SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES

PROYECTO de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-143-SEMARNAT-2003, Que establece las especificaciones ambientales para el manejo de agua congénita asociada a hidrocarburos.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

JUAN RAFAEL ELVIRA QUESADA, Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental, y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, con fundamento en el artículo 32 bis fracciones I y IV de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 5 fracciones V y XIII, 36, 37 Bis, 108, 109, 117 fracciones II y III, 118 fracción II, 119, 120 fracción IV, 121, 130 y 161, de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 4 y 86 fracción III de la Ley de Aguas Nacionales; 38 fracción II, 40 fracción X, 46 y 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 34 y 137 del Reglamento de la Ley de Aguas Nacionales; 1, 4 y 8 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales; he tenido a bien expedir, para consulta pública, el siguiente Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-143-SEMARNAT-2003, Que establece las especificaciones ambientales para el manejo de agua congénita asociada a hidrocarburos.

El presente Proyecto de Norma Oficial Mexicana fue aprobado por el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, en sesión celebrada el 21 de mayo de 2003, y se publica, para consulta pública de conformidad con el artículo 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, a efecto de que los interesados, dentro de los 60 días naturales contados a partir de la fecha de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**, presenten sus comentarios ante el citado Comité, sito en bulevar Adolfo Ruiz Cortines número 4209, quinto piso, fraccionamiento Jardines en la Montaña, delegación Tlalpan, código postal 14210, Distrito Federal, o en los correos electrónicos: aescamilla@semarnat.gob.mx, oraiza@semarnat.gob.mx, jnavarro@semarnat.gob.mx

Durante el plazo mencionado, la Manifestación de Impacto Regulatorio a que se refiere el artículo 45 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, estará a disposición del público para su consulta en el domicilio del Comité antes señalado.

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma Oficial Mexicana participaron:

- SECRETARIA DE AGRICULTURA, GANADERIA, PESCA Y ALIMENTACION
- SECRETARIA DE COMUNICACIONES Y TRANSPORTES
- SECRETARIA DE ENERGIA
- SECRETARIA DE MARINA
- SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
  - Dirección General de Energía y Actividades Extractivas
  - Dirección General de Gestión Integral de Materiales y Actividades Riesgosas
  - Dirección General de Impacto y Riesgo Ambiental
  - Dirección General del Sector Primario y Recursos Naturales Renovables
  - Coordinación de Asesores del C. Secretario
- COMISION NACIONAL DEL AGUA
- PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE
- INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL
- PETROLEOS MEXICANOS
  - Dirección Corporativa de Seguridad Industrial y Protección Ambiental
  - Pemex Exploración y Producción
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO

- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- ASOCIACION DE INGENIEROS PETROLEROS DE MEXICO

INDICE

0. Introducción
1. Objetivo
2. Campo de aplicación
3. Referencias
4. Definiciones
5. Especificaciones
6. Evaluación de la conformidad
7. Grado de concordancia con normas internacionales
8. Bibliografía
9. Observancia de esta Norma
  - Anexo 1
  - Anexo 2

0. Introducción

El agua congénita o de formación, es agua salada que se encuentra dentro de la roca, asociada a la presencia de hidrocarburos. Contiene sales disueltas, como cloruros de calcio y sodio, carbonatos de sodio, cloruros de potasio, sulfatos de calcio o de bario, entre otros; puede incluso contener algunos metales. La concentración de estos componentes puede ocasionar impactos negativos al medio ambiente cuando su manejo y disposición no son adecuados.

Los riesgos ambientales que se presentan en el manejo y disposición del agua congénita son: la eventual contaminación de acuíferos en el proceso de inyección a formaciones receptoras, la contaminación de aguas nacionales si no se cuenta con parámetros de limpieza, y la contaminación del suelo cuando se producen derrames accidentales en su transporte.

La tendencia mundial coincide en que las opciones óptimas para la disposición del agua congénita asociada a la producción de hidrocarburos es su inyección en formaciones receptoras subterráneas, o su disposición en el mar.

En México, durante 2002, en la explotación de petróleo crudo y gas natural, se produjeron 12.09 millones de metros cúbicos de agua congénita, de los cuales se reinyectó 86.4% y se dispuso en cuerpos receptores que son aguas nacionales el 14.6% restante.

Lo anterior hace necesaria la elaboración y expedición de una Norma Oficial Mexicana que establezca las especificaciones técnicas ambientales para su adecuado manejo y disposición.

1. Objetivo

Establecer especificaciones en materia ambiental para el manejo e inyección en formaciones receptoras, del agua congénita que se asocia a hidrocarburos y los parámetros para su descarga a cuerpos receptores que sean aguas nacionales.

2. Campo de aplicación

Es de observancia obligatoria para el organismo que maneje agua congénita en todo el territorio nacional y en las zonas marinas mexicanas.

3. Referencias

NOM-001-SEMARNAT-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas residuales en aguas y bienes nacionales.

NOM-004-CNA-1996, Requisitos para la protección de acuíferos durante el mantenimiento y rehabilitación de pozos de extracción de agua y para el cierre de pozos en general.

NOM-115-SEMARNAT-1998, Que establece las especificaciones de protección ambiental que deben observarse en las actividades de perforación de pozos petroleros terrestres para exploración y producción en zonas agrícolas, ganaderas y eriales.

4. Definiciones

Para los efectos de esta Norma Oficial Mexicana se consideran las definiciones contenidas en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Ley de Aguas Nacionales, la Ley Federal del Mar y las que a continuación se mencionan.

4.1. Agua congénita

Agua asociada al hidrocarburo en el yacimiento y que surge durante la extracción del mismo. Contiene sales y puede tener metales. Se considera un subproducto no aprovechable.

4.2 Condensados

Líquido producido por la condensación del gas natural. Está compuesto por proporciones variables de butano, propano, pentano y fracciones más pesadas, con poco o nada de metano y etano.

4.3 Contenedor

Depósito para el almacenamiento temporal y transporte de agua congénita.

4.4 Contenedor cisterna

Es aquella cisterna de al menos 450 litros de capacidad cuyo depósito esté provisto de todos los elementos estructurales y aditamentos que sean necesarios para el transporte de líquidos peligrosos. El contenedor cisterna debe poder ser transportado por tierra y por mar, y ser cargado y descargado sin necesidad de desmontar sus elementos estructurales exteriores del tanque y poder ser elevado cuando esté lleno.

4.5 Descarga

Acción de verter, infiltrar o depositar agua congénita a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la nación.

4.6 Formación receptora

Estrato o depósito compuesto en su totalidad por roca porosa y permeable del subsuelo localizado por debajo de un acuífero.

4.7 Fractura

Fisura o grieta de la formación, natural o inducida.

4.8 Manejo

Alguna o el conjunto de las actividades siguientes: separación, transporte, almacenamiento, inyección y disposición final de agua congénita.

4.9 Pozo de inyección de agua congénita

Obra de ingeniería construida especialmente para disponer agua congénita en formaciones receptoras.

4.10 Sellar o taponar

Trabajos necesarios para aislar las formaciones perforadas de tal manera que se eviten invasiones de agua congénita o hidrocarburos a acuíferos o a la superficie.

5. Especificaciones

5.1 Manejo del agua congénita

El agua congénita asociada a los hidrocarburos debe ser dispuesta en cuerpos receptores que sean aguas nacionales, zonas marinas mexicanas o en formaciones receptoras en el subsuelo.

En caso de presentarse derrames o infiltraciones al suelo durante el manejo del agua congénita debe atenderse a lo dispuesto en la normatividad vigente en materia de restauración de suelos y saneamiento de acuíferos.

5.1.1 Separación

5.1.1.1 Durante los procesos de separación de hidrocarburos y agua congénita se deben evitar derrames o infiltraciones al suelo.

5.1.2 Almacenamiento temporal

5.1.2.1 Las presas para almacenamiento temporal del agua congénita deben evitar filtraciones al suelo; para ello, deben construirse sobre una capa de arcilla, con un espesor, grado de compactación y humedad del material para obtener un coeficiente de permeabilidad 1×10^{-7} cm/seg, o bien sobre un material sintético equivalente en su permeabilidad.

5.1.2.2 Los contenedores para almacenamiento temporal de agua congénita deben contar con diques para la contención de derrames o fugas, con capacidad igual o superior al volumen del contenedor.

5.1.3 Transporte

5.1.3.1 El transporte de agua congénita que contenga 15% o más condensados se hará en contenedores cisterna.

5.1.3.2 El porcentaje de condensados en el agua congénita se determinará mediante medidores de fases y de volúmenes.

5.1.3.3 Para el transporte de agua congénita en contenedores cisterna se debe llevar una bitácora o registros que permitan dar seguimiento a los volúmenes transferidos entre instalaciones.

5.1.4 Caracterización

5.1.4.1 La caracterización del agua congénita se realizará con los métodos establecidos en el Anexo 1, a efecto de determinar la concentración de hidrocarburos, con los establecidos en el Anexo 2, para la determinación de sólidos y sales disueltas, y con los establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-1996, para caracterizar los contaminantes básicos y metales pesados referenciados en la misma.

5.1.5 Límites permisibles de contaminantes para la descarga del agua congénita.

5.1.5.1 No debe haber presencia de hidrocarburos en el agua congénita a descargar en cuerpos receptores de aguas nacionales.

5.1.5.2 El límite máximo permisible de sólidos disueltos totales (SDT) para la descarga de agua congénita en cuerpos receptores de agua dulce es de 500 mg/l.

5.1.5.3 El límite máximo permisible de sólidos disueltos totales (SDT) para la descarga de agua congénita en aguas costeras es de 32,000 mg/l, y su descarga debe ser a una distancia que sobrepase los 2 km mar adentro. Cuando las concentraciones permitidas de sólidos disueltos totales sobrepasen las del cuerpo al que se descarga, su descarga se tiene que efectuar a través de difusores que permitan la dispersión y asimilación inmediata.

5.1.6 Características de los pozos para inyección de agua congénita.

5.1.6.1 Los pozos petroleros agotados que se utilicen para la inyección de agua congénita deben cumplir con lo especificado en los numerales 5.1.6.2 al 5.1.6.4 de esta Norma Oficial Mexicana.

5.1.6.2 No debe existir comunicación entre los acuíferos y los pozos; para ello, la tubería de revestimiento debe ir cementada desde la superficie del suelo hasta la formación receptora.

5.1.6.3 Se debe contar con equipos que permitan medir la hermeticidad de los pozos mediante el registro diario de la presión y el flujo de inyección. En caso de pérdida de hermeticidad se debe suspender de inmediato la inyección.

5.1.6.4 La formación receptora se debe localizar debajo de un estrato impermeable subyacente al acuífero más profundo, económicamente aprovechable, que atraviese el pozo de inyección.

5.1.7 Especificaciones para la inyección

5.1.7.1 La inyección de agua congénita sólo podrá realizarse toda vez que en su manejo no se incorporen sustancias diferentes a los desincrustantes, inhibidores de corrosión y secuestrante de oxígeno, principalmente. Cuando se le añadan sustancias adicionales al agua congénita a inyectar, ésta debe tratarse para restaurarle sus características previas a la adición de dichas sustancias.

5.1.7.2 La presión de inyección del agua congénita no debe ser mayor a la de diseño.

5.1.8 Especificaciones sobre la separación de agua congénita en el interior del pozo en producción.

5.1.8.1 Cuando el proceso de separación de agua congénita se lleve a cabo en el interior del pozo, se observará lo dispuesto en los numerales 5.1.6.2 al 5.1.6.4.

5.2 Abandono del sitio

5.2.1 Los pozos de inyección de agua congénita que ya no se vayan a utilizar para ese u otro fin, deben taponarse como lo establece la NOM-004-CNA-1996.

5.2.2 El abandono del sitio de los pozos de inyección de agua congénita debe hacerse conforme a la NOM-115-SEMARNAT-1998 o la aplicable para el lugar donde se encuentre el pozo.

5.3 Disposición de sólidos separados del agua congénita

5.3.1 Los sólidos resultantes del tratamiento del agua congénita deben manejarse conforme a la normatividad aplicable.

5.4 Monitoreo

5.4.1 Cuando el agua congénita sea inyectada, se debe contar con bitácoras o registros de presiones y volúmenes inyectados.

5.4.2 Cuando el agua congénita se descargue a aguas nacionales, se deben llevar a cabo monitoreos semestrales de las descargas.

6. Evaluación de la conformidad

La evaluación de la conformidad de la presente Norma Oficial Mexicana se realizará de acuerdo a lo dispuesto por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento, además de lo siguiente:

6.1 El procedimiento de evaluación de la conformidad se llevará a cabo por las Unidades de Verificación (UV's) y los laboratorios acreditados y aprobados, y en ausencia de éstos la evaluación se realizará por parte de las autoridades competentes.

6.2 Se deben conservar los documentos que se enlistan a continuación:

6.2.1 La bitácora o registros de los volúmenes transportados de agua congénita.

6.2.2 Los estudios geológicos y geofísicos que den certidumbre a lo dispuesto en el numeral 5.1.6.4.

6.2.3 Las bitácoras o registros de presiones y volúmenes inyectados.

6.2.4 Los resultados de monitoreos semestrales para verificar que se cumplen los límites establecidos en el 5.1.5.1 a 5.1.5.3.

7. Grado de concordancia con normas internacionales

Esta Norma no coincide con ninguna norma internacional por no existir norma internacional sobre el tema que integre las disposiciones técnicas ambientales que se establecen en la presente.

8. Bibliografía

Ley de Aguas Nacionales. Publicada en el **Diario Oficial de la Federación**, el 1 de diciembre de 1992, con adiciones y reformas.

Ley Federal de Derechos. Publicada en el **Diario Oficial de la Federación**, el 1 de enero de 2002.

Ley Federal del Mar. Publicada en el **Diario Oficial de la Federación**, el 8 de enero de 1986, con adiciones y reformas.

Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente. Publicada en el **Diario Oficial de la Federación**, el 28 de enero de 1988, con adiciones y reformas. Y reformas publicadas en el **Diario Oficial de la Federación** del 31 de diciembre de 2001.

Reglamento para prevenir y controlar la contaminación del mar por vertimiento de desechos y otras materias. Publicado en el **Diario Oficial de la Federación**, el 23 de enero de 1979.

NMX-AA-117-SCFI-2001, Análisis de agua-Determinación de Hidrocarburos Totales de Petróleo (HTP's) en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas-Métodos de prueba.

NMX-Z-013/1-1977, Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Oficiales Mexicanas.

NOM-032-SCT2/1995, Para el transporte terrestre de materiales y residuos peligrosos. Especificaciones y características para la construcción y reconstrucción de contenedores cisterna destinados al transporte multimodal de materiales de las clases 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9.

NOM-057-SEMARNAT-1993, Que establece los requisitos que deben observarse en el diseño, construcción y operación de celdas de un confinamiento controlado para residuos peligrosos.

MARPOL 73/78. Convenio internacional para prevenir la contaminación por los buques, celebrado del 8 de octubre al 2 de noviembre de 1973.

Asociación Internacional de Productores de Petróleo y Gas. Guías de inyección para la disposición de agua congénita. Reporte No. 2.80/302. Enero 2000.

Comisión de ferrocarriles de Texas. Código Administrativo de Texas. Inyección de fluidos en yacimientos productores.

OSPAR. Convención para la protección del medio ambiente marino del Atlántico Noreste. Recomendaciones 2001/1 para el manejo del agua congénita desde instalaciones marítimas. Junio 2001.

Agencia de los Estados Unidos de Protección al Medio Ambiente. Programa de inyección al subsuelo. EUA., Enero de 2001.

9. Observancia de esta Norma

La observancia del cumplimiento de la presente Norma Oficial Mexicana corresponde a la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales por conducto de la Comisión Nacional del Agua, en coordinación con la Secretaría de Marina, en el ámbito de sus respectivas atribuciones, cuyo personal realizará los trabajos de inspección, vigilancia, y, en su caso, de imposición de sanciones en los términos establecidos en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, Ley de Aguas Nacionales, el Reglamento para Prevenir y Controlar la Contaminación del Mar por Vertimiento de Desechos y Otras Materias, y demás disposiciones legales aplicables.

TRANSITORIO

UNICO.- La presente Norma Oficial Mexicana, entrará en vigor 60 días después de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

Provéase la publicación de este Proyecto de Norma Oficial Mexicana en el **Diario Oficial de la Federación**.

México, Distrito Federal, a los trece días del mes de julio de dos mil cuatro.- El Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, **Juan Rafael Elvira Quesada**.- Rúbrica.

ANEXO 1

ANÁLISIS DE AGUA-DETERMINACION DE HIDROCARBUROS TOTALES DEL PETROLEO (HTP's) EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - METODO DE PRUEBA

1. Principio del método

El método se basa en la extracción de los compuestos orgánicos no polares de la muestra, principalmente hidrocarburos de origen del petróleo por su afinidad al tetracloruro de carbono. Los hidrocarburos disueltos en el tetracloruro de carbono se determinan cuantitativamente por comparación de la absorbancia leída a un número de onda de $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$ (correspondiente a la región media infrarroja del espectro electromagnético), con una curva de calibración preparada con tres tipos de hidrocarburos.

2. Equipo y materiales

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método.

2.1 Equipo

2.1.1 Espectrofotómetro de infrarrojo disponible para utilizarse en un intervalo de longitud de onda de $3\ 000\ \text{cm}^{-1}$ a $2\ 700\ \text{cm}^{-1}$.

2.1.2 Parrilla de agitación magnética.

2.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

2.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado o, en su caso, debe estar calibrado.

2.2.1 Par de celdas de cuarzo, con paso óptico de luz de 1 mm, 5 mm, 10 mm, 50 mm y 100 mm.

2.2.2 Embudo de separación de 2 L, con llave de teflón.

2.2.3 Frasco de vidrio de boca ancha de 1 L de capacidad con tapa de teflón.

2.2.4 Papel filtro número 40 o equivalente.

2.2.5 Barras de agitación magnética de teflón.

2.2.6 Probeta de vidrio de 1 L de capacidad graduada.

3. Reactivos y patrones

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se indique otro grado.

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

a) Resistividad: megohm-cm a 25°C: 0,2 min;

b) Conductividad: $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C : 5 máx, y

c) pH: 5,0 a 8,0

3.1 Acido clorhídrico concentrado (HCl)

3.2 Clorobenceno ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$)

3.3 n-hexadecano ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$)

3.4 Isooctano (C_8H_{18})

3.5 Sílica gel, malla 60-200, grado 950, con un contenido de 1% - 2% de agua y densidad 0,5 g/mL: Secar 100 g de sílica gel a una temperatura de 130°C hasta eliminar completamente la humedad; posteriormente, transferir a un desecador y colocar un frasco destapado junto a ella conteniendo 2 g de agua para que la sílica gel adsorba la humedad, tapar el desecador y dejar reposar durante toda la noche.

3.6 Sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4)

3.7 Tetracloruro de carbono grado espectroscópico (CCl_4) libre de interferencias mayores a 0,05 mg/L de HTP's.

Nota.- Debido a que el tetracloruro de carbono es un disolvente que es carcinógeno y ataca la capa de ozono de la estratósfera, se están buscando disolventes alternativos para utilizarse en este método. Cualquier modificación al disolvente debe estudiarse con un análisis comparativo para cada matriz analizada, respecto a la capacidad de extracción de los diferentes disolventes y las sustancias a extraer. Como normalmente se utiliza este método para cuantificar hidrocarburos como gasolina, diesel o petróleo crudo, debe estandarizarse cualquier otro disolvente que se quiera utilizar, con al menos la mezcla de estos tres hidrocarburos.

3.8 Disolución de ácido clorhídrico (1:1). Mezclar volúmenes iguales de ácido clorhídrico concentrado y agua.

3.9 Mezcla Patrón de referencia. Tomar alícuotas de 15 mL de n-hexadecano (ver inciso 3.3), 15 mL de isooctano (ver inciso 3.4) y 10 mL de clorobenceno (ver inciso 3.2) y colocar en un frasco de vidrio de 50 mL con tapa de teflón. Mantener el frasco bien tapado y en refrigeración para evitar la alteración de la mezcla.

3.10 Disolución madre (5 000 mg/L). Tomar una alícuota de 0,5 mL de la mezcla de referencia (ver inciso 3.9). Colocar en un matraz volumétrico de 100 mL previamente tarado, tapar inmediatamente y pesar. Aforar al volumen con tetracloruro de carbono. Calcular la concentración de la disolución por medio de la razón del peso de la mezcla entre el volumen de aforo, la cual debe ser de aproximadamente 5 000 mg/L.

3.11 Disoluciones estándares. Una vez calculada la concentración de la disolución madre (ver inciso 3.10), tomar alícuotas apropiadas de ésta en matraces volumétricos de 100,0 mL de acuerdo a la celda que va a utilizarse y aforar con tetracloruro de carbono. Calcular la concentración de los estándares a partir de la disolución madre (ver inciso 3.10).

4. Recolección, preservación y almacenamiento de muestras

4.1 Debe colectarse un volumen de 2 L de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha con tapa de teflón. Como pueden ocurrir pérdidas de hidrocarburos totales del petróleo por el equipo de muestreo, no se permite la colecta de una muestra compuesta y no deben tomarse alícuotas de la muestra para realizar otro tipo de análisis, porque se ocupa la muestra entera para este análisis.

4.2 Un retraso entre el muestreo y el análisis mayor de 4 h, requiere que el total de la muestra sea preservada por la adición de ácido clorhídrico (1:1) hasta llevar a ésta a un valor de $\text{pH} < 2$. Un retraso mayor de 48 h requiere refrigeración para la preservación de las muestras a 4°C .

4.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

5. Procedimiento

5.1 Medir el volumen total de la muestra en una probeta de 1 L. Si la muestra no fue acidificada en el momento del muestreo, adicionar 5 mL de HCl (1:1) (ver inciso 3.8). Mezclar la muestra, y asegurarse que el $\text{pH} \leq 2$, adicionar más ácido si es necesario.

5.2 Transferir la muestra a un embudo de separación de 2 L.

5.3 Adicionar 30 mL de tetracloruro de carbono (ver inciso 3.7) al frasco que contiene la muestra y girar para enjuagar los lados del mismo. Transferir el disolvente al embudo de separación.

5.4 Extraer por agitación vigorosa durante 5 min. Dejar en reposo para permitir la separación de las fases.

5.5 Filtrar la fase orgánica a través de un embudo de filtración que contenga papel filtro previamente humedecido en tetracloruro de carbono a un matraz volumétrico de 100 mL.

El equilibrio en una emulsión que tarda en separarse, puede romperse agregando alrededor de 1 g de sulfato de sodio anhidro (ver inciso 3.6) en el cono del papel filtro y drenando lentamente la emulsión a través de la sal de sulfato de sodio. Si se requiere, se puede agregar una porción adicional de 1 g del sulfato de sodio anhidro al cono.

5.6 Repetir dos veces más con porciones de 30 mL de disolvente nuevo (ver incisos 5.3 a 5.5), combinando los tres extractos orgánicos dentro del mismo matraz volumétrico.

5.7 Enjuagar el papel filtro, el embudo y el extremo del embudo de separación con un total de 5 mL a 10 mL de tetracloruro de carbono, colectar el disolvente de lavado en el matraz volumétrico del inciso 9.6. Aforar a 100 mL con tetracloruro de carbono.

5.8 Desechar alrededor de 5 mL a 10 mL de disolución del matraz volumétrico (ver inciso 5.7). Adicionar 3 g de sílica gel (ver inciso 3.5) y una barra de agitación, tapar el matraz volumétrico y agitar la disolución por un mínimo de 5 min con ayuda de un agitador magnético.

5.9 Seleccionar los estándares de trabajo y las celdas apropiadas de acuerdo con los intervalos de concentración que se espera de las muestras. No es necesaria la adición de sílica gel a los estándares. Leer la absorbancia directamente de cada disolución estándar en $2\ 930\ \text{cm}^{-1}$. Realizar una curva de calibración de absorbancia vs concentración en mg/L de hidrocarburos totales del petróleo, usando tetracloruro de carbono como referencia.

Tabla 1. Aproximación de intervalos de concentración mg/L de los estándares de trabajo con respecto a la celda óptica utilizada

Paso óptico de luz	Intervalo de concentración
10 mm	60-500 mg/L
50 mm	10-90 mg/L
100 mm	5-40 mg/L

5.10 Después de que la sílica gel se ha asentado en la muestra extraída, filtrar el extracto y llenar una celda con el extracto y leer la absorbancia de la extracción. Si la absorbancia excede los límites máximos de la curva, preparar una dilución apropiada.

Si la capacidad adsorbente de la sílica gel se hubiera excedido, puede probarse en este punto por medio de la adición de otros 3 g de sílica gel al extracto y la repetición del tratamiento y determinación (ver incisos 5.1 a 5.10).

6. Cálculos

6.1 Calcular los hidrocarburos de petróleo en la muestra usando la siguiente fórmula:

$$\text{Ecuación 1: mg/L de hidrocarburos totales del petróleo} = (R \times V \times D) / M$$

donde:

R es la concentración obtenida de la curva de calibración en mg/L;

V es el volumen de tetracloruro de carbono usado para la extracción en mL;

M es el volumen de muestra en mL, y

D es el factor de dilución.

6.2 Reportar todos los valores obtenidos en unidades de mg/L con la precisión correspondiente.

7. Interferencias

7.1 El tetracloruro de carbono disuelve no solamente los HTP's, sino también algunas sustancias como azufre elemental, tintes, polímeros, grasas y aceites de origen animal y vegetal. Por lo que es necesario usar material de vidrio para el muestreo.

7.2 Existen pérdidas de algunos compuestos volátiles.

7.3 Existen pérdidas por la adsorción de la sílica gel de algunos componentes tales como compuestos aromáticos, hidrocarburos clorados, sulfurados y/o nitrogenados.

7.4 Los ácidos grasos y las grasas vegetales y animales interfieren en el análisis, por lo que se tratan de eliminar con la utilización de la sílica gel.

ANEXO 2

ANÁLISIS DE AGUA-DETERMINACION DE SÓLIDOS Y SALES DISUELTAS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-METODO DE PRUEBA

1. Principio del método

El principio de este método se basa en la medición cuantitativa de los sólidos y sales disueltas así como la cantidad de materia orgánica contenidos en aguas naturales y residuales, mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada o no, en su caso, a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de éstos.

2. Equipo y materiales

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método.

2.1 Equipo

2.1.1 Bomba de vacío

2.1.2 Estufa eléctrica, para operar de 103°C a 105°C

2.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

2.1.4 Mufla eléctrica para operar a 500°C ± 50°C

2.2 Materiales

2.2.1 Cápsulas de evaporación adecuadas al volumen de la muestra

2.2.2 Desecador, provisto con un desecante que contenga un indicador colorido de humedad

2.2.3 Crisol Gooch de poro fino con adaptador de hule para el equipo de filtración

2.2.4 Matraz Kitazato de 1 L a 2 L de capacidad

2.2.5 Filtro de fibra de vidrio de tamaño adecuado al crisol Gooch utilizado con una porosidad de 2 µm o menor

2.2.6 Pinzas para crisol

2.2.7 Guantes para protección al calor

2.2.8 Careta para protección al calor

3. Reactivos y patrones

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se indique otro grado.

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad: megohm-cm a 25°C: 0,2 min; b) Conductividad: µS/cm a 25°C: 5,0 Máx.; c) pH: 5,0 a 8,0

3.1 Cloruro de sodio (NaCl)

3.2 Carbonato de calcio (CaCO₃)

3.3 Almidón en polvo

3.4 Disolución estándar para muestras de control. Agregar la cantidad necesaria de almidón, Cloruro de Sodio (ver inciso 3.1) y Carbonato de Calcio (ver inciso 3.2) de acuerdo con la concentración deseada de

sólidos en las muestras de control y diluir a 1 L. Este patrón debe prepararse cada vez que se realice el método.

4. Recolección, preservación y almacenamiento de muestras

4.1 Deben tomarse un mínimo de 500 mL de muestra en envases de polietileno y taparse inmediatamente después de la colecta. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

4.2 No se requiere de ningún tratamiento específico en campo.

4.3 Debe preservarse la muestra a 4°C hasta su análisis.

4.4 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

5. Procedimiento

5.1 Preparación de cápsulas de porcelana

5.1.1 Las cápsulas se introducen a la mufla a una temperatura de 550°C ± 50°C, durante 20 min como mínimo. Después de este tiempo transferirlas a la estufa a 103°C - 105°C aproximadamente 20 min.

5.1.2 Sacar y enfriar a temperatura ambiente dentro de un desecador.

5.1.3 Pesar las cápsulas y registrar los datos.

5.1.4 Repetir el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtendrá hasta que no haya una variación en el peso mayor a 0,5 mg. Registrar como peso G.

5.2 Preparación de crisoles Gooch

5.2.1 Introducir el filtro de fibra de vidrio en el crisol con la cara rugosa hacia arriba, mojar el filtro con agua para asegurar que se adhiera al fondo del crisol.

5.2.2 Los crisoles se introducen a la mufla a una temperatura de 550°C ± 50°C, durante 20 min como mínimo. Después de este tiempo transferirlos a la estufa a 103°C - 105°C aproximadamente 20 min.

5.2.3 Sacar y enfriar a temperatura ambiente dentro de un desecador.

5.2.4 Pesar los crisoles y repetir el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtiene hasta que no haya una variación en el peso mayor a 0,5 mg. Registrar como G3.

5.3 Preparación de la muestra

5.3.1 Sacar las muestras del sistema de refrigeración y permitir que alcancen la temperatura ambiente. Agitar las muestras para asegurar la homogeneización de la muestra.

5.4 Medición para sólidos totales (ST) y sólidos totales volátiles (SVT)

- Determinación para sólidos totales (ST):

5.4.1 En función de la cantidad de sólidos probables tomar una cantidad de muestra que contenga como mínimo 25 mg/L de sólidos totales, generalmente 100 mL de muestra es un volumen adecuado.

5.4.2 Transferir la muestra a la cápsula de porcelana que previamente ha sido puesta a peso constante (ver inciso 5.1.4).

5.4.3 Llevar a sequedad la muestra en la estufa a 103°C-105°C.

5.4.4 Enfriar en desecador hasta temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso G1.

- Determinación para sólidos totales volátiles (SVT):

5.4.5 Introducir la cápsula conteniendo el residuo (ver inciso 5.4.4) a la mufla a 550°C ± 50°C durante 15 min a 20 min, transferir la cápsula a la estufa a 103°C - 105°C aproximadamente 20 min, sacar la cápsula, enfriar a temperatura ambiente en desecador y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso G2.

5.4.6 Cuando se determinen muestras por duplicado o triplicado, los resultados como máximo pueden tener una variación del 5 por ciento del promedio de los resultados.

5.5 Sólidos suspendidos totales (SST) y sólidos suspendidos totales (SST)

- Determinación de los sólidos suspendidos totales (SST):

5.5.1 Medir con una probeta, un volumen adecuado de la cantidad seleccionada de muestra previamente homogeneizada la cual depende de la concentración esperada de sólidos suspendidos.

5.5.2 Filtrar la muestra a través del crisol Gooch preparado anteriormente aplicando vacío (ver inciso 5.2), lavar el disco tres veces con 10 mL de agua, dejando que el agua drene totalmente en cada lavado.

5.5.3 Suspender el vacío y secar el crisol en la estufa a una temperatura de 103°C a 105°C durante 1 h aproximadamente. Sacar el crisol, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante registrar como peso G4.

- Determinación de sólidos suspendidos totales (SST):

5.5.4 Introducir el crisol que contiene el residuo (ver inciso 5.5.3) y el disco a la mufla, a una temperatura de 550°C± 50°C durante 15 min a 20 min. Sacar el crisol, de la mufla e introducirlo a la estufa a una temperatura de 103°C - 105°C durante 20 min aproximadamente. Sacar y enfriar a temperatura ambiente en desecador y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar como peso G5.

5.6 Sales disueltas totales (SDT)

5.6.1 La determinación de las sales disueltas totales es por diferencia entre los sólidos totales menos sólidos suspendidos totales.

6. Cálculos

6.1 Calcular el contenido de sólidos totales de las muestras como sigue:

$$ST = (G1 - G) * 1\ 000 / V$$

donde:

ST son los sólidos totales, en mg/L;

G1 es el peso de la cápsula con el residuo, después de la evaporación, en mg;

G es el peso de la cápsula vacía, en mg a peso constante, y

V es el volumen de muestra, en mL.

6.2 Calcular el contenido de sólidos totales volátiles de las muestras como sigue:

$$SVT = (G1 - G2) * 1\ 000 / V$$

donde:

SVT es la materia orgánica total, en mg/L;

G2 es el peso de la cápsula con el residuo, después de la calcinación, en mg, y

V es el volumen de muestra, en mL.

6.3 Calcular el contenido de sólidos suspendidos totales de las muestras como sigue:

$$SST = (G4 - G3) * 1\ 000 / V$$

donde:

SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;

G3 es el peso del crisol con el disco a peso constante, en mg;

G4 es el peso del crisol con el disco y el residuo seco, en mg, y

V es el volumen de muestra, en mL.

6.4 Calcular el contenido de sólidos suspendidos totales de las muestras como sigue:

$$SST = (G4 - G5) * 1\ 000 / V$$

donde:

SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;

G5 es el peso del crisol con el residuo, después de la calcinación, en mg;

V es el volumen de muestra, en mL.

6.5 Calcular el contenido de sales disueltas totales de las muestras como sigue:

$$\text{SDT} = \text{ST} - \text{SST}$$

donde:

SDT son las sales disueltas totales, en mg/L

ST son los sólidos totales, en mg/L

SST son los sólidos suspendidos totales, en mg/L

6.6 Reportar los valores obtenidos de la muestra control junto con los resultados del análisis.

6.7 Reportar los resultados, en mg/L.

7. Interferencias

7.1 La heterogeneidad de la muestra que contiene una o más de dos fases puede provocar errores durante el muestreo en campo y en la toma de alícuotas de la misma para la determinación de sólidos. Se recomienda homogeneizar la muestra en lo posible antes de tomar la alícuota.

7.2 Si parte de los sólidos de la muestra se adhieren a las paredes de los contenedores, ya sea en el material de muestreo o en los utensilios de trabajo, considerar lo anterior en la evaluación y en el reporte de resultados.

7.3 La temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en el peso de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o el desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo, así como por la oclusión de agua.

7.4 El tipo de filtro, el tamaño del poro, el grosor del filtro, el tamaño de la partícula y la cantidad de material depositado en el filtro son los principales factores que afectan la separación de los sólidos suspendidos y las sales disueltas.

7.5 Los resultados para las muestras con alto contenido de grasas y aceites son cuestionables debido a la dificultad de secado a peso constante en un tiempo razonable.