parrilla y enfríe.
- 12.1.5 Por cada 100 ml de volumen final adicione 10 ml de HCl (1+1) y 15 ml de agua, caliente la muestra sin llegar a ebullición por espacio de 15 min para disolver precipitados o residuos resultantes de la evaporación.

- 12.1.6 Enfríe, lave las paredes del vaso y vidrio de reloj con agua y filtre para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajuste el volumen basado en la concentración esperada de los analitos a analizar (Ver nota del inciso 12.1.2). La muestra está lista para su análisis. Las concentraciones deben reportarse como metales totales.
- 12.1.7 Para determinación de mercurio por vapor frío:
  - 12.1.7.1 Transfiera el contenido de los matraces volumétricos que contienen la curva de calibración a matraces erlenmeyer de 250 ml.
  - 12.1.7.2 Tome 100 ml de agua como blanco de reactivos y siga los procedimientos generales.
  - 12.1.7.3 Añada 7 ml de  $H_2SO_4$  concentrado a cada uno de los matraces.
  - 12.1.7.4 Adicione 5 ml  $HNO_3$  concentrado y unas perlas de ebullición.
  - 12.1.7.5 Añada 6 ml de la solución  $KMnO_4$  al 5%, mezclar y deje reposar por 15 min.
  - 12.1.7.6 Agregue 8 ml de  $K_2S_2O_8$  al 5% y mezcle.
  - 12.1.7.7 Digiera durante 2 h aproximadamente a  $85^\circ C$  en baño de agua, agitando eventualmente (no debe haber ebullición), ó digerir en autoclave a  $121^\circ C$  durante 30 min.
  - 12.1.7.8 Enfríe a la temperatura ambiente.
- 12.1.8 Para determinación de As y Se por generador de hidruros:
  - 12.1.8.1 Tome 100 ml de agua como blanco de reactivo, de la muestra y de cada uno de los estándares a un vaso de 250 ml.
  - 12.1.8.2 Adicione 0,5 ml de  $H_2SO_4$  concentrado 2,5 N y 10 ml de  $K_2S_2O_8$  al 5%.
  - 12.1.8.3 Lleve a ebullición suave en una placa de calentamiento mínimo 1 h.
  - 12.1.8.4 Permita enfriar a temperatura ambiente y aforar a 100 ml
- 12.2 Análisis por aspiración directa:
  - 12.2.1 calibre el espectrofotómetro de absorción Atómica (inciso 10.1.1).
  - 12.2.2 Lea las muestras según la secuencia especificada anteriormente.
  - 12.2.3 Haga una gráfica con los valores de la curva de calibración y calcule los resultados cuantitativos.
- 12.3 Análisis por generador de hidruros:
  - 12.3.1 Determinación de mercurio:

- 12.3.1.1 Agregue la cantidad necesaria de clorhidrato de hidroxilamina, mezcle hasta eliminar el color rosa (antes de la lectura en el equipo de generación de hidruros).
- 12.3.1.2 Calibre el generador de hidruros según procedimiento del fabricante.
- 12.3.1.3 Analizar la muestra según procedimiento del fabricante.
- 12.3.1.4 Haga una gráfica con los valores de la curva de calibración y cuantifique.

NOTA: Enjuague los vasos de reacción entre cada muestra con agua acidificada con  $\text{HNO}_3$  (5%) y séquelos.

### 12.3.2 Determinación de As y Se:

PRECAUCIÓN: El arsénico, el selenio y sus correspondientes hidruros son tóxicos. Manipúlense con cuidado.

- 12.3.2.1 Calibre el generador de hidruros según recomendaciones del fabricante.
- 12.3.2.2 Haga una gráfica con los valores de la curva de calibración y cuantifique.
- 12.3.2.3 Si la muestra se diluyó o concentró antes de la digestión de la misma, aplique el factor adecuado.

## 13 CÁLCULOS

- 13.1 Haga una gráfica con los valores de la curva de calibración y obtenga el coeficiente de correlación, el cual debe ser mayor a 0,997.
- 13.2 Calcule la concentración de la muestra por interpolación de la gráfica de la curva de calibración y obtenga la ecuación de la recta empleando la siguiente ecuación:

$$y = mX + b$$

donde:

m es la pendiente

b es la ordenada al origen

- 13.3 Si se trabaja con el método de adición de estándares, obtenga la gráfica, el coeficiente de correlación y el valor de la muestra sin añadir.
- 13.4 Reporte de resultados:
  - 13.4.1 No reporte concentraciones de elementos por debajo del límite de cuantificación práctico.

13.4.2 Reporte todos los valores obtenidos de CC junto con los resultados del análisis.

13.4.3 Reporte los resultados de análisis en mg/L con tres cifras significativas.

13.4.4 Si se diluye la muestra, emplee la siguiente ecuación:

$$\mu\text{g/L del metal en la muestra} = (A)(B)/C$$

donde:

A es  $\mu\text{g/L}$  del metal de la alícuota diluida a partir de la curva de calibración.

B es el volumen de aforo usado en la dilución, en ml.

C es la alícuota de la muestra, en ml.

13.4.5 Para la determinación del metal por generador de hidruros lea la concentración directamente de la curva de calibración en  $\mu\text{g/L}$ .

## **14 DESEMPEÑO DEL MÉTODO**

14.1 Límite de detección: se presentan en los incisos 18.1, 18.2 (tablas 1 y 2)

14.2 Límite práctico de cuantificación: debe ser cinco veces el límite de detección.

14.3 Intervalo de trabajo: se presentan en el inciso 18.1 (tabla 1)

## **15 MANEJO DE RESIDUOS**

15.1 La principal fuente de contaminación es la exposición a los vapores tóxicos corrosivos de las digestiones ácidas, por lo que el laboratorio debe contar con una buena ventilación.

15.2 Realizar todas las operaciones de digestión, preparación de estándares y muestras en la campana de extracción y además usar mascarillas con filtro de carbón activado.

15.3 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.

15.4 Almacenamiento: El laboratorio debe contar con áreas especiales, que tengan señalamientos adecuados, para almacenar temporalmente las soluciones contaminadas con metales pesados.

15.5 Los desechos ácidos deben neutralizarse para su disposición final.

- 15.6 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

“Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry”, Perkin Elmer, USA, 1982. (Métodos analíticos por espectrofotometría de absorción atómica, Perkin Elmer, EUA, 1982).

Method 200.9, “Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry”, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, april 1991. (Método 200.9, “Determinación de trazas de elementos por Espectrometría de absorción atómica con horno de grafito y temperatura estabilizada, Agencia de Protección Ambiental, Departamento de Investigación y Desarrollo.)

Method SW-846, “Test Methods for Evaluating Solid Waste”, Metals Atomic Absorption Methods, Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response, Washington, D.C., November 1986. (Método SW-846, “Métodos de prueba para evaluación de residuos sólidos, Métodos de determinación de metales por absorción atómica, Agencia de Protección Ambiental, Departamento de residuos sólidos y respuesta a emergencia, Washington, D.C. noviembre de 1986).

Method 1632, “Inorganic Arsenic in Water by Hydride Generation Flame AA”, Environmental Protection Agency, Office of Science and Technology Engineering and Analysis Division, Washington, D.C., January 1996. (Método 1632, “Arsenico inorgánico en agua por generación de flama de hidruro AA2, Agencia de Protección Ambiental, Departamento de ciencia y división de análisis e ingeniería tecnológica, Washington, D.C., enero de 1996).

Part 3000-Metals, “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater”, America Public Health Association, Washington, D.C. 20005, 19th Edition, 1995. (Partida 3000-Metales, “Métodos para el análisis de agua y agua residual”, Asociación Americana de Salud Pública, Washington, D.C. 20005, 19ava. Edición, 1995).

“Standard Test Method for Elements in Water by Metals Atomic Absorption Spectroscopy”, American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, vol. 11.01 1994. “Métodos de prueba para la determinación de elementos en agua por Espectroscopía de absorción atómica de metales”, Sociedad Americana para Pruebas y Materiales, EUA, Comité de normas ASTM, Filadelfia PA, vol. 11.01, 1994).

**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 TABLAS**

**18.1 CONDICIONES DE OPERACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA Y LÍMITES DE DETECCIÓN DEL MÉTODO.**

TABLA 1

Elemento	Longitud de onda (nm)	Sensibilidad mg/L	Gases de flama	LDM (mg/L)	LPC (mg/L)
Be	234,9	0,03	N <sub>2</sub> O/acetileno	0,07	0,21
Cd	228,8	0,025	aire/acetileno	0,1	0,3
Cr	357,9	0,1	aire/acetileno	0,5	1,5
Ni	232,0	0,15	aire/acetileno	0,5	1,5
Pb	217,0	0,5	aire/acetileno	0,5	1,5
Ta				0,01	0,03
V	318,4	1,5	N <sub>2</sub> O/acetileno	0,3	1,5

**18.2 CONDICIONES DE OPERACIÓN DEL GENERADOR DE HIDRUROS Y LÍMITES DE DETECCIÓN.**

TABLA 2

Elemento	Longitud de onda (nm)	Flama	LDM (mg/L)	LPC (mg/L)
As	193,7	aire/acetileno	0,5	1,5
Hg	253,7	no requiere	0,02	0,06
Se	196,0	aire/acetileno	0,1	0,3

**19 VIGENCIA**

La presente Norma Mexicana entrará en vigor 60 días naturales posteriores a su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

**MÉXICO, D.F., A**

**MIGUEL AGUILAR ROMO  
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

## APÉNDICE A MÉTODO DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS PARA ANÁLISIS DE METALES

### 1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

En este apéndice se establece el método de extracción para lixiviar los constituyentes que hacen a un residuo sólido o líquido, peligroso por su toxicidad al ambiente y se 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 a 0,8 micrómetros ( $\mu\text{m}$ ), 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**

Si se utiliza este estadístico en el presente método, se refiere a la desviación estándar de la muestra, calculada a partir de  $n-1$ , y no a la de la población ( $\sigma$ ) lo 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 reúne en el filtro de fibra de vidrio 0,6 a 0,8 mm al aplicar el procedimiento de filtración y que se utiliza para determinar la cantidad de muestras a filtrar.

### **4 INTERFERENCIAS**

4.1 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 compuesto orgánicos volátiles directamente al igual que los metales, el resultado de los constituyentes se dividirá entre 20, si sobrepasan los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-052-ECOL-1993, referido en el inciso 2 de la presente Norma, entonces el residuo se considera peligroso.

### **5 SEGURIDAD**

5.1 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 éste método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

- 5.2 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 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;
- 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 2 L 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  $0,6 \text{ }\mu\text{m}$  a  $0,8 \text{ }\mu\text{m}$ ; y
- Recipientes para recolectar los filtrados: frascos de vidrio ámbar, capacidad de 2L (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 otro 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 (HNO<sub>3</sub>) 1N: Colocar en el matraz 500 ml de agua y añadir lentamente 62,5 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado aforar a un litro 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 de 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 Tratamiento en campo: no aplica
- 8.4 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 porcentaje 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/cm<sup>2</sup> 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/cm<sup>2</sup> hasta un máximo de 3,5 kg/cm<sup>2</sup>.
- 11.1.1.11 Si cesa el flujo de líquido a 3,5 kg/cm<sup>2</sup> 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 Pesarse 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  $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  hasta que dos pesadas sucesivas no varíen en  $\pm 1,0$  por ciento. Registrar el peso final.

11.1.2.3 Calcular el porcentaje de sólidos secos:

$$\% \text{ solidos secos} = \frac{\text{Peso del filtro mas residuo seco} - \text{Peso del filtro}}{\text{Peso inicial del residuo}} * 100$$

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  $1\text{ cm}^2$  (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  $\leq 4$  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 hora 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 término 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 tres horas 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 Sí 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 por ciento 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 HNO<sub>3</sub> 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 ( $\leq 4,0 \pm 0,5$ ), si 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  $30 \text{ rpm} \pm 2 \text{ rpm}$ .
- 11.2.3.9 Después de 60 min. de iniciada la lixiviación, verificar el pH en el lixiviado, si 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  $30 \text{ r/min} \pm 2 \text{ r/min}$  durante  $18 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$ .
- 11.2.3.11 Al termino de la lixiviación, medir el pH el cual debe ser de  $\leq 4,0 \pm 0,5$ , si no es así ajustar el pH y continuar con la lixiviación por tres horas más. Registrar todos los valores de pH en la bitácora correspondiente.
- 11.2.3.12 Después del tiempo de lixiviación, filtrar el extracto en el equipo de filtración.
- 11.2.3.13 Verificar que el filtrado original y el filtrado obtenido de la lixiviación sean compatibles. Si son compatibles mezclar el filtrado y el lixiviado.
- 11.2.3.14 A partir de esta solución (extracto PECT), realizar la digestión para analizar metales y la extracción para analizar compuestos orgánicos semivolátiles.
- 11.2.3.15 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.

11.2.3.16 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).