PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-139-SCFI-2006

**RESIDUOS – PRUEBA DE EXTRACCIÓN PARA COMPUESTOS
TOXICOS (PECT) – MÉTODO DE PRUEBA**

WASTE.- EXTRACTION TEST FOR TOXIC COMPOUNDS (PECT)

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.
- BUFETE QUÍMICO S.A. DE C.V.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA
- CIATEC, A.C.
- CONCENTRADOS INDUSTRIALES S.A. DE C.V.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL S.A. DE C.V.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO INDUSTRIAL S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DEL GRUPO MICROANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL Y AGRÍCOLA S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- QUANTUM
- RESIDUOS INDUSTRIALES MULTIQUM S.A. DE C.V.
- SAS LABORATORIO
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY I.P.D.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN, FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

INDICE

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

PROY-NMX-AA-000-SCFI-2005

RESIDUOS.- PRUEBA DE EXTRACCIÓN PARA COMPUESTOS TOXICOS (PECT)

WASTE.- EXTRACTION TEST FOR TOXIC COMPOUNDS (PECT)

0 INTRODUCCIÓN

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

Uno de los peligros más significativos que puede presentar un residuo, es la capacidad de lixiviar constituyentes tóxicos, por esta razón esta prueba de extracción se incluye en la determinación de peligrosidad de un residuo.

La prueba de extracción se elaboró para determinar si un residuo es peligroso por su toxicidad al ambiente cuando después de aplicar la prueba de extracción, el extracto de la muestra representativa obtenida contenga cualquiera de los constituyentes en concentraciones mayores a los límites máximos permisibles establecidos en la Norma Oficial Mexicana 052-SEMARNAT-1993.

El método establecido en esta norma mexicana, es confiable, debido a que durante su desarrollo se fundamentó en procedimientos esenciales que fueron analizados con óptimos resultados, de manera que todos los requerimientos de desempeño especificados se deben cumplir.

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” se emplean para destacar la importancia de las especificaciones para producir datos confiables en los intervalos de trabajo del método. Así mismo se establecen parámetros no modificables como el equipo de agitación para extracción (lixiviador) y el Equipo de Volumen Muerto Cero (EEVMC)

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Este método establece el procedimiento de extracción para determinar la movilidad de los compuestos que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad en el ambiente.

1.2 Campo de aplicación

Este método determina la movilidad de compuestos orgánicos e inorgánicos en residuos líquidos, sólidos y multifásicos, si el análisis del residuo sin lixiviar demuestra que la concentración de los analitos regulados es igual o menor al de los límites máximos permisibles no es necesario realizar este método.

2 RESUMEN

2.1 Los residuos líquidos (aquellos que contienen material sólido seco menor al 0,5%), se filtran a través de un filtro de fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 μm de porosidad, el producto de esta filtración se considera como el extracto PECT

2.2 Para residuos que contienen 0,5% de sólidos secos o más, el líquido si lo hay, es separado y almacenado para su posterior análisis; sí es necesario, reducir el tamaño de partícula de la fase sólida. La fase sólida es extraída con un volumen de reactivo de extracción igual a 20 veces el peso de la fase sólida utilizada para la extracción. El reactivo de extracción utilizado depende de la alcalinidad de la fase sólida del residuo. Para la determinación de compuestos volátiles es necesario un equipo especial para la extracción (equipo volumen muerto cero EEVMC), el producto de la extracción es separado de la fase sólida por filtración.

3 REFERENCIAS

3.1 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.

4 DEFINICIONES

4.1 Lixiviación.- Procedimiento de extracción sólido-líquido por medio de agitación, se usa para determinar la movilidad de compuestos volátiles y no volátiles presentes en residuos líquidos, sólidos o multifásicos.

4.2 Porcentaje de sólidos húmedos.- Es la fracción de un residuo que queda retenida en un filtro de fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 μm al aplicar el procedimiento de filtración y que se utiliza para determinar la cantidad de muestra a filtrar en la prueba de extracción.

4.3 Reactivo de extracción.- Solución preparada a pH de 4,93 ó 2,88 ($\pm 0,05$), que se emplea para extraer los componentes solubles de la muestra.

4.4 Residuo líquido.- Residuo que contiene menos del 0,5% de sólidos secos.

4.5 Residuo sólido.- Residuo en el que el 100% de material es sólido.

4.6 Fracción líquida un residuo.- Fracción del residuo capaz de atravesar un filtro de fibra de vidrio de una porosidad de 0,6 a 0,8 μm al aplicar una presión moderada.

4.7 Fracción sólida de un residuo.- Fracción del residuo retenida en un filtro de fibra de vidrio de una porosidad de 0,6 a 0,8 μm al aplicar una presión moderada.

4.8 Porcentaje de sólidos secos.- Expresión en porcentaje de la fracción sólida de un residuo al que se le elimina la humedad a una temperatura de 100 ± 20 °C hasta obtener un peso constante.

4.9 Peso constante.- La diferencia de pesos de dos materiales debe ser menor o igual a 0,0005 g o (0,5 mg)

4.10 Extracto PECT.- Líquido obtenido de la prueba de extracción que se utiliza para determinar la toxicidad de un residuo.

4.11 Porcentaje de sólidos húmedos.- El porcentaje de sólidos húmedos está definido como la fracción del residuo que queda retenida en un filtro al aplicar presión.

5 INTERFERENCIAS

5.1 Algunas muestras de residuos aceitosos y de pintura pueden no atravesar el filtro, en este caso, el material dentro del equipo de filtración se define como un sólido y la extracción se hace igual que para muestras sólidas.

5.2 Durante el análisis pueden encontrarse interferencias las cuales son discutidas en los métodos analíticos individuales

6 SEGURIDAD

6.1 Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Se debe tener un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad de cada una de las sustancias empleadas en este método, el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

6.2 La carcinogenicidad de todos los reactivos no ha sido determinada con precisión; por lo tanto, cada sustancia química debe ser tratada como peligro potencial a la salud. La exposición a estas sustancias químicas debe ser reducida al menor nivel posible.

7 EQUIPO Y MATERIALES

7.1 Equipo

7.1.1 Aparato de agitación por rotación, capaz de mantener de manera constante 30 ± 2 revoluciones por minuto.

- 7.1.2 Balanza con una resolución de $\pm 0,0001$ g
- 7.1.3 Potenciómetro con una resolución de $\pm 0,05$ unidades de pH a una temperatura de 25 °C.
- 7.1.4 Estufa con control de temperatura capaz de mantener 100 ± 20 °C
- 7.1.5 Parrilla de calentamiento/agitación.
- 7.1.6 Equipo de filtración: Diseñado en acero inoxidable o cualquier otro material inerte a los residuos a lixiviar. Capaz de soportar una presión de $3,5 \text{ kg/cm}^2$ y de sostener un filtro de 142 mm de diámetro con una capacidad mínima de 300 ml, este equipo puede utilizarse sí no se analizan compuestos volátiles, así como para residuos con bajo contenido de sólidos menor a 10%, muy granulares y que contengan una fracción líquida. Todos los demás residuos deben filtrarse usando presión.
- 7.1.7 Equipo de extracción volumen muerto cero (EEVMC).-Recipiente hermético de acero inoxidable u otro material inerte, con capacidad interna de 500 a 600 ml, con dimensiones para contener un filtro de 90 a 110 mm de diámetro, y un sistema de válvulas que permita desplazar el líquido.
- 7.1.8 Equipo para transferir el reactivo de extracción al EEVMC.- Este equipo debe asegurar que el extracto no sufre cambios en su naturaleza durante el transvase. Se pueden utilizar bombas peristálticas ó de desplazamiento positivo, jeringas de gas herméticas o unidades de filtración por presión.
- 7.2 Materiales
- 7.2.1 Frascos de extracción para compuestos no volátiles. Con capacidad de 2 L que sean compatibles con el equipo de agitación utilizado (lixiviador), se recomienda utilizar frascos de vidrio borosilicato, especialmente cuando se evalúan inorgánicos, no utilizar frascos de plástico o politetrafluoroetileno si se determinan orgánicos.
- 7.2.1.1 Los frascos de extracción y equipos de filtración deben ser hechos de materiales inertes que no lixivien o absorban los componentes del residuo. Vidrio borosilicato, politetrafluoroetileno (PTFE) o acero inoxidable tipo 316 son algunas opciones para la evaluación de la movilidad de los componentes inorgánicos y orgánicos. Para la determinación de metales utilizar recipientes de polietileno de alta densidad, polipropileno, o cloruro de polivinil (PVC).
- 7.2.2 Filtros de fibra de vidrio.- Sin aglutinantes, tamaño de poro de 0,6 a 0,8 μm o equivalente. En la determinación de metales enjuagar los filtros con una solución de ácido nítrico 1,0 N seguido de tres enjuagues con agua grado reactivo. Los filtros son frágiles se deben manejar con cuidado.
- 7.2.3 Recipientes para recolectar el producto de la extracción (extracto PECT) del EEVMC.- Estos recipientes no deben permitir la pérdida de ningún compuesto volátil, deben estar contruidos de un material 100% inerte a los compuestos de interés, se pueden utilizar bolsas especiales para este propósito o jeringas de gas herméticas. A continuación se mencionan las condiciones de uso:

7.2.3.1 Bolsas especiales para la recolección de compuestos volátiles o una jeringa de 600 ml, para coleccionar y combinar la fase líquida inicial del residuo y el extracto PECT).

7.2.4 Matraz erlenmeyer o vasos de precipitado de 500 ml

7.2.5 Vidrios de reloj apropiados para cubrir el diámetro de los matraces y/o de los vasos de precipitado.

7.2.6 Barra de agitación magnética cubierta con PTFE.

8 REACTIVOS Y PATRONES

8.1 Los reactivos que se mencionan en este procedimiento deben ser grado analítico, a menos que se indique otro grado. El agua utilizada debe ser agua reactivo y debe entenderse como agua en la cual no se observan interferencias en o por arriba del límite de detección del analito (s) de interés.

8.1.1 Ácido acético glacial (CH_3COOH)

8.1.2 Ácido clorhídrico (HCl) 1,0 N: 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 en matraz volumétrico clase A.

8.1.3 Ácido nítrico (HNO_3) 1,0 N: Colocar en el matraz volumétrico 500 ml agua y añadir lentamente 62,5 ml de HNO_3 concentrado aforar a 1L con agua en matraz volumétrico clase A.

8.1.4 Hidróxido de sodio (NaOH) 1,0 N: Disolver 40,0 g de NaOH en agua, aforar hasta la marca con agua a 1000 ml en matraz volumétrico clase A.

8.1.5 Nitrógeno (N_2) ó aire comprimido

8.1.6 Reactivo de extracción I.- Adicionar 5,7 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua reactivo, añadir 64,3 ml de NaOH 1,0 N, diluir a 1,0 L. Cuando se prepara en forma correcta el pH es de $4,93 \pm 0,05$.

8.1.7 Reactivo de extracción II.- Adicionar 5,7 ml de ácido acético glacial a 1,0 L de agua. Cuando se prepara en forma correcta el pH de este reactivo es de $2,88 \pm 0,05$. Verificar frecuentemente las disoluciones de extracción para detectar impurezas, medir el pH antes de su uso, si en las soluciones se encuentran impurezas o cambia el pH, descartar la solución.

8.2 Patrones

No aplica.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

9.1 Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo apropiado.

9.2 Tiempos máximos para la retención de muestras (días). Si se exceden los tiempos de manejo, los valores obtenidos deberán considerarse como las concentraciones mínimas, no se pueden aceptar estos valores para determinar que el residuo no es peligroso, exceder el tiempo de manejo no invalidará la caracterización si el residuo presenta concentraciones mayores o iguales a los límites máximos permisibles.

<i>Tiempos máximos de manejo de muestras (días)</i>				
	<i>De la recolección en campo a la extracción (obtención del PECT)</i>	<i>De la extracción al pretratamiento para el análisis</i>	<i>Del pretratamiento al análisis</i>	<i>Tiempo total transcurrido</i>
Compuestos volátiles	14	NA	14	28
Compuestos semivolátiles	14	7	40	61
Mercurio	28	NA	28	56
Cromo VI	NA	NA	1	-----
Metales excepto mercurio y Cromo VI	180	NA	180	360

NA = NO APLICA

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

9.4 Mantener la muestra a 4°C, a menos que la refrigeración produzca cambios físicos en el residuo, si ocurre precipitación en el residuo, extraer toda la muestra (incluyendo el precipitado).

9.5 Cuando en el residuo se evalúan compuestos volátiles, tener especial cuidado en el manejo y almacenamiento para reducir la pérdida de estos compuestos, recolectar las muestras en frascos con tapa de rosca y contra tapa de PTFE, transportarse a una temperatura de 4°C, abrir los contenedores de las muestras solo antes de la extracción.

9.6 Analizar lo más rápido posible los extractos PECT en los que se determinan compuestos volátiles. Acidificar los extractos o porciones de éstos en que se analicen metales, con solución de ácido nítrico a un pH < de 2,0 a menos que se pueda producir la precipitación. Para cromo hexavalente no se preserva la muestra y se mantiene a 4°C.

9.7 Almacenar los extractos en que se realicen otro tipo de análisis, de acuerdo a las instrucciones metodológicas de cada analito.

10. CONTROL DE CALIDAD

10.1 Incluir como mínimo un blanco de reactivo de extracción cada 20 muestras, usando el mismo reactivo. Colocar el blanco en diferente frasco de extracción para monitorear posible contaminación.

10.2 Asegurar que el aparato de agitación gire a las revoluciones por minuto indicadas y dentro del intervalo indicado en este procedimiento.

10.3 Verificar la calibración del potenciómetro en cada uso, con las soluciones patrón de pH.

10.4 Mantener los intervalos de pH de las soluciones de extracción como lo indica el método.

11 CALIBRACIÓN

No aplica

12. PROCEDIMIENTO

12.1 Evaluaciones preliminares.- Realizar las evaluaciones preliminares a una porción mínima de 100 g del residuo, estas evaluaciones consisten en: 1) determinar el porcentaje de sólidos secos; 2) determinar si la fracción inicial del filtrado se considera como el extracto PECT (por el bajo contenido de sólidos); 3) determinar si la fracción sólida del residuo requiere reducción en el tamaño de partícula y 4) seleccionar el tipo de reactivo de extracción a utilizar según la alcalinidad del residuo.

12.1.1 Si el residuo es cien por ciento sólido éste se considera como la fracción sólida, si el residuo presenta una fracción líquida o es multifásico, determinar el porcentaje de sólidos de acuerdo a la siguiente sección:

12.2 Determinación del porcentaje de sólidos.

12.2.1 Pesar el filtro y el contenedor que recibirá el producto de la filtración. Registrar los datos.

12.2.2 Ensamblar el equipo de filtración, colocar el filtro sobre el soporte.

12.2.3 Pesar aproximadamente 100 g de una porción del residuo. Registrar este dato.

12.2.4 Dejar que la fracción sólida del residuo sedimente, si la sedimentación es muy lenta, el residuo se puede centrifugar antes de la filtración, la centrifugación es usada solo

como ayuda a la filtración, filtrar el líquido decantado y continuar con la filtración de la fracción sólida a través del mismo sistema de filtración.

12.2.5 Transferir cuantitativamente el residuo hacia el embudo de filtración, tratar de distribuir uniformemente el residuo sobre la superficie del filtro. Permitir que el residuo alcance la temperatura ambiente antes de iniciar la filtración.

12.2.6 Si se observa que más del 1,0% del residuo queda adherido en las paredes del recipiente que se utilizó para la transferencia al equipo de filtración, calcular el peso de éste, pesar el recipiente con el residuo adherido, sustraer a este valor el peso inicial (sección 12.2.3). Registrar este peso como cantidad de residuo filtrado.

12.2.7 Aplicar presión moderada al sistema de filtración desde 0,07 hasta 0,7 kg/cm², detener la aplicación de presión en el momento en que el aire o el gas de presión atraviese el filtro, si esto no se logra a 0,7 kg/cm² o si no ha pasado líquido por el filtro en un intervalo de 2 minutos, incrementar la presión lentamente en intervalos de 0,7 kg/cm² hasta un máximo de 3,5 kg/cm², esperar 2 minutos en cada incremento. Detener la filtración cuando se empiece a mover el filtro o bien cuando el flujo del líquido cese. La aplicación instantánea de alta presión puede dañar el filtro.

12.2.8 Algunos residuos como aceites o pinturas, pueden presentar una apariencia líquida, pero después de aplicar presión no atraviesan el filtro, considerar a éstos como la fracción sólida. No cambiar el filtro.

12.2.9 Determinar el peso de la fracción líquida sustrayendo el peso del contenedor que recibe el líquido filtrado del peso total del contenedor más el líquido filtrado. Una vez calculado el peso, almacenar a 4 ° C.

12.2.10 Determinar el peso de la fracción sólida restando el peso de la fracción líquida del valor de la sección 12.2.6

12.2.11 Retirar la fracción sólida y el filtro del equipo de filtración.

$$\text{Porcentaje de sólidos húmedos} = \frac{\text{Peso de la fracción sólida (sección 12.2.10)}}{\text{Peso total del residuo (sección 12.2.6)}} \times 100$$

12.2.12 Secar el filtro y la fase sólida a 100 ± 20 °C, hasta alcanzar un peso constante. Registrar el peso final. Tomar las precauciones necesarias para evitar que el residuo por un sobrecalentamiento se encienda. Se recomienda que el horno de secado cuente con ventilación.

12.2.13 Cálculo del porcentaje de sólidos secos, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Porcentaje de sólidos secos} = \frac{(\text{Peso de la sección 12.2.14}) - (\text{Peso del filtro antes de usarse})}{\text{Peso inicial del residuo (12.2.3)} \times 100}$$

12.2.14 Si el porcentaje de sólidos secos es menor al 0,5%, entonces proceder a la sección de extracción, según los compuestos a determinar (volátiles, o no volátiles), si el porcentaje de sólidos secos es mayor o igual a 0,5%, evaluar si el residuo requiere disminución en el tamaño de partícula.

12.2.15 Reducción del tamaño de partícula.- Se requiere disminución de partícula si el área de superficie por gramo del material es igual o mayor a $3,1 \text{ cm}^2$ ó el tamaño de partícula es mayor a 1,0 cm, se pueden utilizar procedimientos de corte, desmenuce, trituración o molienda. Tener especial cuidado en el caso de analizar compuestos orgánicos volátiles.

12.3 Determinación del reactivo de extracción para residuos en que el contenido de sólidos es mayor o igual al 0,5% y para el análisis de compuestos no volátiles.

12.3.1 Tomar una porción pequeña de la fase sólida del residuo, reducir el tamaño de partícula (si es necesario) a un tamaño aproximado de 1,0 cm de diámetro o menos, transferir 5,0 g a un vaso de precipitado o a un matraz erlenmeyer de 500 ml.

12.3.2 Adicionar aproximadamente 96,5 ml de agua reactivo al vaso que contiene el residuo, cubrir con un vidrio de reloj y agitar vigorosamente durante 5 minutos usando un agitador magnético. Medir y registrar el pH. Si el pH es $< 5,0$ usar el reactivo de extracción I. Proceder de acuerdo a la sección de extracción para compuestos no volátiles sección 12.4.

12.3.3 Si el pH de la sección 12.3.2 es $> 5,0$, adicionar 3,5 ml de HCl 1,0 N, cubrir con un vidrio de reloj, agitar lentamente, calentar a 50°C durante 10 minutos. Retirar de la parrilla y permitir que el sistema alcance la temperatura ambiente ($23 - 25^\circ\text{C}$). Medir el pH, si este es $< 5,0$ usar el reactivo de extracción I, si el pH es $\geq 5,0$ usar el reactivo de extracción II.

12.4 Extracción para determinación de compuestos no volátiles

12.4.1 Si la muestra es líquida o multifásica, separar la fases líquido/sólido de acuerdo al siguiente procedimiento:

12.4.1.1 Pesar el recipiente que recibirá el producto de la filtración, registrar este dato.

12.4.1.2 Ensamblar el equipo de filtración y colocar el filtro de acuerdo a las instrucciones del fabricante, si se determinan metales enjuagar el filtro con una solución de ácido nítrico, seguido de los enjuagues necesarios con agua grado reactivo libre de metales.

12.4.1.3 Si el contenido de sólidos secos en el residuo es $< 0,5\%$, la porción líquida después de la filtración es definida como el extracto PECT, por lo tanto, se debe filtrar un volumen de muestra suficiente para realizar todas las pruebas analíticas. Si el residuo se considera cien por ciento sólido, pesar una porción de residuo aproximada de 100 g y proceder a la extracción de acuerdo a la sección 12.4.1.6

12.4.1.4 Para residuos que contienen $>0,5\%$ de sólidos secos, usar el porcentaje de sólidos secos para determinar la cantidad de residuo a utilizar en la extracción,

considerando que se debe obtener una cantidad suficiente de extracto para realizar todos los análisis.

12.4.1.5 Determinar la cantidad de reactivo de extracción a utilizar de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Peso reactivo de extracción} = 20 \times \text{porcentaje de sólidos} \times \text{peso real del residuo filtrado} / 100$$

12.4.1.6 Una vez calculada la cantidad de reactivo de extracción adicionarlo lentamente al recipiente de extracción. Cerrar el recipiente herméticamente (se recomienda usar una tapa de PTFE para asegurar el cierre hermético), verificar que el equipo de extracción gira a $30 \pm 2,0$ rpm, mantener la rotación durante 18 ± 2 horas. La temperatura del lugar en que se realiza la extracción debe mantenerse a $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2,0 \text{ }^\circ\text{C}$.

12.4.1.7 Algunos residuos durante la agitación pueden producir gas dentro del recipiente de extracción (p.e carbonato de calcio que produce dióxido de carbono), para liberar el exceso de presión, abrir periódicamente el recipiente de extracción en los primeros 15, 30 y 60 minutos, se recomienda abrir los recipientes en una campana de extracción.

12.4.1.8 Después de transcurrido el tiempo de extracción, separar el material contenido en el recipiente de extracción en su fase líquida y sólida por filtración, usar un filtro de fibra de vidrio, para la filtración final del extracto se puede cambiar el filtro si es necesario para facilitar la filtración. Si se determinan metales, enjuagar el o los filtros antes de usarlos con una solución de ácido nítrico 1,0 N.

12.4.2 Preparación del extracto PECT

12.4.2.1 Si el residuo no contiene una fase líquida inicial, la fase líquida obtenida de la sección 12.4.1.8 es definida con el extracto PECT.

12.4.2.2 Si la fase líquida obtenida de la sección 12.4.1.8, es compatible con la fase líquida inicial de filtración obtenida de la sección 12.2.10, combinar ambas fases, a este producto se le define como el extracto PECT

12.4.2.3 Si la fase líquida inicial (sección 12.2.10) no es compatible con la fase obtenida de la sección 12.4.1.8, no se deben combinar ambas fases, analizar por separado cada fase y determinar la concentración de analitos relacionando matemáticamente los resultados.

12.4.2.4 Una vez obtenido el extracto PECT, medir y registrar el pH, separar inmediatamente las alícuotas correspondientes según los análisis a realizar, preservar el extracto PECT de acuerdo a cada metodología analítica. En la determinación de metales, preservar el extracto con solución de ácido nítrico hasta obtener un pH < de 2,0 (no preservar en el caso de formación de precipitados y analizar el extracto lo mas rápido posible); este extracto debe someterse a digestión ácida de acuerdo a la metodología analítica excepto en aquellas instancias en que la digestión causa pérdida de los analitos metálicos. Si se determinan metales en el extracto PECT sin digerir y cualquiera de los analitos regulados sobrepasa el límite máximo permisible entonces el residuo se

considera peligroso y no es necesario realizar la digestión del extracto. Almacenar a 4°C todas las alícuotas restantes para los demás análisis.

12.4.2.5 Sí se realiza el análisis por separado de las fases del extracto, determinar el volumen para cada una (hasta $\pm 0,5\%$), y relacionar matemáticamente los resultados.

12.5 Procedimiento para la extracción de compuestos volátiles.

12.5.1 Usar el equipo de volumen muerto cero (EVMC) para obtener el extracto PECT solo para el análisis de compuestos volátiles, no se permite usar este extracto para determinaciones de compuestos no volátiles (p.e metales, plaguicidas, etc). El equipo de EVMC tiene una capacidad para colocar aproximadamente 25 g de fracción sólida del residuo (fracción separada por la aplicación de hasta una presión de 50 psi). En este procedimiento también aplica la relación de adición del reactivo de extracción I (siempre se adicionará reactivo I) igual a 20 veces el peso de la fracción sólida del residuo a extraer

12.5.2 Ensamblar el equipo conteniendo el residuo solo por una vez, no abrir el equipo hasta que haya concluido la extracción, no se permite repetir el llenado del equipo para completar los 25 g de sólido.

12.5.3 Pesar el recipiente que recibirá la fracción líquida, sí se usa una bolsa especial para compuestos volátiles, transferir todo el líquido contenido en el EVMC, sea la fase inicial o la fase final de la separación líquido/sólido, tomar una alícuota del líquido contenido en la bolsa para su análisis.

12.5.4 Colocar el pistón del EVMC dentro del cuerpo del equipo, antes humedecer el pistón y los anillos de unión con un poco de reactivo de extracción , ajustar el pistón dentro del EVMC a una altura tal que se pueda mover una vez colocado el residuo en el equipo. Ajustar las bridas de entrada y salida del gas de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Asegurar por los extremos el filtro de vidrio entre los soportes metálicos del EVMC, ajustar los extremos de las bridas de entrada y salida de los líquidos.

12.5.5 Si el residuo es cien por ciento sólido, pesar una submuestra máximo de 25 g registrar el peso y continuar en la sección 12.5.11

12.5.6 Sí el residuo contiene < 0,5% de sólidos secos, la porción líquida del residuo, después de la filtración, es definida como el extracto PECT, filtrar la cantidad necesaria de residuo para obtener un volumen del extracto suficiente para todos los análisis de compuestos volátiles. Para residuos que contienen > del 0,5% de sólidos secos usar el valor de porcentaje de sólidos secos para determinar el tamaño de muestra óptimo que se usará para la extracción. Se recomiendan las siguientes cantidades de muestra:

12.5.6.1 Para residuos que contiene < del 0,5 % de sólidos, pesar aproximadamente 500 g de muestra, registrar el peso.

12.5.6.2 Para residuos que contienen > del 0,5% de sólidos, calcular la cantidad de residuo aplicando la siguiente ecuación:

Peso del residuo a colocar en el EVMC = 25 X 100

Por ciento de sólidos

12.5.7 Si el residuo requiere disminución en el tamaño de partícula proceder de acuerdo a la sección correspondiente, en el caso de que el residuo no requiera disminución en el tamaño de partícula proceder con la sección 12.5.11

12.5.8 Preparar el residuo para la extracción por molienda, trituración, desmenuce, etc. hasta obtener el tamaño de partícula establecido en la sección 12.2.17, el residuo debe refrigerarse (4°C antes de reducir el tamaño de partícula). Los procedimientos para reducir el tamaño de partícula no deben generar calor. La exposición del residuo a la atmósfera debe evitarse en lo posible.

12.5.9 No se permite cernir el residuo porque los compuestos volátiles pueden perderse. Cuando se obtiene el tamaño de partícula indicado, proceder con la siguiente sección.

12.5.10 Residuos lodosos no es necesario dejarlos sedimentar. No se permite centrifugar los residuos para su posterior filtración.

12.5.11 Transferir cuantitativa y rápidamente todo la muestra (fases líquidas y sólidas) al EVMC, cerrar y ajustar el equipo de acuerdo a las instrucciones del fabricante cerrar herméticamente todos los seguros del EVMC, colocar el equipo en posición vertical.

12.5.12 Si una cantidad > 1% del residuo queda adherido en las paredes del recipiente que se utilizó para transferir el residuo al EVMC, determinar el peso de éste y sustraerlo del peso inicial de residuo para determinar el peso real de residuo a filtrar.

12.5.13 Conectar la línea de gas a la válvula de entrada/salida del EVMC, abrir la válvula de entrada/salida de líquido, iniciar a aplicar moderadamente presión de 1 – 10 psi (o más si es necesario) para desplazar lentamente el aire contenido en el equipo. A la primera aparición de líquido en la válvula de entrada/ salida de líquido, cerrar rápidamente la válvula, detener la presión. Si el residuo es 100% sólido, lentamente incrementar la presión hasta un máximo de 50 psi para forzar el desplazamiento de aire que se encuentra en el interior del EVMC.

12.5.14 Conectar el contenedor del filtrado a la válvula de entrada/salida de líquido, abrir la válvula. Iniciar a aplicar presión moderada de 1 – 10 psi para forzar que la fracción líquida sea desplazada hacia el contenedor del filtrado. Si el líquido no a pasado a través del filtro en un intervalo de dos minutos, lentamente aumentar la presión en incrementos de 10 psi (esperar dos minutos en cada incremento) hasta un máximo de 50 psi. Cuando el flujo del líquido ha cesado o cuando a 50 psi en un período de dos minutos no se obtiene líquido filtrado, detener la filtración. Cerrar la válvula de entrada/salida de líquido, detener la presión del pistón, desconectar y pesar el equipo que contiene el filtrado. La aplicación rápida de alta presión puede dañar el filtro y ocasionar prematura obstrucción.

12.5.15 El material retenido dentro del EVMC se define como la fracción sólida del residuo, el filtrado es definido como la fracción líquida.

12.5.16 En algunos residuos como aceites o esmaltes y/o pinturas, pueden tener una apariencia de líquidos, pero después de aplicar presión no atraviesan el filtro. Si este es el caso, usar el filtro de acero inoxidable con 0,5 micras de poro y el material que queda

retenido en el filtro se considera como la fase sólida y se extrae como un residuo sólido. Si el residuo original contiene < 0,5% de sólidos secos, este filtrado es definido como el extracto PECT y es analizado directamente.

12.5.17 La fase líquida puede analizarse inmediatamente o almacenarse a 4°C en condiciones de un mínimo volumen muerto cero hasta el momento de su análisis. Determinar el peso de reactivo de extracción no. I, para adicionar al EVMC, de acuerdo a la siguiente ecuación

Peso del reactivo de extracción = $\frac{20 \times \text{porcentaje de sólidos} \times \text{peso del residuo filtrado}}{100}$

100

12.6 Adición del reactivo de extracción al material sólido que se encuentra en el equipo EVMC y en los recipientes de extracción.

12.6.1 Con el EVMC en posición vertical, conectar la línea del recipiente del reactivo de extracción a la válvula de entrada/salida del EVMC, purgar la línea con reactivo de extracción fresco, liberar el gas de presión sobre el pistón del EVMC (por la válvula de entrada/salida de gas) abriendo la válvula de líquido e iniciar la transferencia del reactivo de extracción al interior del equipo por bombeo o un procedimiento similar, continuar el bombeo hasta que se haya transferido la cantidad suficiente.

12.6.2 Después de que se ha transferido el reactivo de extracción, inmediatamente cerrar la válvula de entrada/salida de líquido y desconectar la línea de transferencia del reactivo de extracción. Revisar que todas las válvulas han sido cerradas correctamente, rotar manualmente el EVMC ó el recipiente de extracción tomándolos de los extremos de arriba hacia abajo unas dos o tres veces, colocarlos en posición vertical con la válvula de entrada/salida del líquido hacia arriba. Presurizar el EVMC con 5 – 10 psi (si es necesario) y abrir lentamente la válvula de entrada/salida del líquido para desplazar cualquier espacio de aire que pudiera estar dentro del momento de transferir el reactivo de extracción, realizar este procedimiento rápidamente, detener en cuanto aparezca líquido en la válvula. Presurizar de nuevo el EVMC para asegurarse que las válvulas y las uniones están perfectamente cerradas.

12.6.3 Colocar el EVMC en el aparato de rotación e iniciar la rotación a 30 ± 2 rpm durante 18 ± 2 horas, la temperatura del lugar donde se realiza la extracción debe estar a $23 \pm 2^\circ\text{C}$

12.6.4 Continuar con la agitación por un período de 18 ± 2 horas, revisar la presión del EVMC, abriendo y cerrando rápidamente la válvula de gas, si se detecta un escape de gas significa que se ha mantenido la presión en el equipo, si no se ha mantenido la presión significa que el equipo tiene fugas, repetir el procedimiento con nueva muestra.

12.6.5 Si el equipo ha mantenido la presión, el material contenido en el recipiente de extracción es separado en sus fase líquida y sólida, si el residuo contiene una fase líquida inicial, el líquido debe ser filtrado directamente dentro del mismo recipiente que contiene la fase líquida inicial (p.e bolsa especial para compuestos volátiles, que conserve la fase

líquida). Debe utilizarse un recipiente para la colección del filtrado si el residuo es multifásico o si el residuo contiene una fase líquida inicial, filtrar a través de un filtro de fibra de vidrio usando el EVMC. Filtrar todo el extracto y recolectar en un recipiente específico para compuestos volátiles.

12.6.6 Si el residuo no contiene una fase líquida inicial, el material líquido filtrado obtenido en la sección 12.6.5 se define como el extracto PECT, si el residuo contiene una fase inicial líquida entonces el material líquido obtenido de la extracción en combinación con la fase líquida inicial se define como el extracto PECT.

12.6.7 Preparar inmediatamente el extracto PECT para su análisis ó almacenar a 4°C con mínimo de volumen muerto hasta el momento del análisis. Analizar el extracto PECT de acuerdo a los métodos analíticos correspondientes, analizar por separado las fases no miscibles, determinar el volumen de las fases individuales (hasta 0,5%), relacionar los resultados analíticos matemáticamente.

13 CALCULOS

13.1 Los resultados de cada uno de los compuestos analizados deben compararse con la tabla de constituyentes que hacen peligroso a un residuo por su toxicidad de la Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-1993, para concluir sí es o no peligroso el residuo.

14 DESEMPEÑO DEL METODO

14.1 Los criterios de precisión y exactitud se describen en cada uno de las Normas Mexicanas que corresponden a la caracterización de residuos peligrosos.

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 BIBLIOGRAFIA

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
Método 1311 USEPA

Procedimiento de lixiviación para determinar características de toxicidad, revisión 1992.
Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos de América

17 CONCORDANCIA CON NORMAS, LINEAMIENTOS INTERNACIONALES Y 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 en el momento de su elaboración.

18 VIGENCIA

Esta Norma Mexicana entrara 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**