

DECLARATORIA DE VIGENCIA DE LAS NORMAS MEXICANAS:

NMX-AA-001-SCFI-2008, RESIDUOS LIQUIDOS Y/O SOLUCIONES ACUOSAS-CORROSIVIDAD AL ACERO AL CARBON;
NMX-AA-020-SCFI-2008, RESIDUOS.- DETERMINACION DE COMPUESTOS ORGANICOS SEMIVOLATILES EN PRODUCTO DE EXTRACCION DE CONSTITUYENTES TOXICOS (PECT) Y
NMX-AA-139-SCFI-2008, RESIDUOS.- PRUEBA DE EXTRACCION PARA COMPUESTOS TOXICOS (PECT).

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.- Subsecretaría de Normatividad, Inversión Extranjera y Prácticas Comerciales Internacionales.- Dirección General de Normas.- Dirección de Normalización.

La Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones XIII y XXXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 51-A, 51-B, 54 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 46, 47 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y 19 fracciones I y XV del Reglamento Interior de esta Secretaría y habiéndose satisfecho el procedimiento previsto por la ley de la materia para estos efectos, expide la declaratoria de vigencia de las normas mexicanas que se enlistan a continuación, mismas que han sido elaboradas y aprobadas por el "Comité Técnico de Normalización Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales". El texto completo de las normas que se indican pueden ser consultados gratuitamente en la biblioteca de la Dirección General de Normas de esta Secretaría, ubicada en Puente de Tecamachalco número 6, Lomas de Tecamachalco, Sección Fuentes, Naucalpan de Juárez, código postal 53950, Estado de México o en el Catálogo Mexicano de Normas que se encuentra en la página de Internet de la Dirección General de Normas cuya dirección es <http://www.economia-nmx.gob.mx>.

Las presentes normas entrarán en vigor 60 días naturales después de la publicación de esta Declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-001-SCFI-2008	RESIDUOS LIQUIDOS Y/O SOLUCIONES ACUOSAS-CORROSIVIDAD AL ACERO AL CARBON.
Campo de aplicación	
Esta Norma Mexicana describe el método para determinar la corrosividad al acero al carbón (SAE 1020), y se aplica en residuos líquidos y/o soluciones acuosas.	
Concordancia con normas internacionales	
La presente Norma Mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.	
CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-020-SCFI-2008	RESIDUOS.- DETERMINACION DE COMPUESTOS ORGANICOS SEMIVOLATILES EN PRODUCTO DE EXTRACCION DE CONSTITUYENTES TOXICOS (PECT).
Campo de aplicación	
Esta Norma Mexicana establece el método de análisis por cromatografía de gases para medir compuestos orgánicos semivolátiles. Este método aplica para la identificación y cuantificación de compuestos orgánicos semivolátiles por la técnica de cromatografía de gases. Los compuestos que se analizan por este método tienen un punto de ebullición mayor a 200°C, son solubles en disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición y no requieren derivatización para volatilizarse. La matriz en la que aplica este método es en el producto de extracción para constituyentes tóxicos (PECT). Este método no aplica para la medición de los compuestos 2,4D y silvex.	
Concordancia con normas internacionales	
La presente Norma Mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.	
CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-139-SCFI-2008	RESIDUOS.- PRUEBA DE EXTRACCION PARA COMPUESTOS TOXICOS (PECT).
Campo de aplicación	
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. 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.	
Concordancia con normas internacionales	
La presente Norma Mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional, por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.	

MX-AA-139-SCFI-2008

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

**WASTE.- EXTRACTION TEST FOR TOXIC
COMPOUNDS (PECT)**

PREFACIO

En la elaboración de este Proyecto de Norma Mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALS-INDEQUIM S.A. DE C.V.
- BUFETE QUÍMICO, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C. LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICOS
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CONCENTRADOS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL S.A. DE C.V.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES S.A. DE C.V.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA DGCENICA
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DEL GRUPO MICROANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO QUÍMICO, INDUSTRIAL Y AGRÍCOLA S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SAS
- LABORATORIOS ABC, QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS Y SUMINISTROS INDUSTRIALES, QUANTUM S.A. DE C.V.
- MICROECOL, S.A. DE C.V.
- ON-SITE ANALÍTICA DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- RESIDUOS INDUSTRIALES MULTIQUM, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
- LABORATORIO CENTRAL DE CALIDAD DE AGUAS

INDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	2
2	Resumen	2
3	Referencias	3
4	Definiciones	3
5	Interferencias	4
6	Seguridad	4
7	Equipo y materiales	5
8	Reactivos	7
9	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	7
10	Control de calidad	9
11	Calibración	9
12	Procedimiento	9
13	Cálculos	18
14	Desempeño del método	18
15	Manejo de residuos	18
16	Bibliografía	19
17	Concordancia con normas internacionales	19
18	Vigencia	19

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

WASTE.- EXTRACTION TEST FOR TOXIC COMPOUNDS (PECT)

0 INTRODUCCIÓN

La Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR) que define a residuos peligrosos como: aquellos que posean alguna de las características de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad, o que contengan agentes infecciosos que les confieran peligrosidad, así como envases, recipientes, embalajes y suelos que hayan sido contaminados cuando se transfieran a otro sitio, de conformidad con lo que se establece en la Ley.

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 NOM-052-SEMARNAT-2005.

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 (EVMC)

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; si 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 medición de compuestos volátiles es necesario un equipo especial para la extracción (equipo volumen muerto cero EVMC), el producto de la extracción es separado de la fase sólida por filtración.

3 REFERENCIAS

La presente norma mexicana se complementa con la siguiente norma oficial mexicana vigente:

NOM-052-SEMARNAT-2005	Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 23 de junio de 2006.
-----------------------	---

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 medir la cantidad de muestra a filtrar en la prueba de extracción.

4.3 Reactivo de extracción.- Disolución 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 de 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.- Proceso de pesaje continuo, en el que 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 evaluado 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 $100 \pm 20^\circ\text{C}$

7.1.5 Parrilla de calentamiento y 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 (EVMC).- 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 EVMC.- 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 analizan compuestos 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 el análisis 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 medición de metales enjuagar los filtros con una disolución 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 EVMC.- 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

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 1,0 L 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 1,0 L 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, adicionar 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 disoluciones se encuentran impurezas o cambia el pH, descartar la disolución.

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.

Analitos	<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 o 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
Metales excepto mercurio	180	NA	180	360

NA significa no aplica

9.3 Cantidad mínima de muestra: Para residuos sólidos 1 kg, en el caso de residuos líquidos 2,0 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 midan compuestos volátiles. Acidificar los extractos o porciones de éstos en

que se analicen metales, con una disolución 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 disoluciones patrón de pH.

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

11 CALIBRACIÓN

Esta sección 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) medir 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) evaluar 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 atravesase 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 Calcular 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 Calcular 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 medir (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 < a 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 Sí el pH de la sección 12.3.2 es > a 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°C). Medir el pH, sí este es < de 5,0 usar el reactivo de extracción I, sí el pH es ≥ de 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, sí se analizan metales enjuagar el filtro con una disolución 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 seleccionar 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 Calcular la cantidad de reactivo de extracción a utilizar de acuerdo a la siguiente ecuación:

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

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 analizan metales, enjuagar el o los filtros antes de usarlos con una disolución 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 medir 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 el análisis de metales, preservar el extracto con disolución 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. Sí se analizan 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, medir 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 análisis de compuestos no volátiles (p.e. metales, plaguicidas, etcétera). 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:

$$\text{Peso del residuo a colocar en el EVMC} = \frac{25 \times 100}{\text{Por ciento de sólidos}}$$

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 Sí una cantidad $> 1\%$ del residuo queda adherido en las paredes del recipiente que se utilizó para transferir el residuo al EVMC, calcular 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 ha 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. Calcular el peso de reactivo de extracción no. I, para adicionar al EVMC, de acuerdo a la siguiente ecuación:

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

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 una nueva porción de 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-2005, para concluir si 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-SCFI-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 Mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la federación el 31 de octubre de 1977.

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 INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir alguna al momento de su elaboración.

18 VIGENCIA

Esta norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

MÉXICO, D. F. A
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

FRANCISCO RAMOS GÓMEZ