

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-103-SCFI-2001

**RESIDUOS.- COMPUESTOS ORGÁNICOS VOLÁTILES EN EL
PRODUCTO DE EXTRACCIÓN PARA CONSTITUYENTES TÓXICOS
(PECT)**

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

PREFACIO

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

- ASOCIACIÓN NACIONAL DE INGENIEROS QUÍMICOS, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN
- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIÓN Y CAPACITACIÓN AMBIENTAL
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES.
- INDEQUIM, S.A. DE C.V.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Instituto de Geografía. Laboratorio ambiental
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA
- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES MONTERREY.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO CONTROL QUÍMICO/NOVAMANN, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SAS LABORATORIOS, S.A DE C.V.
- SERVICIOS INDUSTRIALES PEÑALES, S.A. DE C.V.

ÍNDICE

0	Introducción
1	Objetivo y campo de aplicación
2	Resumen
3	Referencias
4	Definiciones
5	Interferencias
6	Seguridad
7	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	Datos de 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-103-SCFI-2001

RESIDUOS.- COMPUESTOS ORGÁNICOS VOLÁTILES EN EL PRODUCTO DE EXTRACCIÓN PARA CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT).

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

0 INTRODUCCIÓN

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

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

El método establecido en esta norma mexicana, para la determinación de compuestos orgánicos volátiles en producto de extracción de constituyentes tóxicos (PECT) es considerado confiable debido a que durante su desarrollo se encontraron ciertos procedimientos esenciales en muestras que fueron analizadas con buenos resultados, de manera que todos los requerimientos de desempeño especificados se cumplen.

Durante el desarrollo del método, 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 de análisis por cromatografía de gases acoplado a un espectrómetro de masas y un equipo de purga y trampa para determinar los compuestos orgánicos volátiles. Los compuestos que se analizan por este método deben tener un punto de ebullición por debajo de los 200°C, deben ser insolubles o escasamente solubles en agua. La matriz en la que aplica este método es en el producto de extracción para constituyentes tóxicos (PECT).

2 RESUMEN

Un gas inerte como el helio, se burbujea a través de la muestra a temperatura ambiente en un equipo de trampa y purga, los compuestos volátiles son transferidos de la fase acuosa a la fase de vapor. El vapor es atrapado en una columna de material absorbente (trampa), posteriormente en la trampa se eleva la temperatura y los componentes son desorbidos e introducidos a la columna cromatográfica, en la cual también se eleva la temperatura para lograr la elución y separación de los compuestos de interés, los cuales son detectados por el espectrómetro de masas, la cuantificación se realiza por medio de un estándar interno y una curva de calibración.

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 Residuos

Líquidos, sólidos y sedimentos de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellos.

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 Calibración

El conjunto de operaciones que tiene por finalidad determinar los errores de un instrumento para medir y, de ser necesario, otras características metrológicas.

4.5 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 $n-1$.

4.6 Disolución patrón

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

4.7 Disolución madre

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de ésta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

4.8 Estándar de calibración

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

4.9 Estándar de verificación de la calibración

Solución estándar con una concentración igual a la del nivel medio de la curva de calibración, se utiliza para verificar la calibración inicial.

4.10 Exactitud

Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.

4.11 Límite de detección del método (LDM)

Concentración mínima de un analito que puede identificarse con una confianza del 95% cuando la concentración del analito es mayor a cero bajo las condiciones establecidas del método.

4.12 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.

4.13 Muestras fortificadas (MF) y muestras fortificadas duplicada (MFD)

Alícuota de una muestra ambiental a la que se adicionan concentraciones conocidas de los analitos de interés. Su propósito es cuantificar el sesgo y la precisión causadas por efecto de matriz.

4.14 Muestra de control de calidad (MCC)

Muestra sintética que contiene una concentración conocida de todos o un subgrupo de los analitos analizados por el método. La MCC se obtiene de una fuente externa al laboratorio o es preparada a partir de estándares diferentes de los usados para la curva de calibración. Se usa para evaluar el desempeño del laboratorio.

4.15 Patrón primario

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

4.16 Patrón de referencia

Patrón en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cuál se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

4.17 Precisión

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre.

4.18 Intervalo de trabajo

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

4.19 Verificación de la calibración

Verificación periódica que se efectúa para detectar o descartar cambios en las condiciones instrumentales.

4.20 Prueba de extracción (PECT)

El procedimiento de laboratorio que permite determinar la movilidad de los constituyentes de un residuo, que lo hacen peligroso por su toxicidad al ambiente.

5 INTERFERENCIAS

5.1 Interferencias de matriz:

5.1.1 La principal fuente de contaminación son los compuestos volátiles que se encuentren en el laboratorio, así como las impurezas presentes en el gas inerte de purga (helio), en la trampa, y en el uso de material plastificado inadecuado.

- 5.1.2 Altas concentraciones de sales solubles, pueden modificar la solubilidad de los analitos de interés.
- 5.1.3 Altas concentraciones de algunos analitos pueden interferir por coelución cromatográfica.
- 5.2 Interferencias instrumentales:
 - 5.2.1 Se pueden producir interferencias por presencia de contaminación en el equipo de trampa y purga y en la columna cromatográfica, esta contaminación puede deberse al análisis de muestras con altas concentraciones de compuestos volátiles orgánicos (arrastre de contaminación). Para tratar esta interferencia se deberán analizar varios blancos de agua reactivo después de analizar muestras de alta concentración y antes de analizar muestras de baja concentración.
 - 5.2.2 Niveles altos de aire y/o humedad, pueden provocar una relación señal-ruido elevada.

6 SEGURIDAD

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

La carcinogenicidad de todos los reactivos no ha sido determinada con precisión; de todas maneras; cada sustancia química debe tratarse como potencial peligro a la salud. La exposición a estas sustancias químicas debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice pruebas de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén disponibles para los analistas.

Aspectos específicos del método

Los compuestos que a continuación se mencionan son tentativamente clasificados como sospechosos de carcinogénesis en humanos y mamíferos: benceno, tetracloruro de carbono, cloroformo, 1,4-diclorobenceno y cloruro de vinilo.

7 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material volumétrico utilizado en éste método debe ser clase "A" o estar verificada su calibración.

7.1 Materiales

- Materiales para preparación de muestras:
- Viales de 40 ml de capacidad con tapón de rosca y septa de silicón/ politetrafluoroetileno PTFE;
- Pipetas volumétricas, clase "A" de 1 ml, 2 ml, 5 ml y 10 ml;
- Microjeringa de 10 µL;
- Microjeringa de 25 µL;
- Microjeringa de 500 µL;
- Guantes resistentes a solventes orgánicos ajustables; y
- Espátula de acero inoxidable de 25 cm de longitud.

7.1.2 Materiales para el análisis instrumental:

- Insertos de vidrio para puerto de inyección;
- Septa color gris de bajo sangrado;
- Columna cromatográfica (5% fenilmetil silicón) de 50 m de longitud por 0,32 mm de diámetro interno y 0,17 µm de espesor de película; y
- Anillos (O-ring).

7.2 Equipos e instrumentos

7.2.1 Equipos e instrumentos para preparación de muestras:

- Balanza analítica con un intervalo de 0,01 - 200 g.

7.2.2 Equipos e instrumentos para análisis:

- Cromatógrafo de gases con puerto de inyección capilar;
- Detector selectivo de masas;
- Concentrador de purga y trampa, con trampa de 0,125 pulgadas de diámetro externo y 0,105 pulgadas de diámetro interno, empacada con tenax/silica gel/carbón activado;
- Automuestreador; y
- Sistema registrador de datos.

8 REACTIVOS Y PATRONES

8.1 Reactivos y disoluciones

8.1.1 Reactivos para preparación de muestras:

- Agua grado reactivo, libre de compuestos orgánicos; y
- Metanol.

8.2 Patrones y disoluciones

Todas las disoluciones primarias y secundarias serán preparadas e identificadas según el procedimiento de preparación de disoluciones estándar implementado en el laboratorio.

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

8.2.1 Soluciones patrones para la curva de calibración partiendo de estándares puros.

8.2.1.1 Colocar aproximadamente 9,8 ml de metanol en un matraz volumétrico clase “A” de 10 ml, previamente pesado y tapado, destápelo durante 10 min. o hasta que todo el metanol de las paredes se halla evaporado, colocar nuevamente el tapón. Pesar con una precisión aproximada de 0,1 mg. Registrar el peso.

8.2.1.2 Si el analito de interés es líquido a temperatura ambiente, usar una jeringa de 100 μ l e inmediatamente adicionar al matraz el volumen necesario del estándar para obtener un peso aproximado de 0,1 g asegurarse de que el estándar de referencia caiga directamente en el metanol sin tocar el cuello del matraz. Si el analito es un gas a temperatura ambiente, usar una jeringa con válvula (para gases) de 5 ml, llenarla con el estándar hasta la marca de 5 ml colocar la aguja aproximadamente a 5 mm abajo del menisco del metanol y lentamente inyectar el estándar. El gas rápidamente se disolverá en el metanol. Registrar el peso obtenido.

8.2.1.3 Para ambos casos mencionados en el inciso 8.2.1.2, aforar a la marca, tapar y mezclar por inversión del matraz varias veces. Calcular la concentración real en mg/L, la cual debe corresponder aproximadamente a 10 000 mg/L. Cuando la pureza del compuesto es mayor al 96% el peso se usará sin correcciones para calcular la concentración de la disolución estándar primaria.

8.2.1.4 La disolución estándar primaria se debe almacenar en viales de 2 ml con septas de PTFE. Las disoluciones metanólicas preparadas de analitos líquidos son estables durante cuatro semanas almacenadas a 4°C. Las disoluciones metanólicas preparadas a partir de analitos gaseosos no son estables mas de una semana, almacenados a menos de 0°C, a temperatura ambiente deben descartarse después de un día.

Para el caso de los compuestos que tengan un punto de ebullición cercano a 30 °C, como es el caso del cloruro de vinilo; se deben enfriar antes de preparar la disolución.

8.2.1.5 Disoluciones estándar secundarias.

A partir de las disoluciones primarias preparar las diluciones secundarias, se deben considerar concentraciones que faciliten la disolución, así como los intervalos de trabajo. De la disolución primaria de 10 000 mg/L, realizar las diluciones correspondientes para obtener una solución estándar secundaria con una concentración de 5,0 mg/L

8.2.1.6 De la disolución secundaria de 5,0 mg/L, tomar 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 150 µl y 250 µl, adicionar cada uno a su respectivo vial con 5 ml de agua reactivo para obtener las siguientes concentraciones: 10 µg/L, 25 µg/L, 50 µg/L, 100 µg/L, 150 µg/L y 250 µg/L.

8.2.2 Patrones para la curva de calibración partiendo de una mezcla de analitos certificada.

8.2.2.1 De una mezcla certificada de compuestos volátiles tomar 25 µl, aforar a 1 ml con una disolución de metanol de 200µg/ml, se obtiene una mezcla de 5µg/ml. Identificar esta disolución.

8.2.2.2 Preparación de la curva de calibración.- Tomar de la disolución de 5 µg/ml; 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 150 µl y 250 µl, adicionar cada volumen a su respectivo vial que contiene 5 ml de agua grado reactivo, se tienen las siguientes concentraciones: 10 µg/L, 25 µg/L, 50 µg/L, 100 µg/L, 150 µg/L y 250 µg/L.

Notas:

1) Por las características reactivas del cloruro de vinilo se sugiere tenerlo puro en una recipiente de acero inoxidable.

8.2.3 Disolución de estándares internos y surrogados

8.2.3.1 Preparación de la disolución de estándares internos a partir de estándares puros.- Preparar la disolución madre como se indica en el inciso 8.2.1; de esta manera se tiene una disolución de 10,0 mg/L. Tomar de esta disolución 25 µl, y adicionarlo a cada uno de los viales que contienen 5 ml de agua, para cada punto de curva de calibración se tienen una concentración de 50 µg/L.

8.2.3.1.1 La disolución de estándares internos contiene los siguientes compuestos

- Bromoclorometano (BCM)
- 1,4-Difluorobenceno (1,4 DFB)
- Clorobenceno-d5 (CBd5)

8.2.3.2 Preparación de la solución de estándares internos y surrogados de mezclas certificadas.

Partir de una mezcla certificada de 2 500 µg/ml, que contenga los siguientes estándares internos y surrogados:

Estándares internos:

- Bromoclorometano (BCM)
- 1,4-Difluorobenceno (1,4 DFB)
- Clorobenceno-d5 (CBd5)

Estándares surrogados:

- 1, 2 - diclorobromoetano-d4 (1,2-DCB)
- Tolueno-d8 (T-d8)
- Bromofluorobenceno (BFB)

8.2.3.2.1 Tomar 500 µl de la mezcla certificada, aforar a 5 ml con metanol, se tiene una mezcla secundaria de 250 µg/ml. Esta disolución se utiliza para el automuestreador del purga y trampa.

8.2.3.3 Preparación de la disolución de estándares surrogados a partir de estándares puros.- Preparar la disolución primaria como se menciona en el inciso 8.2.1, de esta solución preparar una dilución secundaria de 5,0 mg/L. Tomar las siguientes alícuotas: 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 150 µl y 250 µl, adicionarlos a cada vial de la curva de calibración.

8.2.3.4 La disolución de estándares surrogados contendrá los siguientes compuestos:

- Tolueno-d8 (T-d8)
- 4-Bromofluorobenceno (BFB)
- 1,2-Diclorobenceno-d4 (1,2-DCB-d4)

8.2.4 Disolución de 4-Bromofluorobenceno (BFB), para la calibración del equipo

8.2.4.1 Preparar una disolución estándar de BFB de 25 ng/µl en metanol. Identificar la disolución.

8.2.5 Muestras adicionadas

8.2.5.1 Las muestras adicionadas deben prepararse a partir de los compuestos orgánicos volátiles de interés (1,1-dicloroetano, tricloroetano, clorobenceno, tolueno y benceno). Preparar una disolución con estos compuestos en una concentración de 250 mg/L en metanol. De esta disolución el automuestreador adicionará a cada muestra 1 µL para obtener una concentración aproximada de 50 µg/L.

8.2.6 Estándar de verificación de la calibración

8.2.6.1 Preparar un estándar con una concentración igual a la del punto intermedio de la curva de calibración (50 µg/L), a partir de las mismas disoluciones mencionadas

en el inciso 8.2, En la mezcla se incluyen los compuestos de verificación del desempeño del sistema y los compuestos para verificación de la calibración.

Nota:

Todas las disoluciones antes mencionadas deben almacenarse en viales de 2 ml o 10 ml de capacidad y protegerse de la luz

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 9.1 Recolección: 40 ml de muestra en vial con septa de PTFE.
- 9.2 Preservación: conservar a 4° C.
- 9.3 Tiempo máximo previo al análisis: siete días a partir de su recolección y su lixiviación (respectivamente).

10 CONTROL DE CALIDAD

- 10.1 Aspectos generales:
 - 10.1.1 Cada laboratorio que utilice este método debe 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 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 una 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 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 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, reanalizar 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 (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:

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

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 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 adicionadas y muestras adicionadas duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

11 CALIBRACIÓN

11.1 Calibración del método

- 11.1.1 Una vez preparada la mezcla estándar y la curva de calibración (ver inciso 8.2.3), analizar los cinco niveles de la curva de calibración en las condiciones instrumentales mencionadas en el inciso 12.2.1.

11.1.2 Calcular los factores de respuesta

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

$$F.R. = (Ax/Cis)/(Ais/Cx)$$

donde:

Ax	es el área del ión característica del compuesto medido
Ais	es el área del ión característico del estándar interno
Cis	es la concentración del estándar interno (µg/L)
Cx	es la concentración del compuesto medido (µg/L)

- 11.1.3 Calcule los factores de respuesta promedio para cada compuesto.

Los factores de respuesta promedio se calculan sumando los factores de respuesta obtenidos por cada compuesto dividido entre 5. Posteriormente se calcula la desviación estándar promedio para cada compuesto y con los datos anteriores se obtiene el porcentaje de la desviación estándar relativa (% DSR):

$$\% DSR = DS/X * 100$$

donde:

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

- 11.1.4 El % DSR debe ser de treinta o menor, si esto no sucediera será necesario volver a analizar dicho compuesto.

12 PROCEDIMIENTO

12.1 Preparación de muestras

12.1.1 Las muestras de productos PECT, se analizan como muestras de suelos, para evitar tapar o dañar el filtro del purga y trampa.

12.1.2 Cuando se sospeche que en la muestra los analitos rebasen el intervalo de trabajo, haga diluciones de la muestra como se indica a continuación:

12.1.3 Medir la cantidad de muestra (de acuerdo a la experiencia), colocarla en un vial de 40 ml y adicionar lo restante de agua reactivo (recuerde que el volumen total debe ser de 5 ml).

12.2 Análisis

12.2.1 Indicar en el muestreador del purga y trampa lo siguiente:

- Volumen de muestra 5 ml
- Estándares internos/surrogados STD 1, (1 µl)
- Enjuagues de Inpinger 2
- Volumen de enjuague 5 ml
- Tiempo de purga 11 min.
- Tiempo de desorción 4 min.
- Temperatura de purga 45 °C
- Tiempo de calentamiento 3 min.

Para las muestras adicionadas todo es igual pero además se da la instrucción de adición de estándar 2 (STD 2) que corresponde a la mezcla de fortificación.

12.2.2 En el instrumento GC/MS, a través de la computadora, cargue el método instrumental y la secuencia instrumental; para llevar a cabo esto refiérase los instructivos de operación del GC/MS y purga y trampa.

Condiciones instrumentales

- Temperatura inicial -10,0 °C
- Programa de temperatura 8,0 °C/min hasta 100°C
- Programa de temperatura 2 20,0°C hasta 250 °C durante 3 min
- Detector 280 °C
- Inyector 250 °C
- Tiempo de equilibrio 0,50 min.
- Intervalo de masas 33 u.m.a. a 260 u.m.a.

13 CÁLCULOS

13.1 Registro de resultados

13.1.1 Registrar los resultados obtenidos según el procedimiento de cada laboratorio, que debe contener como mínimo la siguiente información: número de lote analítico, identificación de la muestra, número de laboratorio, fecha de muestreo, fecha de análisis, hora de análisis, cantidad de muestra analizada, volumen de extracto analizado, volumen de aforo.

13.1.2 En este registro se deben incluir todos los parámetros calibrados del método. Así mismo anotar todas las observaciones importantes hechas a cada una de las muestras.

13.1.3 Incluir en el registro los datos del por ciento de recuperación de los estándares surrogados y de los estándares internos.

13.2 Interpretación de resultados

13.2.1 Una vez analizada la muestra, integrar el cromatograma y referir a la curva de calibración con los siguientes datos:

- Espectros de masas (ión principal y iones cualificadores)
- Tiempos de retención de cada uno de los compuestos calibrados
- Para aquellos parámetros no asociados con los estándares calibrados se pueden identificar a través de las librerías

13.2.2 Cuando la muestra es referida a la curva en la generación de reporte se obtiene lo siguiente:

- Información de la muestra
- Área y concentración en $\mu\text{g/L}$ de cada uno de los compuestos encontrados.
- Área y concentración de los estándares internos.
- Área y concentración de los estándares surrogados.

13.3 Formas de cálculo

13.3.1 Calcular la concentración para productos de extractos (PECT).

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

donde:

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

13.3.1.1 Cuando se genera el reporte en la computadora, el dato de la concentración es obtenido automáticamente, sin embargo aplique cuando se requiera el cálculo referido a las diluciones efectuadas.

- 13.3.2 Calcular la concentración para muestra de residuos

$$(\mu\text{g/kg}) = \frac{(AX) (IS)}{(Ais) (FR) (Ws)}$$

donde:

AX , IS, Ais, FR son iguales que para el cálculo en agua
Ws es el peso de la muestra extraída o purgada

- 13.4 Registrar los resultados de la concentración ($\mu\text{g/L}$) de los compuestos surrogados y áreas de estándares internos de cada muestra; éstos son comparados y evaluados de acuerdo a los criterios mencionados en las Secciones de control de calidad.
- 13.5 Reporte de resultados
- 13.5.1 Reportar los resultados para productos de extracción PECT en mg/L
- 13.5.2 Reportar con cuatro cifras significativas.
- 13.5.3 A los resultados de las muestras anexar los documentos cromatográficos tales como blanco de reactivos y reporte del GC/MS de cada muestra.

14 DATOS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO

- 14.1 Límite de detección: ver Tabla 1
- 14.2 Límite práctico de cuantificación: ver Tabla 1

15 MANEJO DE RESIDUOS

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.

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

Environmental Monitoring and Support Laboratory, "Methods for Chemical Analysis of Water, Wastes and Soils", Office of Research and Development U.S., Agency Protection, Cincinnati, Ohio, 1992.

Laboratory Data Validation E.P.A. "Functional Guidelines for Evaluating Organics Analyses", Environmental Compliance, Inc., Osha and U.S. 1988.

N. Irving Sax. "Dangerous Properties of Industrial Materials" Van Nostrand Reinhold Company, Fifth Edition.

Robert E. Wagner, "Guide to Environmental Analytical Methods", Northeast Analytical, Inc., Catalyn St., Schemectady, N. Y., 1992.

Office of Solid Waste and Emergency Response "Test Methods for Evaluating Solid Waste Sw-8240" Environmental Agency Protection, 1986, Washington, D.C.

Capítulo 3, "Inorganic Analytes". SW-846, USEPA.

**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 Tabla No 1. Desempeño del método

Componente	Límite de Detección (mg/L)	Límite practico de Cuantificación (mg/L)
1,1, Dicloroetano	0,05	0,15
1,1 Dicloroetileno	0,07	0,21
1,1,1 Tricloroetano	3,0	12,00
1,1,1,2 Tetracloroetano	1,0	3,0
1,1,2 Tricloroetano	0,1	0,3
1,1,2,2 Tetracloroetano	0,1	0,3
1,2 Dicloroetano	0,05	0,15
1,2, Dibromo-3-cloropropano	0,05	0,15
1,4, Dioxano	0,01	0,03
2-Nitropropano	0,005	0,015
Acetonitrilo	0,3	0,9
Acrilonitrilo	0,5	1,5
Acroleina	0,02	0,06
Benceno	0,05	0,15
Bromoformo	0,01	0,03
Bromuro de metileno	0,3	0,9
Cis-1,3-Dicloropropileno	0,04	0,02
Clorobenceno	10,0	30
Clorodibromometano	0,1	0,3
Cloropreno (2 Cloro-1,3 butadieno)	0,05	1,5
Cloroformo	0,6	1,8
Cloruro de metileno	0,010	0,03
Cloruro de Vinilo	0,02	0,06
Disulfuro de Carbono	1,4	4,2
Estireno	1,0	3,0
Etilbenceno	8,1	24,3

Componente	Límite de Detección (mg/L)	Límite práctico de Cuantificación (mg/L)
m-Diclorobenceno	0,4	1,2
p-Diclorobenceno	1,1	0,3
Tetracloroetileno	0,1	0,3
Tetracloruro de carbono	0,1	0,3
Tolueno	1,5	4,5
Trans-1,3,Dicloropropileno	0,02	0,06
Tricloroetileno	0,1	0,3

19 VIGENCIA

La presente Norma Mexicana entrará en vigor 60 días posteriores a su publicación.

MÉXICO, D.F., A

MIGUEL AGUILAR ROMO
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

APÉNDICE A

PROCEDIMIENTO PARA EXTRAER COMPUESTOS ORGANICOS VOLATILES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se establece el procedimiento para llevar a cabo la lixiviación y extracción para determinar los constituyentes orgánicos que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente y es de observancia obligatoria en la generación y manejo de residuos peligrosos.

2 RESUMEN

Para residuos líquidos (es decir, aquellos que contiene menos del 0,5 % del material sólido seco) después de la filtración a través de un filtro de fibra de vidrio de 0,6 micrómetros (μm) a 0,8 micrómetros (μm), el filtrado se define como el extracto PECT.

Para residuos que contienen 0,5 % o más de sólidos, el líquido se separa de la fase sólida y se preserva para su posterior análisis; el tamaño de la partícula de la fase sólida, se reduce en caso necesario. La fase sólida se lleva al proceso de extracción con una cantidad del 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 y del tipo de residuo analizado.

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 analizarán separadamente y los resultados se relacionan matemáticamente para obtener una concentración promedio en volumen.

3 DEFINICIONES

3.1 Blanco de lixiviación

Alícuota de agua reactivo a la que se le adicionan todos los reactivos necesarios para realizar la lixiviación y se somete a todo el proceso de lixiviación y análisis.

3.2 Lixiviación

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

3.3 Prueba de extracción (PECT)

El procedimiento de laboratorio que permite determinar la movilidad de los constituyentes de un residuo, que lo hacen peligroso por su toxicidad al ambiente.

3.4 Porcentaje de sólidos húmedos

Fracción de una muestra que se retiene en el filtro de 0,6 micras a 0,8 micras al aplicar el procedimiento de filtración y que se utiliza para determinar la cantidad de muestra a filtrar.

4 INTERFERENCIAS

Las muestras de residuos aceitosos pueden no pasar el filtro o pasar parcialmente creando interferencias al tener bajas eficiencias de lixiviación, en este tipo de muestras es muy importante analizar los compuestos orgánicos volátiles directamente y dividir entre veinte el resultado, si sobrepasan los límites máximos permisibles establecidos en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-2000 para constituyentes orgánicos volátiles, entonces el residuo es 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 este método. Debe tenerse un archivo de referencias 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 tratarse como potencial peligro a la salud. La exposición a estas sustancias químicas debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice pruebas 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 r/min. \pm 2 r/min. Se muestra en la figura 1;
- Balanza de laboratorio con una exactitud de \pm 0,01 g;
- Potenciómetro;
- Estufa con control de temperatura para trabajar a 100 °C \pm 5°C;
- Equipo de filtración: diseñado en acero inoxidable; y
- Aparato de extracción de volumen muerto cero (VMC): diseñado en acero inoxidable, se utiliza para la lixiviación de compuestos orgánicos volátiles.

6.2 Materiales.

- Frascos de politetrafluoretileno (PTFE) de capacidad de 2L que sean compatibles con el equipo de agitación utilizado;
- Frascos de vidrio borosilicato, con capacidad de 2 L que sean compatibles con el equipo de agitación utilizado;
- Filtros de fibra de vidrio borosilicato, sin aglutinantes, tamaño de poro de 0,6 μm a 0,8 μm ; 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 (HNO₃) 1N: Colocar en el matraz 500 ml de agua y añadir lentamente 62,5 ml de HNO₃ concentrado aforar a 1 L con agua.
- 7.2.4 Solución de lixiviación 1.- Adicionar 11,4 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua, añadir 25 ml. de NaOH 5,143 N, aforar a 2L. Cuando se prepara en forma correcta el pH a éste reactivo es de $4,93 \pm 0,05$.
- 7.2.5 Solución de lixiviación 2.- Adicionar 11,4 ml. de ácido acético glacial a 500 ml. de agua y aforar a 2L. 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 preparación para la lixiviación</i>	<i>De la preparación para la extracción a la determinación analítica</i>	<i>Tiempo ocupado total</i>
Volátiles	1	7	7	15

8.2 Cantidad mínima de muestra: 1,0 kg en caso de residuos sólidos y 2 L en caso de residuos líquidos.

8.3 Preservación: Mantener la temperatura de la muestra a 4°C en frascos de vidrio ámbar con el menor espacio vacío 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 amortiguadoras (pH)

11 PROCEDIMIENTO

11.1 Preparar y acondicionar la muestra como se indica en el inciso 11.1 del Anexo A correspondiente al método para determinar metales en producto de extracción de constituyentes tóxicos (PECT)

11.1.1 Extracción en muestras sólidas sin líquidos que hayan pasado el filtro inicial.

11.1.2 Reducir el tamaño de partícula de la muestra si es necesario.

11.1.3 Acondicionamiento del equipo de volumen muerto cero (VMC)

11.1.3.1 Preparar el VMC (puede ser útil humedecer ligeramente los anillos "0" del pistón con el reactivo de extracción)

11.1.3.2 Ajustar el pistón dentro del cuerpo del aparato a una altura que reduzca la distancia a la que el pistón pueda moverse una vez cargada la muestra.

- 11.1.3.3 Asegurar la válvula del fondo (entrada y salida del gas) en el cuerpo del VMC
- 11.1.3.4 Revisar que el filtro de fibra de vidrio se encuentre entre las mallas de soporte y dejarlo listo para usarse
- 11.1.3.5 Pesar 25 g de muestra previamente homogeneizada (está operación debe ser rápida y a la temperatura mas baja posible, se recomienda que la muestra se encuentre a menos de 5°C, para evitar la pérdida de compuestos orgánicos volátiles).
- 11.1.3.6 Transferir cuantitativamente la muestra rápidamente al VMC
- 11.1.3.7 Asegurar el filtro y las mallas del soporte en la parte superior del equipo y asegurar esta pieza al cuerpo del VMC. Ajustar todos los aditamentos del VMC y colocar el equipo en posición vertical (con la válvula de entrada y salida de gases en el fondo)
- 11.1.3.8 Sí mas del 1,0 % de la muestra se adhirió al recipiente usado para transferirla al VMC, determinar el peso de este residuo y restarlo al peso de la muestra original, para calcular el peso efectivo de la muestra.
- 11.1.3.9 Adicionar 500 ml del reactivo de extracción, cerrar el VMC herméticamente.
- 11.1.3.10 Conectar la línea del VMC de transferencia al VMC de recepción, aplicar lentamente y en intervalos una presión de 0,7 kg/cm² hasta un máximo de 3,5 kg/ cm², concluir hasta que salgan las primeras diez gotas del líquido de extracción por la válvula superior, cerrar inmediatamente la válvula de salida del líquido y dejar una presión residual de 3,5 kg/ cm² durante diez a quince segundos, desconectar la línea de reactivo de extracción.
- 11.1.3.11 Revisar el VMC para asegurar que todas las válvulas se encuentran perfectamente cerradas.
- 11.1.3.12 Girar manualmente el equipo VMC de arriba hacia debajo de dos a tres veces.
- 11.1.3.13 Regresar a la posición vertical con la válvula de entrada y salida de líquidos en parte superior.
- 11.1.3.14 Sumergir completamente el VMC en un recipiente con agua
- 11.1.3.15 Examinar sí se forman burbujas en cualquiera de las conexiones de las válvulas de salida, cuerpo de las válvulas en los anillos de unión. Sí es visible registrar el punto de fuga.
- 11.1.3.16 Sí las conexiones de rosca presentan fugas, despresurisar y reajustar las piezas de unión firmemente y probar nuevamente. Si esto no detiene las fugas, las uniones deber ser removidas, limpiar las uniones, colocar cinta PTFE nueva (una o dos vueltas) colocarlas y probar nuevamente.

- 11.1.3.17 Colocar el VMC en el aparato de agitación rotatorio e iniciar la agitación a 30 r.p.m. \pm 2 r.p.m., durante 18 h. \pm 2 h. Mantener la temperatura a 22 °C \pm 3°C durante toda la agitación
- 11.1.3.18 Después del tiempo de agitación comprobar la presión del pistón del VMC en el manómetro del VMC, Si ha existido una pérdida mayor de 2,5 kg/ cm², el equipo presenta fugas y se debe repetir la extracción con una muestra nueva. Si la presión dentro del equipo se mantuvo, el material en el recipiente de extracción se separa en la fase líquida y sólida.
- 11.1.3.19 El líquido debe filtrarse a través del filtro de fibra de vidrio (previamente preparado) del VMC, unir el recipiente de recolección de filtrado (bolsa tedlar o vial de volátiles adecuado o con el dispositivo de desplazamiento de presión positiva) a la válvula de salida de líquido y abrir la válvula. Iniciar aplicando una presión baja de 0,07 kg/cm² a 0,70 kg/cm² para pasar la fase líquida al recipiente recolector.
- 11.1.3.20 Incrementar lentamente la presión en intervalos de 0,7 kg/ cm² hasta un máximo de 3,5 kg/ cm².
- 11.1.3.21 Cerrar la válvula de entrada y salida de líquidos, eliminar la presión del pistón.
- 11.1.3.22 El líquido filtrado se define como extracto PECT para determinar compuestos orgánicos volátiles.
- 11.1.3.23 El producto PECT se guarda con un volumen muerto cero, a 4°C hasta el momento de su análisis.
- 11.1.4 Extracción en muestras semisólidas o lodos.
- 11.1.4.1 Si el por ciento de sólidos es mayor o igual a 0,5 por ciento pero menor al 100 por ciento entonces:
- 11.1.4.2 Utilizando el resultado obtenido del por ciento de sólidos húmedos calculado en el Anexo A del método para determinar metales en residuos. Calcular la cantidad de muestra que es necesario filtrar para obtener una cantidad de sólidos húmedos equivalente a 25 g.
- 11.1.4.3 Transferir la cantidad de muestra calculada en el inciso anterior rápidamente al VMC, ajustar todos los aditamentos
- 11.1.4.4 Si mas del 1,0 por ciento de muestra quedo adherida al recipiente en el que se transfirió la muestra, considerar este para el cálculo del peso real de la muestra.
- 11.1.4.5 Eliminar el espacio muerto del equipo
- 11.1.4.6 Llenar el equipo de transferencia d (del VMC de transferencia) con 500 ml de reactivo de extracción. Es necesario eliminar la mayor cantidad de burbujas (aplicando presión a 0,7 kg/ cm²

- 11.1.4.7 Conectar la línea del VMC de transferencia al VMC de recepción. Abrir las dos válvulas de entradas de líquidos. Aplicar presión lentamente en intervalos de 0,7 kg/ cm² hasta un máximo de 3,5 kg/ cm² para transferir la cantidad apropiada al equipo de VMC.
- 11.1.4.8 Después de adicionar el reactivo de extracción, cerrar inmediatamente la válvula de entrada y salida de líquidos y desconectar la línea del reactivo de extracción
- 11.1.4.9 Revisar el equipo del VMC para asegurar que todas las válvulas estén bien cerradas
- 11.1.4.10 Girar el equipo manualmente de arriba hacia abajo dos o tres veces
- 11.1.4.11 Regresar a la posición vertical con la válvula de entrada y salida de líquidos en la parte superior
- 11.1.4.12 Presurizar de 0,035 kg/cm² a 0,7 kg/cm², abrir lentamente la válvula de entrada y salida de líquidos para desplazar cualquier volumen muerto que pudo haber sido introducido al adicionar el reactivo de extracción. Este sangrado deberá hacerse repetidamente y detenerse en cuanto aparezca líquido en la válvula.
- 11.1.4.13 Proceder según incisos 11.1.3.18 hasta 11.1.3.23.

12 DESEMPEÑO DEL MÉTODO

Se deben consultar los datos de desempeño para la determinación de pH (todas las mediciones de pH en este método deben realizarse con potenciómetro debidamente calibrado).

13 FIGURAS

Figura 1. Aparato de extracción para compuestos orgánicos volumen muerto cero (VMC)

FIGURA 1: APARATO PARA EXTRACCIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS DE VOLUMEN MUERTO CERO (VMC)

