

PROY-NMX-AA-134-SCFI-2006

SUELOS – HIDROCARBUROS FRACCIÓN PESADA POR EXTRACCION Y GRAVIMETRÍA

SOILS – HEAVY FRACTION HYDROCARBONS BY EXTRACTION AND GRAVIMETRY

PREFACIO

En la elaboración del presente Proyecto de Norma Mexicana participaron las siguientes dependencias, asociaciones civiles y profesionales, cámaras, laboratorios privados, instituciones de educación superior e institutos de investigación:

Dependencias del Gobierno Federal:

- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales
- Procuraduría Federal de Protección al Ambiente

- Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental
- Centro Nacional de Metrología

Centros e institutos de investigación:

- Instituto Mexicano del Petróleo
- Instituto de Química de la UNAM
- Instituto de Geografía de la UNAM
- Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas del IPN
- CIATEC, A. C.

Cámaras y Asociaciones:

- Cámara Nacional de la Industria de la Transformación
- Asociación Nacional de Restauradores Ambientales A.C.

Laboratorios:

- Tecnología del Ambiente S. A. de C.V.
- Earth Tech México
- Laboratorio SAS. S.A. de C. V.
- ALS-Indequim S. A. de C.V.
- Servicios de Consultoría y Verificación Ambiental S.A. de C.V.
- Onsite Laboratories de México S. A. de C.V.
- Protección Ambiental y Ecología, S.A. de C.V.
- Control Químico Novomann Internacional, S.A. de C.V.
- Laboratorio de Química del Medio e Industrial, S.A. de C.V.
- Sistemas de Ingeniería Ambiental, S.A. de C.V.
- Tecnología Ambiental Integral, S.A. de C.V.

- Laboratorio Quantum S. A de C.V.
- Laboratorios ABC Química Investigación y análisis, S. A. de C.V.
- Intertek Testing Servicios de México, S.A. de C.V.

Además:

- Ferrocarriles Nacionales de México, en liquidación
- Petróleos Mexicanos

ÍNDICE DEL CONTENIDO

0	Introducción
1	Objetivo y campo de aplicación
2	Resumen
3	Referencias
4	Definiciones
5	Seguridad
6	Equipo y materiales
7	Reactivos y patrones
8	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras
9	Control de calidad
10	Interferencias
11	Procedimiento
12	Cálculos
13	Desempeño del método
14	Manejo de residuos

- 15 Bibliografía
- 16 Concordancia con normas y lineamientos internacionales y con normas mexicanas tomadas como base para su elaboración

0 INTRODUCCIÓN

El Programa Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales 2001-2006, tiene como primer objetivo detener y revertir la contaminación de los recursos naturales, agua, aire y suelo, con el propósito de garantizar su conservación para las generaciones futuras.

Los derrames de hidrocarburos, por las sustancias que involucran, pueden poner en peligro la integridad de los ecosistemas, así como la preservación de los recursos naturales, en los lugares donde se producen.

Cuando un derrame de hidrocarburos permanece sin ser atendido puede causar daños constantes y crecientes al suelo y a otros recursos naturales.

Para dar certidumbre jurídica a los responsables de la remediación y asegurar sus resultados, en marzo de 2005, se publicó en el *Diario Oficial de la Federación*, la Norma Oficial Mexicana NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, Límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su caracterización y remediación.

La norma presenta resúmenes de los métodos analíticos publicados por la United States Environmental Protection Agency (EPA) para evaluar las concentraciones de hidrocarburos en el suelo. Sin embargo, es necesario proporcionar a los laboratorios en México, los elementos que les permitan generar resultados confiables, acreditarse y aprobarse ante los organismos y dependencias autorizados para tal fin. Para ello, y para apoyar el cumplimiento y la verificación de la NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, se elaboró la presente Norma Mexicana.

La Norma, adicionalmente, establece un procedimiento que permite reducir el uso de sustancias que dañan la capa de ozono, como es el caso de los clorofluorocarbonos (CFCs); por ello, propone utilizar el n-Hexano como disolvente de extracción sustituyendo el uso de 1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano (CFC-113; Freón-113), que recomienda el método 418.1 publicado por la EPA.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

- 1.1 Describir el método para determinar por extracción y gravimetría hidrocarburos de fracción pesada en muestras de suelo, tal como fueron establecidos en la NOM-138-SEMARNAT/SS-2003.
- 1.2 Este método no es aplicable para medir materiales que volatilizan a temperaturas por debajo de 125°C.
- 1.3 Algunos aceites crudos y aceites de combustibles pesados contienen un porcentaje significativo de materiales que no son solubles en n-Hexano y las recuperaciones de estos materiales pueden ser bajas.

2 RESUMEN

Una porción representativa de muestra es secada con sulfato de sodio.

Después de secado, el material es extraído mediante cualquiera de las técnicas que se enlistan a continuación:

1. Soxhlet.
2. Sonicación.

El MEH se concentra, seca y pesa; para posteriormente ser tratado con sílica gel estandarizada para su purificación y determinación gravimétrica.

Se evalúa una porción de muestra por separado para calcular el porcentaje de sólidos y el peso de la fracción seca es utilizado para calcular la concentración de HFP en peso seco.

3 REFERENCIAS

Método EPA 1664	n-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated n-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry
Método EPA 9071 B	n-Hexane Extraible Material (HEM) For Sludge, Sediment and Solid Samples. (Revisión 2 April 1999)
Método EPA 3550 B	Ultrasonic Extraction (Revision 3, December 1996)

Método EPA 3540 C	Soxhlet Extraction (Revision 3, December 1996)
NOM-138-SEMARNAT/SS-2003	Límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su caracterización y remediación, publicada en el <i>Diario Oficial de la Federación</i> , el 29 de marzo de 2005.
Anexo AS-05 de la SEMARNAT-2000	NOM-021- Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, Muestreos y Análisis. AS-05 Contenido de humedad del suelo, publicada en el <i>Diario Oficial de la Federación</i> , el 31 de diciembre de 2002

4 DEFINICIONES

4.1 Blanco analítico o de reactivos

Alícuota de n-Hexano que se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

4.2 Blanco de campo

Muestra de suelo libre de los analitos de interés o muestra sintética de arena, suelo o matriz equivalente 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.

4.3 Hidrocarburos de fracción pesada

Para efectos de esta Norma se consideran hidrocarburos fracción pesada a los materiales extraíbles con n-Hexano y tratados con sílica gel. El método propuesto es susceptible de presentar interferencias de matriz.

4.4 Límite de cuantificación del método (LCM)

Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

4.5 Límite de detección del método (LDM)

Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada confiablemente pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

4.6 Masa Constante (Peso Constante)

Es la masa alcanzada cuando la diferencia entre dos pesadas sucesivas de la muestra enfriada después del proceso de secado, con un intervalo de 2 horas entre ellas, no exceda 0,0005 g (0,5 mg).

4.7 Material extraíble con n-Hexano (MEH).

Material que es extraído de una muestra y determinado por este método (grasas y aceites). Este material incluye hidrocarburos no volátiles, aceites vegetales, grasas animales, ceras, jabones, grasas y materia relacionada.

4.8 Matrices fortificadas

Muestra real a la que se añaden los analitos de interés y es sometida a todo el proceso de análisis que sigue una muestra normal.

4.9 Muestra control de Laboratorio

La muestra control de laboratorio se prepara adicionando a una matriz sintética, una concentración conocida del analito de interés y llevado a través de todo el proceso analítico. Se utiliza para evaluar el desempeño del método.

5 SEGURIDAD

5.1 Este método no menciona 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 el método. Se debe tener un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

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

5.3 El n-Hexano es una sustancia química peligrosa que posee marcadas características de toxicidad, inflamabilidad y explosividad, y reacciona con materiales oxidantes, de ahí que los laboratorios que hacen uso de esta sustancia, deberán tener procedimientos documentados seguros para su manejo, transporte y almacenamiento.

5.4 Muestras de suelo de composición desconocida, pueden contener concentraciones altas de compuestos volátiles tóxicos. Los contenedores deben abrirse en campana de extracción y manejarse con guantes.

5.5 Cuando se trabaje con alguna de las sustancias químicas descritas en esta norma, deben tenerse las condiciones de seguridad apropiadas. Usar ropa y equipo de protección como: batas, guantes, mascarilla, lentes de seguridad y zapatos de seguridad.

6 EQUIPO Y MATERIALES.

6.1 Equipo

6.1.1 Estufa de secado capaz de mantener una temperatura de $70-250\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

6.1.2 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg, calibrada; en caso de exceder los límites de tolerancia, se debe recalibrar la balanza.

6.1.3 Baño de agua o baño de vapor capaz de mantener una temperatura de 85°C .

6.1.4 Aparato de extracción Soxhlet.

6.1.5 Agitador magnético.

6.1.6 Mantilla de calentamiento con control de temperatura.

6.1.7 Aparato de extracción por ultrasonido (disruptor ultrasonico con brazo sumergible) con flujo energético mínimo de 300 watts, con capacidad de pulsación.

6.1.8 Mufia.

6.2 Materiales.

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser clase A.

6.2.1 Frascos de vidrio boca ancha, con tapa, limpios, secos y con una capacidad mínima de 250 mL.

6.2.2 Matraz volumétrico de vidrio de 100 mL.

6.2.3 Pipetas de vidrio volumétricas de 5 mL.

6.2.4 Embudo de filtración de tallo largo.

6.2.5 Papel filtro cualitativo.

6.2.6 Matraz de bola de 125 mL o un volumen adecuado.

Nota: Lavar la cristalería con agua caliente y detergente, enjuagar con agua corriente y agua reactivo y por último con disolvente, secar en una estufa a 200-250°C durante una hora (excepto el volumétrico).

Secar los matraces en una estufa a 125°C y guardar en un desecador hasta su uso.

Un incremento gradual en el peso puede deberse a la absorción de humedad ambiental y oxígeno. Los residuos extraídos deben mantenerse en un desecador durante el enfriamiento y previo a la pesada y deben pesarse tan pronto como sea posible una vez que estén fríos.

6.2.7 Desecador con sílica gel.

6.2.8 Barras de agitación magnéticas recubiertas con Fluoropolímero.

6.2.9 Perlas de ebullición de vidrio, carburo de sílice o fluoropolímero.

6.2.10 Equipo de destilación Claisen o equivalente.

6.2.11 Adaptador de destilación para recuperar el disolvente.

6.2.12 Lana o pequeñas cuentas de vidrio.

6.2.13 Dedales de celulosa para extracción por aparato Soxhlet, o papel filtro.

6.2.14 Vasos de precipitado de 100-150 mL.

6.2.15 Mortero de porcelana y pistilo.

6.2.16 Algodón no absorbente y libre de grasa.

7 REACTIVOS Y PATRONES

Los reactivos que requiere el método deben ser mínimo grado reactivo analítico.

7.1 Sustrato para muestras de control: arena prelavada o matriz equivalente en la cual el MEH no es detectado por arriba del límite de detección de este método.

7.2 n-Hexano con un residuo menor de 1 mg/L.

7.3 Acetona, con un residuo menor 1 mg/L.

7.4 Sulfato de sodio granular anhidro. Secar por calentamiento a 400°C por 4 horas o de 200°C a 250°C por 24 h, en una bandeja no muy profunda, o lavar el sulfato de sodio con cloruro de metileno; para este caso analizar un blanco de reactivos para demostrar que no hay interferencia por parte del sulfato de sodio. Almacenar en un contenedor sellado hasta su uso.

7.5 Sílica gel anhidra, 75-150 micrometros de tamaño de partícula (malla 100-200). Secar a 200-250 °C por 24 h mínimo y guardar en un desecador. Determinar su contenido de material soluble en n-Hexano extrayendo 30 g de sílica gel destilándolo a sequedad. La sílica gel debe contener <5 mg de material soluble en n-Hexano por 30 g (<0,17 mg/g).

7.6 Aceite mineral CAS No. 8012-95-1, con las siguientes especificaciones de ACS:

Neutralidad: pasa la prueba

Límite de compuestos polinucleares: pasa la prueba

Compuestos fácilmente carbonizables: pasa la prueba

Viscosidad Saybolt 37.7°C (100°F): de 125 a 135 s

Viscosidad cinemática 40°C: 21.1

Gravedad específica 25/25: 0,854

Parafinas sólidas: pasa la prueba

7.7 Ácido esteárico con pureza mínima de 98 %.

7.8 Solución de adición Aceite mineral-Ácido esteárico (1:1) Preparar en hexano-acetona, en una concentración de 10 g/L de cada uno.

7.8.1 Colocar en un matraz volumétrico de 100 mL 1 g ± 0,01 g de ácido esteárico y disolver con 20 mL de acetona, adicionar 1 g ± 0,01 g de aceite mineral y agregar 30 mL de hexano, mezclar hasta disolución total y aforar con hexano.

La concentración total de esta solución stock es 10 000 mg/L de cada uno. Esta solución puede ser utilizada para muestras adicionadas y preparar muestras control de laboratorio. Almacenar en un contenedor de vidrio con tapa de fluoropolímero en refrigeración.

Nota: La solución puede requerir calentamiento para la disolución completa del ácido esteárico.

Si hay duda en la concentración, tomar $10,0 \pm 0,1$ mL con una pipeta volumétrica, colocar en un vaso previamente tarado y evaporar a sequedad en una campana de extracción. El peso debe ser de 200 ± 2 mg. Si no es así preparar una solución fresca.

Las soluciones de adición deben ser verificadas frecuentemente para detectar señales de degradación o evaporación utilizando la prueba de la nota anterior y deben reemplazarse cada 6 meses o de inmediato si ha ocurrido la degradación.

8 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

8.1 Colectar aproximadamente 250 g de muestra. Las muestras deben ser colectadas en un frasco de vidrio prelavado, de boca ancha con tapa rosca.

8.2 El tiempo previo al análisis es de 14 días a una temperatura de preservación de 4°C.

9 CONTROL DE CALIDAD

9.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.

9.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que los verificó.
- Las bitácoras del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Análisis e identificación de la muestra;
 - b) Fecha del análisis;
 - c) Procedimiento cronológico utilizado;

- d) Cantidad de muestra utilizada;
- e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
- f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
- g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
- h) Además, el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes, si procede, o en otros respaldos de información. De tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información, desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.
- i) Firma del analista y la (las) personas que supervisan

9.3 Cada laboratorio que utilice este método debe demostrar la habilidad para generar resultados aceptables.

9.4 Analizar un blanco de reactivos por lote analítico o cada 20 muestras, para verificar que todos los reactivos, disolventes y equipo no estén contaminados. Preparar el blanco de reactivos a partir del sustrato para muestra de control de calidad y llevarlo a través de todo el proceso analítico.

9.5 Analizar una muestra duplicada, una muestra adicionada y adicionada duplicada, cada lote analítico o cada 20 muestras, y llevarlas por la preparación de la muestra y el proceso analítico.

9.6 El desempeño del método debe ser evaluado por el uso de una muestra control de laboratorio en una concentración equivalente a 1000-2000 mg/kg base seca; ésta se prepara adicionando una concentración conocida de la solución de adición al sustrato y llevándola a través de todo el proceso analítico.

10. INTERFERENCIAS

10.1 Los disolventes, reactivos y cristalería pueden afectar los resultados.

10.2 Todo el material utilizado en el análisis debe estar libre de interferencias, corroborar la ausencia de éstas analizando blancos de reactivos con cada lote analítico. Debe evitarse el uso de tubería o aparatos de medición de plástico.

10.3 La presencia de sustancias no aceitosas extraíbles, como compuestos de azufre, tintes orgánicos y clorofila, pueden dar desviaciones positivas. Para propósitos de este método, todos los materiales extraídos y retenidos durante este procedimiento antes de la limpieza con sílica gel son definidos como MEH.

10.4 Los finos de sulfato de sodio y sílica gel pueden elevar los resultados del MEH y HFP.

11 PROCEDIMIENTO

Nota: Un incremento gradual en el peso puede deberse a la absorción de humedad ambiental y oxígeno. Los residuos extraídos deben mantenerse en un desecador durante el enfriamiento y previo a la pesada y deben pesarse tan pronto como sea posible una vez que estén fríos.

El número de ciclos y tiempo de extracción en el equipo Soxhlet y condiciones de sonicación deben ser consistentes para generar resultados confiables.

11.1 La determinación del peso seco de la muestra se deberá realizar de acuerdo al anexo AS-05 Contenido de humedad del suelo de la NOM-021-SEMARNAT-2000.

11.2 Para el análisis es necesario que la muestra esté homogeneizada para evitar sesgo en la selección de la submuestra que va a ser destinada para las determinaciones analíticas.

11.3 Decantar y descartar cualquier sobrenadante de agua en la muestra de suelo.

11.4 Pesar 10 g de la muestra y mezclar perfectamente con 10 g de sulfato de sodio anhidro hasta que no presente grumos (polvo fino), si es necesario, adicionar más sulfato de sodio hasta obtener la consistencia especificada.

11.5 Transferir la muestra homogeneizada a un dedal o cono de papel filtro de extracción y cubrir con lana de vidrio o a un tubo o recipiente para la extracción por sonicación. El dedal debe drenar libremente durante el periodo de extracción.

11.6 Determinación de MEH

11.6.1 Colocar el aparato soxhlet que contiene el dedal o papel filtro de extracción con la muestra y un matraz de 125 mL previamente tarado, con 90 mL de n-Hexano, ajustar el control de temperatura para que el calentamiento de la mantilla proporcione 20 ciclos/h, extraer por un periodo de 4 h.

11.6.2 Para la extracción en equipo ultrasónico, emplear 10 g de muestra adicionando 30 mL de n-Hexano, sonicando, asegurando que el brazo del sonicador esté al menos 1,5 cm debajo de la superficie del disolvente sonicar en 100% de potencia y 50% en pulso durante 3 minutos, separar el extracto mediante centrifugación o filtración, repitiendo la extracción 2 veces más.

11.6.3 Tarar un matraz bola limpio conteniendo 3-5 perlas de ebullición como sigue:

11.6.3.1 Colocar el matraz que contiene las perlas en una estufa a una temperatura de 125 °C por un mínimo de dos horas para secar el matraz y las perlas.

11.6.3.2 Sacar de la estufa y colocar en un desecador para enfriar a temperatura ambiente.

11.6.3.3 Cuando se enfríe, sacar del desecador con pinzas y pesar de inmediato en una balanza calibrada. Repetir el ciclo de calentamiento/enfriamiento/pesado hasta obtener el peso constante.

11.6.4 Al finalizar el período de extracción soxhlet, si existen partículas en el extracto, filtrar a través de papel filtro libre de grasa, en el matraz bola tarado. Utilizar guantes o pinzas para evitar poner grasa en el matraz.

Para el extracto de sonicación filtrar a través de papel filtro libre de grasa, en el matraz bola tarado. Utilizar guantes o pinzas para evitar poner grasa en el matraz.

11.6.5 Enjuagar el matraz o el tubo y el papel filtro con n-Hexano y adicionar al matraz bola de 250 mL.

11.6.6 Conectar el matraz tarado al aparato de destilación y destilar el disolvente, ajustar la temperatura a menos de 75°C para completar ésta en menos de 30 minutos. Recolectar el disolvente para su re uso o disposición adecuada.

11.6.7 Cuando termina la destilación, quitar inmediatamente el matraz de la fuente de calor y secar la superficie exterior para quitar la humedad y grasa.

11.6.8 Colocar el matraz que contiene el MEH en una estufa a 125°C durante 1 hora, enfriar el matraz en desecador por 30 min y llevar hasta peso constante.

11.6.9 Calcular el MEH como se indica en el punto 12.1.

11.7 Determinación de Hidrocarburos Fracción Pesada (HFP).

Nota: Debido a que la capacidad de la sílica gel no se conoce para todas las sustancias, se asume que 3 g normalmente adsorberán 100 mg de todos los

materiales. Por lo que todas las muestras que contienen hasta 1000 mg de MEH en la alícuota analizada, necesitarán un máximo de 30 g de sílica gel. La cantidad que puede ser utilizada para la adsorción en el procedimiento de SGT-MEH se limita a 30 g debido a posibles impurezas extraíbles en la sílica. Si la cantidad de MEH en la muestra es mayor a 1000 mg, diluir el extracto conforme a los numerales 11.7.1 al 11.7.4 de la presente norma.

11.7.1 Adicionar 85-90 mL de n-Hexano al matraz de ebullición para redissolver el MEH. Si es necesario, calentar la solución para redissolver completamente el MEH.

11.7.2 Transferir cuantitativamente el extracto a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir al aforo con n-Hexano.

11.7.3 Calcular el volumen de extracto que contenga un máximo de 1000 mg de material extraíble de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$V_a = \frac{1000V_t}{W_h}$$

Donde:

V_a = Volumen máximo de la alícuota a tomar (mL)

V_t = Volumen total de disolvente utilizado en sección 11.7.2 (mL)

W_h = Peso del material extraíble MEH (mg)

11.7.4 Utilizar una pipeta volumétrica, tomar el volumen adecuado que deberá ser menor o igual al calculado (V_a) y adicionar al matraz de ebullición. Diluir a 100 mL aproximadamente con n-Hexano.

11.7.5 Adicionar 85-90 mL de n-Hexano al matraz de ebullición para redissolver el MEH. Si es necesario, calentar la solución para redissolver completamente el MEH. Si se requirió dilución usar el volumen determinado.

11.7.6 Adicionar $3,0 \pm 0,3$ g de sílica gel anhidra al matraz de ebullición por cada 100 mg de MEH (calculado con la ecuación 2) o fracción hasta un máximo de 30 g de sílica gel. Por ejemplo, si el peso de MEH es 735 mg, adicionar $3 \times 8 = 24$ g de sílica gel.

11.7.7 Adicionar una barra de agitación al matraz y agitar la solución en un agitador magnético por 5 min.

11.7.8 Filtrar la solución a través de un papel filtro humedecido con n-Hexano en un matraz de ebullición previamente tarado y que contiene perlas de ebullición. Enjuagar la sílica gel y el

papel filtro con pequeñas porciones de n-Hexano y transferir los enjuagues al matraz.

11.7.9 Conectar el matraz de ebullición al aparato de destilación y destilar el disolvente, ajustar la temperatura a 75°C aproximadamente para completar ésta en menos de 30 minutos a fin de evitar proyecciones y pérdidas de muestra. Recolectar el disolvente para su reuso o disposición adecuada.

11.7.10 Cuando termina la destilación, quitar inmediatamente el matraz de la fuente de calor y secar la superficie exterior para quitar la humedad y grasa.

Nota: Para quitar el vapor remanente de disolvente se puede insertar un tubo de vidrio conectado a una fuente de vacío durante 15 segundos.

11.7.11 Colocar el matraz de ebullición en una estufa a 125°C durante 45 min, enfriar en desecador por 30 minutos y pesar inmediatamente.

11.7.12 Repetir el ciclo de secado, enfriamiento y pesado hasta peso constante.

12 CÁLCULOS

12.1 Material extraíble con n-Hexano (MEH):

12.1.1 Calcular la concentración de MEH en la muestra con la siguiente ecuación (1):

$$\text{MEH (mg/kg en base húmeda)} = \frac{W_h \times 1000 \times 1000}{W_s}$$

Donde:

W_h = Peso MEH seco ($W_2 - W_1$)

W_1 = Peso del matraz tarado

W_2 = Peso del matraz con MEH seco en g

W_s = Peso de muestra (suelo) húmeda en g

12.1.2 Calcular la masa de MEH en la submuestra analizada con la siguiente ecuación (2):

$$\text{MEH (mg)} = W_h \times 1000$$

Donde:

W_h = Peso MEH seco ($W_2 - W_1$)

W_1 = Peso del matraz tarado

W_2 = Peso del matraz con MEH seco en g

12.2 Hidrocarburos Fracción Pesada HFP (material extraíble con n-Hexano y tratado con sílica gel)

12.2.1 Calcular la concentración de HFP en la muestra con la siguiente ecuación (3):

$$\text{SGT-HFP (mg/kg en base húmeda)} = \frac{(W_2 - W_1) \times 1000 \times 1000 \times *fd}{W_s}$$

Donde:

W_1 = Peso del matraz a peso constante en g

W_2 = Peso del matraz con HFP en g

W_s = Peso de muestra (suelo) húmeda en g

*fd = Factor de dilución si aplica

12.3 Para reportar el resultado en base seca, se utilizará la siguiente fórmula:

$$\text{HFP (mg/kg en base seca)} = \frac{\text{HFP (base húmeda)} \times 100}{100 - \% \text{ humedad de la muestra}}$$

12.4 Reporte

12.4.1 Se deberá reportar la concentración de HFP en mg/kg base seca.

13 DESEMPEÑO DEL MÉTODO

13.1 De los resultados obtenidos de una prueba de desempeño realizado por un total de 22 laboratorios se obtuvo una desviación estándar relativa del 8,9 %. Los resultados de la prueba de desempeño se presentan en el Anexo 1.

14 MANEJO DE RESIDUOS

Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente con las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

14.1 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su Programa de Control de Calidad, el destino final de los residuos generados durante la determinación.

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

15 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el *Diario Oficial de la Federación*, el 27 de noviembre de 2002.
- NMX-Z-013/1-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas, publicada en el *Diario Oficial de la Federación*, el 31 de octubre de 1977.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS O 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.

México, D.F. a,

**Miguel Aguilar Romo
Director General de Normas**

ANEXO 1

En este anexo se muestran los resultados obtenidos por los laboratorios que realizaron la prueba de desempeño del método analítico de la presente Norma Mexicana. Para la realización de la prueba, el Instituto de Química de la UNAM preparó la muestra homogenizada, la cual se realizó conforme al Protocolo que acordó el propio Grupo de Trabajo para la elaboración de la norma.

Protocolo:

- 1 Desecar 3 kg de arena a 125°C por 6 h, removiendo cada 30 minutos.
- 2 Colocar la arena en matraz de rotavapor de 5 L.
- 3 Disolver la cantidad de aceite mineral (entre 6000 y 30 000 mg/L) en 1 L de hexano (grado HPLC).
- 4 Agregar a los 3 kg de arena 300 ml de hexano (grado HPLC) y homogeneizar perfectamente en el rotavapor a baja velocidad por mínimo 30 minutos.
- 5 Agregar el litro de disolución de aceite mineral (punto 3) y homogeneizar perfectamente en el rotavapor a baja velocidad por mínimo 30 minutos.
- 6 Evaporar al vacío lentamente a la temperatura adecuada que no rebase los 60°C hasta sequedad total.
- 7 Transferir la arena (punto 6) a una charola y secarla a 125°C por 2 horas.
- 8 Envasar aproximadamente 100 g en frascos de vidrio de preferencia ambar boca ancha con tapa rosca de polipropileno.

Para la realización de la prueba, la Coordinación del Grupo de Trabajo para la elaboración de la norma, convocó a 33 laboratorios, de los cuales 24 aceptaron realizar la prueba y 21 entregaron oportunamente los resultados que se muestran en la Tabla 1.

Con los datos obtenidos de los resultados se elaboró el aparatado “13 Desempeño del Método”

Tabla 1. Concentrado de resultados de la prueba de desempeño del Anteproyecto de Norma Mexicana “Suelos. Hidrocarburos Fracción Pesada por Extracción y Gravimetría”.

Clave de Registro	Resultados Concentración mg/kg			Método de extracción utilizado	Tiempo de extracción	Temperatura de secado
CLAVE-PDHFP-001						

	4358	promedio	4351	Soxhlet	4 horas	105°C
	4340	Desv. Estándar	8			
	4355					
CLAVE-PDHFP-002						
	6458	promedio	6497	Soxhlet	4 horas	105°C
	6746	Desv. Estándar	189			
	6289					
CLAVE-PDHFP-003						
	4261	promedio	3945	Soxhlet	4 horas	125°C
	3491	Desv. Estándar	329			
	4082					
CLAVE-PDHFP-004						
	3204	promedio	3166	Ultrasonido	3 min.a 50%Amplitud	125°C
	3070	Desv. Estándar	68			
	3224					
CLAVE-PDHFP-005						
	3468	promedio	3719	Soxhlet	4 horas	125°C
	3839	Desv. Estándar	177			
	3849					
	3862	promedio	3748	Soxhlet	2 horas	70°C
	3248	Desv. Estándar	370			
	4133					
CLAVE-PDHFP-006						
	2120	promedio	2173	Ultrasonido	10 minutos	25°C
	2100	Desv. Estándar	90			
	2300					
CLAVE-PDHFP-007						
	3913	promedio	3860	Ultrasonido	Tres extracciones de 15 minutos	125°C
	3804	Desv. Estándar	45			
	3864					
CLAVE-PDHFP-008						
	2440	promedio	2435	Ultrasonido	3 minutos	125°C
	2430	Desv. Estándar	4			
	2435					
CLAVE-PDHFP-009						
	3410	promedio	3575	Ultrasonido	1 hora	125°C
	3570	Desv. Estándar	137			

	3744					
CLAVE-PDHFP-010						
	3299	promedio	3162	Ultrasonido	3 minutos por extracción (realizandose 3 extracciones).	105°C
	3016	Desv. Estándar	116			
	3172					
CLAVE-PDHFP-011						
	4345	promedio	4346	Soxhlet	4 horas	105°C
	4340	Desv. Estándar	6			
	4354					
CLAVE-PDHFP-012						
	3856	promedio	3741	Soxhlet	4 horas	125°C
	3796	Desv. Estándar	123			
	3570					
CLAVE-PDHFP-013						
	3921	promedio	4009	Soxhlet	4 horas	125°C
	3948	Desv. Estándar	105			
	4157					
CLAVE-PDHFP-014						
	3823	promedio	3804	Ultrasonido	5 minutos	105°C
	3858	Desv. Estándar	54			
	3729					
CLAVE-PDHFP-015						
	3893	promedio	3919	Soxhlet	4 horas	105°C
	3863	Desv. Estándar	60			
	4002					
mg de MEH						
42.8	4280	promedio	4273			
42.6	4260	Desv. Estándar	9			
42.8	4280					
CLAVE-PDHFP-016						
	3785	promedio	3805	Soxhlet	4 horas	105°C
	3885	Desv. Estándar	59			
	3745					
CLAVE-PDHFP-017	No entregaron resultados					
		promedio				
		Desv. Estándar				

CLAVE-PDHFP-018	No entregaron resultados					
		promedio				
		Desv. Estándar				
CLAVE-PDHFP-019	No entregaron resultados					
		promedio				
		Desv. Estándar				
CLAVE-PDHFP-020						
	4239	promedio	4226	Soxhlet	4 horas	125°C
	4195	Desv. Estándar	22			
	4245					
CLAVE-PDHFP-021						
	3743	promedio	3602	Soxhlet	4 horas	105°C
	3492	Desv. Estándar	104			
	3573					
mg de MEH						
44.3	4430	promedio	4423			
43.1	4309	Desv. Estándar	90			
45.3	4530					
CLAVE-PDHFP-022						
	3866	promedio	3774	Soxhlet	4 horas	125°C
	3749	Desv. Estándar	67			
	3708					
CLAVE-PDHFP-023						
	3729	promedio	3729	Soxhlet	4 horas	125°C
	3656	Desv. Estándar	60			
	3802					
CLAVE-PDHFP-024						
	4247	promedio	4247	Soxhlet	4 horas	125°C
	4246	Desv. Estándar	1			
	4247					