

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-138-SCFI-2006

**RESIDUOS – OBTENCIÓN DE MUESTRAS REPRESENTATIVAS,
SU MANEJO, CONSERVACIÓN Y TRANSPORTE –
ESPECIFICACIONES**

**WASTES.- SAMPLE COLLECTION, PRESERVATION,
TRANSPORTATION AND HANDLING**

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:

- ALS-INDEQUIM, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN NACIONAL DE INGENIEROS QUÍMICOS, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGIA - CENICA
- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES MONTERREY
Laboratorio del Centro de Calidad Ambiental
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO S.A DE C.V.
- LABORATORIO CONTROL QUÍMICO/NOVAMANN, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
(LAQMISA) Laboratorio del Centro de Calidad Ambiental
- LABORATORIO DEL GRUPO MICROANÁLISIS, S.A DE C.V.
- LABORATORIOS SAS, S.A DE C.V.
- LABORATORIOS Y SUMINISTROS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
QUANTUM
- ONSITE LABORATORIES DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- PROCURADURIA DE PROTECCION AL AMBIENTE
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- SISTEMAS DE INGENIERIA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Instituto de Geografía. Laboratorio ambiental

ÍNDICE

0	Introducción
1	Objetivo
2	Campo de aplicación
3	Referencias
4	Definiciones
5	Especificaciones de planes de muestreo
6	Especificaciones de la homogeneidad estadística del lote
7	Selección de equipo y materiales a emplear
8	Medidas de seguridad
9	Identificación y manejo de las muestras
10	Tiempos máximos previos al análisis
11	Libro de registros de muestras
12	Condiciones de cumplimiento
13	Bibliografía
14	Tablas y figuras
15	Concordancia con normas y lineamientos internacionales y con normas mexicanas tomadas como base para su elaboración
16	Vigencia

Anexo A.- Estrategia de muestreo para determinar la peligrosidad de un residuo

PROY-NMX-AA-000-SCFI- 2005

**RESIDUOS – OBTENCIÓN DE MUESTRAS REPRESENTATIVAS,
SU MANEJO, CONSERVACIÓN Y TRANSPORTE –
ESPECIFICACIONES**

**WASTES.- SAMPLE COLLECTION, PRESERVATION,
TRANSPORTATION AND HANDLING**

0. INTRODUCCION

En la caracterización de peligrosidad de residuos conforme a lo establecido en la NOM-052-SEMARNAT-1993, no sólo se requiere de una caracterización analítica confiable, además es esencial, que las muestras con las que se caracterizará el residuo, sean representativas del lote y que se cuente con una cantidad suficiente para realizar todas las pruebas analíticas y los controles de calidad requeridos (muestras adicionadas, muestras duplicadas y muestras duplicadas adicionadas), por consiguiente para cumplir con este criterio, es necesario diseñar un protocolo de muestreo que describa detalladamente cada una de las acciones a seguir para la obtención de muestras representativas, aplicar procedimientos adecuados para asegurar la homogeneidad estadística del lote, seleccionar el equipo de muestreo y de seguridad adecuado, así como manejar apropiadamente y en el tiempo establecido, para asegurar la integridad de las muestras hasta el momento del análisis.

I. OBJETIVO

Este procedimiento establece las especificaciones para el muestreo, manejo, conservación y transporte de muestras de residuos procedentes de procesos activos con objeto de su representatividad para determinar la peligrosidad bajo los criterios de la NOM-052-SEMARNAT-1993.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

Este procedimiento es de observancia para las personas físicas y morales que realicen el muestreo y manejo de muestras de residuos de procesos activos para determinar su peligrosidad. Este procedimiento no aplica para el muestreo de residuos biológico infecciosos regulados en la NOM-087-SEMARNAT-1995; aceites de transformador regulados por la NOM-133-SEMARNAT-2000 también quedan excluidos los residuos radioactivos, o de los que no se conoce el proceso generador, abandonados, y los suelos contaminados.

3. REFERENCIAS

NOM-052-SEMARNAT-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
NMX-Z-12/1-1987	Muestreo para la Inspección por Atributos - Parte 1: Información General y Aplicaciones

4. DEFINICIONES

Para los efectos de este procedimiento, se consideran las siguientes definiciones:

4.1 Muestra simple: Porción del residuo tomada puntualmente de las unidades seleccionadas estadísticamente del lote del residuo, la cual se utiliza cuando el residuo es homogéneo.

4.2 Muestra compuesta: Es la resultante de mezclar varias muestras simples, ésta se emplea cuando el residuo no es homogéneo en las unidades seleccionadas.

4.3 Muestra representativa del lote del residuo o del proceso: Es el número de unidades seleccionadas estadísticamente que representan las características del lote del residuo o del proceso.

4.4 Lote del residuo: Son los residuos que proceden de un mismo proceso estable y que han sido almacenados en forma uniforme y ordenada.

4.5 Lote del proceso: Son los residuos generados por el proceso que son estadísticamente homogéneos en el tiempo, se deben tomar directamente del proceso conforme se van generando.

Proceso activo. Proceso industrial o de servicios que opera continua, temporal o intermitente que genera residuos.

4.6 Unidades del lote: Son las partes del lote de producción o del proceso en las cuales se encuentra el residuo, pueden ser contenedores (tambores, costales, tanques, etcétera) o a granel, de las unidades seleccionadas se tomarán las muestras a analizar.

4.7 Nivel de inspección: Término que indica la cantidad relativa de muestras a tomar de un lote de residuos.

5. ESPECIFICACIONES DE LOS PROTOCOLOS DE MUESTREO

Para poder determinar si un residuo es peligroso o no, se deben muestrear unidades seleccionadas representativas del lote del residuo o del proceso, por lo cual es obligatorio que se elabore un protocolo de muestreo donde se encuentre toda la información y los criterios tomados por quien realizó el muestreo.

Este protocolo de muestreo es un documento que corresponsabiliza al generador del residuo y a la persona física o moral que realiza el muestreo de los residuos.

Cada protocolo de muestreo debe tener obligatoriamente las siguientes secciones:

5.1 Portada de identificación con número de folio único.

5.2 Tabla de contenido

5.3 Página de aprobaciones

5.4 Descripción detallada del proceso productor del residuo

5.5 Organización y responsabilidades del generador y laboratorio

5.6 Procedimientos estadísticos para la determinación del número de unidades a seleccionar o muestras a tomar.

5.6.1 Descripción del lote a muestrear, como mínimo las siguientes:

Estado físico

Cantidad estimada

Tipo de almacenamiento a granel o en contenedores

Ubicación del residuo georeferenciada

Condiciones de almacenamiento

5.6.2 Descripción del tipo de muestreo estadístico

5.6.3 Consideraciones para la determinación del número de unidades o muestras iniciales.

5.6.4 Cálculo del número de unidades o muestras y confiabilidad del muestreo

5.7 Procedimientos de muestreo

5.7.1 Representatividad de las muestras (muestras simples o compuestas)

5.7.2 Cantidad de muestra a recolectar

5.7.3 Procedimiento para la toma de muestras

5.7.4 Homogeneización de las muestras

5.7.5 Contenedores, etiquetado, empaque y preservación de las muestras

5.8 Custodia de las muestras

5.8.1 Operaciones en campo

5.8.2 Envío de muestras al laboratorio

5.8.3 Recepción de muestras en el laboratorio

5.8.4 Desecho de muestras analizadas

5.9 Procedimientos de aseguramiento y control de calidad del muestreo

5.10 Reporte de incidencias y acciones correctivas

5.11 Anexos

5.11.1 Hojas de campo

5.11.2 Fotografías, mínimo 3

Del sitio de muestreo

Del muestreo

De las muestras en campo

5.11.3 Cadena de custodia

6. ESPECIFICACIONES DE LA HOMOGENEIDAD ESTADÍSTICA DEL LOTE

Se pueden presentar dos casos para determinar el número de muestras a tomar, cuando se tiene información preliminar del residuo a muestrear, en donde se debe proseguir a partir del inciso 6.2 y cuando es desconocido el residuo a muestrear, se debe proseguir a partir del inciso 6.4

6.1 Cantidad mínima:

2,0 kg en el caso de muestras sólidas o semisólidas

4,0 L en el caso de muestras líquidas

En caso de muestras multifásicas, cada fase representará una muestra independiente.

6.2 Determinación del número de unidades en un lote de residuo, el procedimiento se encuentra en forma de diagrama de flujo en el apéndice A.

6.2.1 Con base en un estimado preliminar de la composición del residuo, (resultados CRETÍ anteriores de caracterización del residuo) determinar el promedio y la desviación estándar de la concentración de cada uno de los constituyentes que hacen peligroso al residuo, aplicar la ecuación siguiente para determinar el número mínimo de muestras a tomar:

$$\eta_i = (t_{0,2}^2 * S^2) / \Delta^2$$

Donde:

η_i = Número de unidades a muestrear

$t_{0,2}$ = Valor de la tabla t de student para 2 colas con un valor de probabilidad de $\alpha = 0,2$

S = Desviación estándar de la concentración del parámetro medido en el residuo
 $\Delta = \text{LMP} - X$

Donde:

LMP = Límite máximo permisible establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-1993

X = Promedio de la concentración del parámetro en el residuo.

6.2.2 Las muestras a tomar de las unidades del lote seleccionadas, deben ser lo más grande posible en peso o volumen dentro de su manejabilidad para minimizar la variación y deben ser bien homogeneizadas.

6.2.3 El número mínimo de unidades a muestrear deberá corresponder al valor más grande obtenido para cada uno de los constituyentes que hacen peligroso al residuo.

6.2.4 Tomar las muestras de las unidades seleccionadas dependiendo de su homogeneidad como muestras simples o compuestas. El número de muestras deberá considerar muestras adicionales como medida de seguridad en caso de obtener un estimado insuficiente del promedio y la desviación estándar. Con ésta medida se evitará volver al sitio de muestreo para tomar mas muestras.

6.2.5 Determinar el promedio y la desviación estándar para cada uno de los parámetros analizados.

6.2.6 Reestimar el número mínimo de unidades a muestrear y analizar con los valores determinados del promedio y la desviación estándar obtenidos experimentalmente.

6.2.7.1 Si el nuevo valor de η (número de muestras) es menor al determinado inicialmente, entonces se debe dar por hecho que el número de muestras fue representativo.

6.2.7.2 Si el nuevo valor de η es mayor al determinado inicialmente, entonces se deben analizar más muestras (de las tomadas en exceso en el muestreo) hasta que η sea menor que la η_i estimada inicialmente.

6.2.8 Determinar el intervalo de confianza para cada uno de los parámetros analizados.

$$IC = \bar{X} \pm (t_{0,2} * S/\sqrt{\eta})$$

Donde:

IC = Intervalo de confianza

\bar{X} = Promedio de la concentración del parámetro analizado

$t_{0,2}$ = valor de la tabla t de student para 2 colas con un valor de probabilidad de $\alpha = 0,2$

S = desviación estándar de la concentración del parámetro analizado.

η = número de muestras analizadas

6.2.9 Si el valor del límite superior del **IC** es inferior al valor del límite máximo permisible (LMP) establecido en la NOM-052-ECOL-1993, se considerará que el parámetro no se encuentra presente en el residuo en concentraciones peligrosas, por el contrario, si éste es superior, se considerará como un residuo peligroso.

6.3 Determinación del número de unidades en un lote del proceso:

Cuando la muestra procede de un proceso continuo (el residuo no se encuentra almacenado sino que esta siendo producido continuamente).

6.3.1 Dependiendo del tipo de proceso, se deberán obtener η muestras según el procedimiento anterior, pero en lugar de que se tomen en un mismo muestreo, deberán ser tomadas en diferentes tiempos en forma aleatoria y en función del proceso específico y la temporalidad del mismo.

6.3.2 Se aplicará el mismo procedimiento anterior para determinar si el número de muestras es suficiente y si el residuo es peligroso o no.

6.4 Determinación del número de muestras para residuos con los que no se cuenta con información de peligrosidad

6.4.1 En caso de no tener datos sobre la peligrosidad del residuo (análisis CRETl anteriores del residuo a muestrear), aplicar el siguiente procedimiento:

6.4.2 Conocer o determinar el tamaño del lote (cantidad de residuo producida por un mismo proceso bajo las mismas condiciones de operación y con las mismas materias primas)

6.4.3 Determinar el Nivel de Inspección que se utilizará para la toma preliminar de unidades a muestrear, en el contexto de muestreo de residuos, se debe considerar las unidades o la forma en que se encuentra depositado el residuo por ejemplo tambores, contenedores, pilas, montículos, suelo, cuerpos de agua, etc. Por lo general es el sitio donde comúnmente se toman las "muestras". En la Norma Mexicana NMX-Z-12/1-1987 "Muestreo para la Inspección por Atributos - Parte 1: Información General y Aplicaciones", se recomienda utilizar un Nivel de Inspección II.

6.4.4 Utilizando la tabla 1, la información de la sección 6.4.2 y 6.4.3, designar la letra clave con la con la cual en la tabla 2 se determinará el tamaño de las muestras preliminares.

6.4.5 Una vez determinado el número de muestras, tomar cada una de ellas estrictamente al azar, utilizando una tabla de números aleatorios.

6.4.6 Analizar tres muestras de cada lote de residuo.

6.4.7 Proseguir a partir del 6.2.2

7. SELECCIÓN DEL EQUIPO Y MATERIAL A EMPLEAR

7.1 La selección del equipo y material a utilizar en el muestreo se realizará con base en el estado físico y las características del residuo generado, ya que generalmente éstos son complejos y se presentan en forma de sólidos, líquidos, lodos y mezclas.

8. MEDIDAS DE SEGURIDAD

8.1 Se deberán observar las precauciones de seguridad adecuadas en cada una de las etapas del muestreo:

En el acceso al sitio de muestreo
Durante el muestreo
Al término del muestreo

La información preliminar sobre el residuo será de ayuda para establecer las precauciones de seguridad a seguir, así como el equipo de protección necesario. Las hojas de manejo de materiales químicos pueden ser una fuente muy importante de información sobre aspectos de seguridad.

8.2 Una segunda persona deberá estar presente en el lugar de muestreo provista de un equipo de primeros auxilios y de comunicación para proporcionar o solicitar la ayuda necesaria.

8.3 El personal que realice la toma de muestras deberá estar capacitado para dicha operación.

9. IDENTIFICACIÓN Y MANEJO DE LAS MUESTRAS

9.1 Etiquetado.

9.1.1 La identificación de las muestras de residuos generados se deberá llevar a cabo mediante la colocación de una etiqueta única de papel engomado en cada recipiente o bolsa.

9.1.2 Esta etiqueta deberá contener, en forma impresa o a tinta, como mínimo la siguiente información:

- a) Nombre de la persona que tomó la muestra.
- b) Fecha y hora del muestreo.
- c) Nombre de la empresa.
- d) Lugar del muestreo.
- e) Número o clave única de identificación.

9.1.3 El etiquetado de los recipientes se realizará inmediatamente después de recolectar cada una de las muestras de residuos generados. La etiqueta deberá colocarse en un lugar visible y no deberá de sobrepasar las dimensiones del recipiente para su correcta colocación.

9.2 Integridad de la Muestra.

9.2.1 Se deberá colocar un sello a cada uno de los recipientes que contengan muestras de residuos generados para garantizar la integridad del material.

9.2.2 El sellado de los recipientes deberá llevarse a cabo de tal manera que sea necesario romper el sello, para poder sacar cualquier material perteneciente a la muestra de residuos generados. Una manera de realizarlo es colocando una tira de papel o plástico engomado alrededor de la tapa, evitando en cualquier momento la ruptura de los sellos durante su traslado.

9.2.3 Todos los sellos deberán contar, ya sea en forma impresa o a tinta, con la siguiente información como mínimo:

- a) Nombre de la persona que tomó la muestra.
- b) Fecha.
- c) Número o clave única (misma que la etiqueta).
- d) Firma del muestreador.

9.2.4 No se deberán analizar muestras cuyos sellos han sido violados.

10. TIEMPOS MÁXIMOS PREVIOS AL ANÁLISIS

10.1 Las muestras deberán transportarse de tal forma que no se alteren sus características, dependiendo de cada muestra se deberán tomar las acciones necesarias para que no se altere en su transporte y almacenamiento (temperatura, ausencia de luz solar, entre otros).

10.2 Los tiempos máximos previos al análisis serán de 14 días en caso de que se les aplique el procedimiento de lixiviación de la norma correspondiente y 7 días en caso de que se le realicen otros análisis a la muestra.

11. REGISTROS

11.1 Toda la información concerniente al registro y muestreo en campo de residuos generados deberá ser anotada en un libro de registro o en un sistema electrónico de datos que asegure la confidencialidad y seguridad de los mismos.

11.2 Todos los técnicos de muestreo deben llevar un registro de las actividades de campo.

12. CONDICIONES DE CUMPLIMIENTO

El responsable de muestreo podrá ser sujeto a revisión en caso de así requerirlo la autoridad competente, para verificar los procedimientos empleados en la toma de muestras y de registros mínimos requeridos en la presente norma.

13. BIBLIOGRAFÍA

13.1 López de Cattori, B. y Cattori, P. "Guía de muestreo y manejo de muestras". Comisión de Cooperación Ambiental. México, 1999.

13.2 Vera, E; Simmons, B. ; Stephens, R.,; Storm, D. Samplers and sampling procedures for hazardous waste streams. U.S. Environmental Protection Agency. EPA-600/2-80-018. January 1980. Muestreadores y procedimientos de muestreo para corrientes de residuos peligrosos, edición en español, Mayo 1997.

13.3 Test Methods for Evaluating Solid Waste. U.S. Environmental Protection Agency. Volume II: Field Manual Physical/Chemical Methods. Chapter 9. November 1996. (Métodos de prueba para evaluar residuos sólidos).

13.4 American Society for Testing and Material», ASTM E300-92 Standard practice for sampling industrial chemicals. (Prácticas estándar para el muestreo de sustancias químicas industriales).

13.5 American Society for Testing and Materials, ASTM D140-88 Standard practice for sampling bituminous materials. (Prácticas estándar para el muestreo de materiales bituminosos).

13.6 Industrial waste sampling procedures manual. Environment Ontario. "Waste management branch" January 1989. (Manual de procedimientos de muestreo de residuos industriales).

13.7 British Standard Methods for sampling petroleum products. BSI Standards BS3195:Part I:1999. Part I: Manual sampling of liquid hydrocarbons. (Manual de muestreo de hidrocarburos líquidos).

13.8 "Analyse et caractérisation des déchets industriels. Cahiers Techniques de la Direction de la Prévention des Pollutions, Agence, Nationale pour la récupération et l'élimination des déchets", France. 1984. (Análisis y caracterización de residuos industriales).

13.9 Breyfogle, P. "Statistical Methods for Testing, Development, and Manufacturing". Wiley. 1992. (Métodos estadísticos. para prueba, desarrollo y manufactura).

13.10 Nelson, W. "How to analyze data with simple plots. Volume 1". American Society for Quality Control. 1986. (Cómo analizar información con gráficas simples).

13.11 Shapiro, S. "How to test normality and other distributional assumptions. Volume 3". American Society for Quality Control. 1990. (C6mo verificar normalidad y otras distribuciones).

13.12 "Manual único para unidad de verificación de muestreo" (procedimiento de muestreo). Dirección general de normas.

14. TABLAS Y FIGURAS

Tabla 1.- Determinación de letras clave

TAMAÑO DEL LOTE (UNIDADES)		NIVELES DE INSPECCION		
		I	II	III
2	8	A	A	B
9	15	A	B	C
16	25	B	C	D
26	50	C	D	E
51	90	C	E	F
91	150	D	F	G
151	280	E	G	H
281	500	F	H	J
501	1200	G	J	K
1201	3200	H	K	L
3201	10000	J	L	M
10001	35000	K	M	N
35001	150000	L	N	P
150001	500000	M	O	Q
500001	y mas	N	P	R

Referencia: Norma Mexicana NMX-Z-12/1-1987 "Muestreo para la Inspección por Atributos - Parte 1: Información General y Aplicaciones"

Tabla 2.- Determinación del tamaño de muestra (número de unidades de producto a muestrear)

Letra clave	Tamaño de la muestra
A	2
B	3
C	5
D	8
E	13

F	20
G	32
H	50
J	80
K	125
L	200
M	315
N	500
P	800
Q	1250
R	2000

Referencia: Norma Mexicana NMX-Z-12/1-1987 "Muestreo para la Inspección por Atributos - Parte 1: Información General y Aplicaciones"

15. CONCORDANCIA CON NORMAS Y LINEAMIENTOS INTERNACIONALES Y CON NORMAS MEXICANAS TOMADAS COMO BASE PARA SU ELABORACION

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.

16. VIGENCIA

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

MÉXICO, D.F. A

**MIGUEL AGUILAR ROMO
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

APÉNDICE A: ESTRATEGIA DE MUESTREO PARA DETERMINAR LA PELIGROSIDAD DE UN RESIDUO

