

# **NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-053-SEMARNAT-1993, QUE ESTABLECE EL PROCEDIMIENTO PARA LLEVAR A CABO LA PRUEBA DE EXTRACCION PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES QUE HACEN A UN RESIDUO PELIGROSO POR SU TOXICIDAD AL AMBIENTE**

**Nota 22 de octubre de 1993:** Esta Norma aboga el Acuerdo por el que se expidió la Norma Técnica Ecológica NTE-CRP-002/88, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 14 de diciembre de 1988.

**Nota 29 de noviembre de 1994:** Por Acuerdo publicado en el D.O.F. de fecha 29 de noviembre de 1994, se Reforma la Nomenclatura de esta Norma, la cual era NOM-CRP-002-ECOL/1993.

**Nota 23 de abril de 2003:** La nomenclatura de la presente Norma se cambió, (antes NOM-053-ECOL/93), según Acuerdo publicado en el D.O.F. el 23 de abril de 2003.

## **CONSIDERANDO**

Que para determinar las técnicas de manejo más apropiadas y la toxicidad al ambiente de un residuo peligroso es necesario establecer los procedimientos para llevar a cabo la prueba de extracción y determinar los constituyentes del mismo.

Que habiéndose cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de proyectos de normas oficiales mexicanas, el C. Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización para la Protección Ambiental ordenó la publicación del proyecto de norma oficial mexicana NOM-PA-CRP-002/93, que establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de julio de 1993, con el objeto de que los interesados presentaran sus comentarios al citado Comité Consultivo.

Que la Comisión Nacional de Normalización determinó en sesión de fecha 1º de julio de 1993, la sustitución de la clave **NOM-PA-CRP-002/93**, con que fue publicado el proyecto de la presente norma oficial mexicana, por la clave **NOM-CRP-002-ECOL/1993**, que en lo subsecuente la identificará.

Que durante el plazo de noventa días naturales contados a partir de la fecha de la publicación de dicho proyecto de norma oficial mexicana, los análisis a que se refiere el artículo 45 del citado ordenamiento jurídico, estuvieron a disposición del público para su consulta.

Que dentro del mismo plazo, los interesados presentaron sus comentarios al proyecto de norma, los cuales fueron analizados en el citado Comité Consultivo Nacional de Normalización, realizándose las modificaciones procedentes. La Secretaría de Desarrollo Social, por conducto del Instituto Nacional de Ecología, publicó las respuestas a los comentarios recibidos en la Gaceta Ecológica, Volumen V, número especial de octubre de 1993.

Que previa aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización para la Protección Ambiental, en sesión de fecha 5 de octubre de 1993, he tenido a bien expedir la siguiente

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-053-ECOL-1993, QUE ESTABLECE EL PROCEDIMIENTO PARA LLEVAR A CABO LA PRUEBA DE EXTRACCION PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES QUE HACEN A UN RESIDUO PELIGROSO POR SU TOXICIDAD AL AMBIENTE.**

## **PREFACIO**

**En la elaboración de esta norma oficial mexicana participaron:**

- **SECRETARIA DE DESARROLLO SOCIAL**
  - . Instituto Nacional de Ecología
  - . Procuraduría Federal de Protección al Ambiente
- **SECRETARIA DE GOBERNACION**
- **SECRETARIA DE ENERGIA, MINAS E INDUSTRIA PARAESTATAL**

- **SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL**
- **SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS**
- **SECRETARIA DE COMUNICACIONES Y TRANSPORTES**
- **SECRETARIA DE SALUD**
  - . Dirección General de Salud Ambiental
- **DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL**
- **GOBIERNO DEL ESTADO DE MEXICO**
  - . Secretaría de Ecología
- **COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD**
- **PETROLEOS MEXICANOS**
  - . Auditoría de Seguridad Industrial, Protección Ambiental y Ahorro de Energía
  - . Gerencia de Protección Ambiental y Ahorro de Energía
  - . Pemex-Gas y Petroquímica Básica
  - . Gerencia de Seguridad Industrial y Protección Ambiental
- **ALTOS HORNOS DE MEXICO, S.A. DE C.V.**
- **ASOCIACION NACIONAL DE FABRICANTES DE PINTURAS Y TINTAS**
- **ASOCIACION MEXICANA DE LA INDUSTRIA AUTOMOTRIZ, A.C.**
- **ASOCIACION NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUIMICA**
- **BECTON DICKINSON DE MEXICO, S.A. DE C.V.**
- **BUFETE QUIMICO, S.A. DE C.V.**
- **CAMARA DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION DE MONTERREY**
- **CAMARA MINERA DE MEXICO**
- **CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA CELULOSA Y DEL PAPEL**
- **CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACION**
- **CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DEL HIERRO Y DEL ACERO**
- **CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA FARMACEUTICA**
- **CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA HULERA**
- **CELANESE MEXICANA, S.A. DE C.V.**
- **CEMENTOS APASCO, S.A. DE C.V.**
- **CHEMICAL WASTE MANAGEMENT DE MEXICO, S.A. DE C.V.**
- **COLEGIO NACIONAL DE INGENIEROS QUIMICOS**
- **COMERCIAL MEXICANA DE PINTURAS**
- **COMPAÑIA HULERA TORNEL, S.A. DE C.V.**
- **CONFEDERACION NACIONAL DE CAMARAS INDUSTRIALES**
- **DISTRIBUIDORA KROMA, S.A. DE C.V.**

- **DUPONT, S.A. DE C.V.**
- **GENERAL MOTORS DE MEXICO, S.A. DE C.V.**
- **GRUPO PRyC ASESORIA INDUSTRIAL, S.C.**
- **INGENIERIA PARA EL CONTROL DE RESIDUOS MUNICIPALES E INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.**
- **INSTITUTO DE PROTECCION AMBIENTAL**
- **INSTITUTO MEXICANO DE FIBRO INDUSTRIAS**
- **INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO**
- **INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL**
- **MAPLE CONSTRUCCIONES Y CONSULTORIAS, S.A. DE C.V.**
- **MATERIALES INOXIDABLES, S.A.**
- **METALOIDES, S.A. DE C.V.**
- **MEXALIT INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.**
- **PROCTER & GAMBLE DE MEXICO, S.A. DE C.V.**
- **PRODUCTOS TEXACO, S.A. DE C.V.**
- **RESIDUOS INDUSTRIALES MULTIQUM, S.A. DE C.V.**
- **SERVICIO DE INGENIERIA Y CONTROL AMBIENTAL, S.A.**
- **TF VICTOR**
- **UNIROYAL, S.A. DE C.V.**
- **UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**
- **UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA**

## **1. OBJETO**

Esta norma oficial mexicana establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

## **2. CAMPO DE APLICACION**

Esta norma oficial mexicana es de observancia obligatoria en la generación y manejo de residuos peligrosos.

## **3. REFERENCIAS**

NOM-052-ECOL Que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligrosos por su toxicidad al ambiente.

## **4. DEFINICIONES**

### **4.1 Agua desionizada o desmineralizada**

El agua que no presenta interferencia en las determinaciones de los constituyentes que se van a analizar.

### **4.2 Porcentaje de sólido**

La fracción de una muestra que se retiene en el filtro al aplicar el procedimiento de filtración

### **4.2 Prueba de extracción (PECT).**

El procedimiento de laboratorio que permite determinar la movilidad de los constituyentes de un residuo, que lo hacen peligroso por su toxicidad al ambiente.

## 5. RESUMEN DEL METODO

5.1 El método PECT se resume en forma simplificada como se muestra en el anexo 1.

5.1.1 Para residuos líquidos (es decir aquellos que contiene menos del 0.5% de material sólido seco) después de la filtración a través de un filtro de fibra de vidrio de 0.6 a 0.8 micrometros (mm), el filtrado se define como el extracto PECT.

5.1.2 Para residuos que contienen 0.5% o más de sólidos, el líquido se separa de la fase sólida y se preserva para su posterior análisis; el tamaño de la partícula de la fase sólida, se reduce en caso de ser necesario. La fase sólida se lleva al proceso de extracción con una cantidad del reactivo de extracción igual a 20 veces el peso de los sólidos. El reactivo de extracción empleado estará en función de la alcalinidad de la fase sólida y del tipo de residuo analizado.

Para extraer compuestos volátiles se requiere el equipo de extracción de volumen muerto cero (VMC) descrito en el numeral 7.2.1 de esta norma. Después de la extracción, el líquido se separa de la fase sólida usando un filtro de fibra de vidrio de 0.6 a 0.8 mm.

5.1.3 Si la fase líquida inicial del residuo y el extracto son compatibles (es decir, al combinarse no forman fases múltiples) se pueden mezclar y analizar juntos. Si son incompatibles, se analizan separadamente y los resultados se combinan matemáticamente para obtener una concentración promedio en volumen.

5.1.4 Si al efectuarse un análisis físico-químico completo del residuo en cuestión no se encuentran en el mismo los constituyentes regulados en la NOM-052-ECOL-1993, o están presentes a bajas concentraciones de modo que no rebasen en los límites máximos permisibles, no es necesario llevar a cabo la prueba de extracción.

## 6. MUESTREO, PRESERVACION Y MANEJO DE MUESTRAS

6.1 Para llevar a cabo las pruebas de extracción de los constituyentes volátiles y no volátiles de un residuo, deberán tomarse previamente las muestras del mismo, de acuerdo con los siguientes requisitos:

6.1.1 Se deben coleccionar en los términos de la norma oficial mexicana aplicable, un mínimo de dos muestras representativas del residuo a analizar; la primera muestra se emplea para las pruebas preliminares, la segunda se emplea para la extracción.

6.1.2 Las muestras y los extractos obtenidos deben ser preparados para el análisis tan pronto como sea posible. Si se requiere preservación, esta debe ser mediante refrigeración a 4°C y por un período máximo de 14 días.

6.1.3 Cuando el residuo va a ser evaluado para compuestos volátiles, se debe tener cuidado para minimizar las pérdidas de éstos. Las muestras deberán ser recolectadas y preservadas de modo que se prevenga la pérdida de compuestos volátiles (por ejemplo tomarse en frascos sellados y preservarse a 4°C).

6.1.4 Los extractos o porción de ellos para la determinación de metales, deben acidificarse con ácido nítrico a un pH menor de 2, si hay precipitación véase el numeral 10.15.1 de esta norma.

6.1.5 En ningún caso se le deben agregar sustancias para preservar la muestra antes de la extracción.

## 7. APARATOS Y MATERIALES

7.1 Aparato de agitación: Debe ser capaz de rotar los recipientes de extracción de arriba para abajo a  $30 \pm 2$  revoluciones por minuto (véase anexo 2).

7.2 Recipientes de extracción

7.2.1 Extracción de compuestos volátiles

7.2.1.1 Se utilizan recipientes de extracción de volumen muerto cero (VMC), únicamente cuando el residuo se analiza para la movilidad de los constituyentes volátiles. Este tipo de recipiente permite la separación inicial líquido-sólido, la extracción y la filtración final sin necesidad de abrirlo (véase anexo 3). Debe tener un volumen interno de 500-600 ml y estar equipado para recibir un filtro de 90-110 mm.

7.2.1.2 Este recipiente debe contar en su interior con un pistón provisto de empaques de VITON (anillos "O" de VITON) que sea capaz de moverse con una presión de  $1.05 \text{ kg/cm}^2$  o menos. Si se requiere más presión para mover el pistón, los anillos "O" deben ser reemplazados.

**7.2.1.3** El VMC debe verificarse después de cada extracción, en busca de fugas. Para ello presurice a  $3.5 \text{ kg/cm}^2$ , mantenga la presión por una hora y compruebe de nuevo la presión; o bien, presurice y sumérjalo en agua y compruebe la presencia de burbujas de aire escapando por cualquiera de las uniones.

#### **7.2.2** Extracción de compuestos no volátiles

**7.2.2.1** Se necesitan frascos con suficiente capacidad para contener la muestra y el reactivo de extracción. No es necesario que estos frascos queden completamente llenos, pueden ser de diferentes materiales, dependiendo de los constituyentes a analizar y de la naturaleza del residuo. Cuando se van a evaluar los constituyentes inorgánicos, los frascos deben ser de vidrio borosilicado. Si son de plástico sólo podrán ser de politetrafluoroetileno (PTFE). Cuando se usa este tipo de frascos, el aparato de filtración descrito se utiliza para la separación inicial líquido-sólido y para la filtración del extracto final.

**7.3** Equipos de filtración: Es recomendable que todas las filtraciones se lleven a cabo en una campana de extracción.

**7.3.1** Equipos de filtración para residuos con constituyentes volátiles: Para filtrar estos residuos se debe usar el recipiente de extracción VMC descrito en el punto 7.2.1 de esta norma. El equipo deberá ser capaz de soportar y mantener en su lugar el filtro de fibra de vidrio y resistir la presión requerida para lograr la separación ( $3.5 \text{ kg/cm}^2$ ).

**7.3.2** Equipo de filtración para residuos con constituyentes no volátiles: Se puede utilizar cualquier porta-filtros capaz de soportar un filtro de fibra de vidrio y la presión requerida para lograr la separación. Estos equipos deben tener un volumen mínimo interno de 300 ml y estar equipados para recibir un tamaño de filtro mínimo de 47 mm (es mejor utilizar porta-filtros con una capacidad interna de 1.5 L equipados para recibir un filtro de 142 mm de diámetro).

**7.3.3** Materiales de construcción: Los recipientes de extracción y equipos de filtración deberán ser de material inerte que no lixivie o absorba los componentes del residuo.

**7.4** Filtros: Los filtros deberán estar hechos de fibra de vidrio borosilicado, sin aglutinantes y tener un tamaño efectivo de poro de 0.6 a 0.8 mm o equivalente. No deben usarse prefiltros. Cuando se evalúe la movilidad de metales, cada uno de los filtros debe someterse a un lavado ácido antes de usarse, enjuagando con ácido nítrico 1N seguido por tres enjuagues consecutivos de un litro de agua grado reactivo.

**7.5** Potenciómetro: El medidor de pH deberá tener una exactitud de  $\pm 0.05$  unidades a  $25^\circ\text{C}$ .

**7.6** Equipos para recolectar los extractos del VMC: Se pueden utilizar bolsas TEDLAR, jeringas herméticas de vidrio, acero inoxidable o PTFE para coleccionar la fase inicial líquida y el extracto final del residuo.

**7.7** Equipos para la transferencia del reactivo de extracción al VMC: Es aceptable cualquier equipo capaz de transferir el reactivo de extracción al VMC sin cambiar la naturaleza del mismo, por ejemplo, una bomba de desplazamiento positivo o peristáltica o una jeringa.

**7.8** Balanza de laboratorio: Se puede utilizar cualquier balanza de laboratorio con una exactitud de  $\pm 0.01$  gramos.

**7.9** Vasos de precipitado o matraces Erlenmeyer de vidrio de 250 a 500 ml.

**7.10** Parrilla de calentamiento.

**7.11** Vidrio de reloj: Del diámetro apropiado para cubrir el vaso de precipitado o el matraz Erlenmeyer.

**7.12** Agitador magnético.

**7.13** Estufa con control de temperatura para trabajar a  $100 \pm 5^\circ\text{C}$ .

**7.14** Desecador.

## **8. REACTIVOS**

**8.1** Agua desionizada o desmineralizada.

**8.1.1** El agua grado reactivo para extracción de volátiles puede generarse pasando agua destilada a través de un filtro que contenga 500 g de carbón activado.

**8.2** Acido clorhídrico HCl (1.0 N).

**8.3** Acido nítrico HNO<sub>3</sub> (1.0 N).

**8.4** Hidróxido de sodio NaOH (1.0 N).

**8.5** Acido acético glacial, CH<sub>3</sub>-COOH, grado reactivo analítico.

**8.6** Reactivos de extracción.

**8.6.1** Reactivo de extracción 1: Añada 5.7 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua desionizada o desmineralizada, añada 64.3 ml de NaOH 1N y afore a un litro. Cuando se prepara en forma correcta, el pH de este reactivo es de  $4.93 \pm 0.05$ .

**8.6.2** Reactivo de Extracción 2: Diluir 5.7 ml de ácido acético glacial con agua desionizada o desmineralizada a un volumen de 1 litro. Cuando se prepara en forma correcta, el pH es de  $2.88 \pm 0.05$ .

Los reactivos de extracción deben ser verificados frecuentemente. El pH debe verificarse antes de usar el reactivo para asegurar que sea el correcto. Si se encuentran impurezas o el pH no está dentro de los límites, se debe desechar el reactivo y preparar uno nuevo.

## **9. EVALUACIONES PRELIMINARES**

Se deben llevar a cabo evaluaciones preliminares de PECT en una alícuota de la muestra del residuo de un mínimo de 100 g. Esta alícuota se emplea únicamente para las evaluaciones preliminares que incluyen:

**9.1.** Determinación del por ciento de sólido.

**9.1.1** Si el residuo no produce líquido cuando esta sujeto a la presión de filtración (es decir, es 100% sólido) proceda según el numeral 9.3.

**9.1.2** Si la muestra es líquida o de varias fases, se requiere la separación sólido-líquido para hacer la determinación preliminar del por ciento de sólidos. Esto involucra el equipo de filtración descrito en el numeral 7.3.2 de esta norma.

**9.1.2.1** Pese el filtro y el recipiente que recibirá el filtrado.

**9.1.2.2** Ensamble el porta-filtros y coloque el filtro en el soporte y asegúrelo.

**9.1.2.3** Pese una parte de la muestra del residuo (100 g mínimo) y registre el peso.

**9.1.2.4** Los residuos que sedimentan lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración. La centrifugación se usará solamente como una ayuda de la filtración. Si se usa primero el líquido debe ser decantado y filtrado, y después filtrar la porción sólida.

**9.1.2.5** Transfiera cuantitativamente la muestra del residuo al equipo de filtración. Vierta la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.

Si más del 1% de la muestra se ha adherido al recipiente usado para transferirla al aparato de filtración, determine el peso de este residuo y réstelo del peso de la muestra determinada en el numeral 9.1.2.3 de esta norma, para conocer el peso efectivo del residuo que se filtró.

Aplique gradualmente vacío o presión de  $0.07 - 0.70 \text{ kg/cm}^2$ , hasta que el aire o el gas de presurización pase a través del filtro. Si este punto no se alcanza a  $0.70 \text{ kg/cm}^2$ ; y si no pasa líquido adicional por el filtro, en un intervalo de 2 min, lentamente incremente la presión en intervalos de  $0.7 \text{ kg/cm}^2$  hasta un máximo de  $3.5 \text{ kg/cm}^2$ .

Cuando el gas de presurización comienza a pasar por el filtro, o cuando cesa el flujo de líquido a  $3.5 \text{ kg/cm}^2$  y en un periodo de 2 min no hay un filtrado adicional, se detiene la filtración.

**9.1.2.6** El material retenido en el filtro se define como la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.

Algunos residuos, como los aceitosos y de pintura, contienen material que tiene la apariencia de líquido. Pero si después de aplicar el vacío o presión en el punto 9.1.2.5 de esta norma, este residuo no pasa a través del filtro, se clasifica como sólido. No reemplace el filtro original con uno nuevo. Use únicamente un filtro.

**9.1.2.7** Determine el peso de la fase líquida, restando el peso del recipiente vacío, del peso total del recipiente con el

filtrado. Determine el peso de la fase sólida de la muestra restando el peso de la fase líquida del peso total de la muestra, según se determinó en los numerales 9.1.2.3 ó 9.1.2.5 de esta norma.

Calcule el porcentaje de sólidos como sigue:

$$\text{Porcentaje de sólidos} = \frac{\text{Peso del sólido (9.1.2.7)}}{\text{Peso total del residuo (9.1.2.3 ó 9.1.2.5)}} \times 100$$

**9.1.2.8** Si el porcentaje de sólidos determinados en el punto 9.1.2.7 de esta norma, es igual o mayor que 0.5%, prosiga, ya sea para determinar si el material sólido requiere reducción de tamaño de partícula, según los numerales 9.3 ó 9.2, si se observa que el filtrado está húmedo.

**9.1.2.9** Si el porcentaje de sólidos determinado en el punto 9.1.2.7 es menor que 0.5% prosiga en el numeral 10.10 si se van a determinar los constituyentes no volátiles y con el punto 11 con una nueva porción de muestra si se van a determinar los constituyentes volátiles.

## 9.2 Determinación del porcentaje de sólidos secos

**9.2.1** Remueva la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.

**9.2.2** Seque el filtro con el sólido a  $100 \pm 5^\circ\text{C}$  hasta que dos pesadas sucesivas no varíen en  $\pm 1\%$ . Registre el peso final.

**9.2.3** Calcule el porcentaje de sólidos secos como sigue:

$$\text{Porcentaje de sólidos secos} = \frac{(\text{Peso del residuo seco más filtro}) - \text{peso del filtro}}{\text{Peso inicial del residuo (9.1.2.3 ó 9.1.2.5)}} \times 100$$

**9.2.4** Si el porcentaje de sólidos secos es menor que 0.5%, prosiga según el numeral 10.10 si se va a realizar la prueba para constituyentes no volátiles y 11 si se realiza la prueba para constituyentes volátiles. Si el porcentaje de sólidos secos es mayor o igual a 0.5% y si la prueba de no volátiles se lleva a cabo, tome una porción fresca del residuo, determine si la reducción de tamaño de la partícula es necesaria según el numeral 9.3 de esta norma y seleccione el reactivo de la extracción apropiado, según el punto 9.4 de esta norma.

**9.3** Determinación de si el residuo requiere reducción del tamaño de la partícula: Se debe proceder a triturar o moler los sólidos obtenidos en el numeral 9.1.2.7 de esta norma, si tienen una área menor de  $3.1 \text{ cm}^2/\text{g}$  o un tamaño mayor a 1 cm (es decir, cuando no pasan un tamiz estándar de 9.5 mm).

## 9.4 Selección del reactivo de extracción apropiado

La PECT para constituyentes volátiles usa únicamente el reactivo de extracción 1, según el numeral 8.6.1 de esta norma, por lo tanto, si no se requiere extracción de no volátiles prosiga según el punto 11.

Para realizar la extracción de los constituyentes no volátiles, determine el reactivo apropiado según los numerales 8.6.1 y 8.6.2 de esta norma, como sigue:

**9.4.1** Pese una fracción de la fase sólida, reduzca (si es necesario) a un tamaño de partícula de aproximadamente 1 mm de diámetro o menos y transfiera 5.0 g a un matraz Erlenmeyer o a un vaso de precipitado.

**9.4.2** Añada 96.5 ml de Agua desionizada o desmineralizada al matraz, cubra con un vidrio de reloj y agite vigorosamente por 5 minutos, usando un agitador magnético. Mida el pH. Si el pH es menor de 5.0, use el reactivo de extracción 1. Prosiga según el punto 10 de esta norma.

**9.4.3** Si el pH del numeral 9.4.2 es mayor de 5.0 añada 3.5 ml de HCl 1N, mezcle y cubra con un vidrio de reloj, caliente a  $50^\circ\text{C}$  y mantenga esta temperatura por 10 minutos.

**9.4.4** Deje la solución enfriar a temperatura ambiente y mida el pH. Si éste es menor de 5.0 use el reactivo de extracción 1. Si es mayor de 5.0 use el reactivo de extracción 2. Prosiga según el numeral 10 de esta norma.

## 10. PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES NO VOLATILES

**10.1** Se recomienda un tamaño mínimo de muestra de 100 g. Si la cantidad generada por una extracción PECT no es

suficiente para llevar a cabo todos los análisis, se debe realizar más de una extracción y combinar los extractos.

**10.2** Si el residuo no produce líquido, cuando se sujeta a la filtración (100% sólido) pese una porción de la muestra (100 gramos mínimo) y prosiga según el punto 9 de esta norma.

**10.3** Si la muestra es líquida o multifásica, se requiere una separación líquido-sólido. Esto involucra el aparato de filtración descrito en el numeral 7.3.2 de esta norma y continuar según el numeral 9.4.

**10.4** Pese el recipiente que recibirá el filtrado.

**10.5** Ensamble al porta-filtro y coloque el filtro en el soporte y asegúrelo. Si se va a evaluar la movilidad de metales, es necesario hacer un lavado ácido (véase numeral 7.4 de esta norma).

**10.6** Pese una fracción de muestra (100 g mínimo). Si el residuo contiene menos de 0.5% de sólidos secos, la porción líquida del residuo, después de la filtración, se define como el extracto PECT. Por lo tanto, se debe filtrar suficiente muestra para que la cantidad de líquido filtrado alcance para realizar todos los análisis requeridos. Para residuos que contienen más del 0.5% de sólidos secos, use la información del por ciento de sólidos obtenidos conforme al numeral 9.1 de esta norma, para determinar el tamaño óptimo de la muestra (100 g mínimo) que se llevará a filtración.

**10.7** Permita que la fase sólida sedimente. Los residuos que sedimenten lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración.

**10.8** Transfiera cuantitativamente la muestra del residuo (fase líquida y sólida) al equipo de filtración (véase numeral 7.3.2 de esta norma). Vierta la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.

Siga el procedimiento indicado en el numeral 9.1.2.5 de esta norma.

**10.9** El material en el porta-filtros se define como la fase sólida del residuo, el filtrado como la fase líquida. Pese el filtrado. La fase líquida puede ser analizada o preservada a 4°C y un tiempo máximo de 14 días.

**10.10** Si el residuo contiene menos de 0.5% de sólidos secos prosiga según el numeral 10.14 de esta norma. Si el residuo contiene más de 0.5% de sólidos secos y fue necesaria la reducción de tamaño de partícula, prosiga según el numeral 10.11 de esta norma. Si el residuo pasa el tamiz de 9.5 mm, transfiera cuantitativamente el material sólido a un frasco de extracción junto con el filtro (usado para separar la fase líquida inicial de la fase sólida) y prosiga según el numeral 10.12.

**10.11** Prepare la porción sólida del residuo para extracción, como se describe en el numeral 11.3 de esta norma. Cuando el tamaño de la partícula esté preparado adecuadamente, transfiera cuantitativamente el material sólido a una botella de extracción. Incluya el filtro usado para separar el líquido inicial de la fase sólida.

**10.12** Determine la cantidad del reactivo de extracción necesario como sigue:

$$\text{Peso del reactivo de extracción} = \frac{20 \text{ X } \% \text{ de sólidos X peso de la muestra filtrada}}{100}$$

Lentamente añada la cantidad del reactivo de extracción calculada al recipiente de extracción. Cierre el frasco herméticamente (es recomendable que se use cinta de teflón para asegurar un buen sello). Coloque el recipiente en el equipo de agitación rotatorio y haga girar a  $30 \pm 2$  RPM durante  $18 \pm 2$  horas. La temperatura deberá mantenerse a  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  durante el período de extracción.

Conforme la agitación continúa se pueden generar gases que ejercen presión dentro del frasco extractor. Para aliviar el exceso de presión, el frasco puede abrirse en una campana de extracción periódicamente (por ejemplo: cada 15 min, 30 min y una hora).

**10.13** Después de las  $18 \pm 2$  horas de extracción separe el material en el recipiente de extracción, en sus componentes líquido y sólido por medio de filtración a través de un filtro de fibra de vidrio nuevo, los filtros deberán tener un lavado ácido si se evalúa la movilidad de los metales.

**10.14** Preparación del extracto obtenido.

**10.14.1** Si el residuo no contiene fase líquida inicial, el líquido filtrado obtenido en el numeral 10.12 de esta norma, se define como el extracto PECT. Prosiga según el numeral 10.15.

**10.14.2** Si los líquidos son compatibles, combine el líquido filtrado resultante en el numeral 10.13 de esta norma, con el líquido inicial del residuo obtenido en el numeral 10.8. Este líquido combinado se define como el extracto PECT. Pro siga según el numeral 10.15 de esta norma.

**10.14.3** Si la fase líquida inicial del residuo, obtenida en el numeral 10.8 de esta norma, no es o no puede ser compatible con el líquido filtrado resultante del numeral 10.13. No combine los líquidos, analice por separado cada uno y combine los resultados matemáticamente, como se describe en el numeral 10.15.3

**10.15** Después de coleccionar el extracto PECT. Se deberá medir el pH. Preserve el extracto para análisis. Las alícuotas para metales deben acidificarse con ácido nítrico a un pH menor a 2.

**10.15.1** Prueba para detectar precipitación.

A una pequeña porción del extracto se agregan unas gotas de ácido nítrico, si se presenta precipitación el resto del extracto no se debe acidificar y deberá analizarse lo antes posible. En caso que no se presente precipitación, las demás alícuotas deberán ser preservadas a 4°C y 14 días máximo hasta que vayan a ser analizadas conforme a las normas oficiales mexicanas correspondientes.

**10.15.2** Los extractos PECT que se analizan para metales, deben digerirse en ácido nítrico excepto en aquellos casos donde la digestión cause la pérdida de constituyentes metálicos. Si antes de la digestión el extracto muestra que cualquier constituyente controlado según la norma oficial mexicana NOM-052-ECOL-1993, excede el nivel de tolerancia, automáticamente el residuo se considera peligroso y no es necesaria la extracción.

**10.15.3** Si las fases individuales van a ser analizadas separadamente, determine el volumen de la fase individual (a ± 0.5%), realice los análisis requeridos y combine los resultados matemáticamente, usando un promedio volumen-peso, como se indica:

$$\text{Concentración final del constituyente} = \frac{(V_1)(C_1) + (V_2)(C_2)}{V_1 + V_2}$$

Donde:

V<sub>1</sub> = El volumen del primer extracto (L)

C<sub>1</sub> = La concentración del constituyente de interés en el primer extracto (mg/L)

V<sub>2</sub> = El volumen del segundo extracto (L)

C<sub>2</sub> = La concentración del constituyente de interés en el segundo extracto (mg/L)

**10.16** Compare la concentración de los constituyentes en el extracto PECT con los niveles máximos permisibles señalados en la norma oficial mexicana NOM-052-ECOL/1993.

**11. PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LOS CONSTITUYENTES VOLATILES**

Use el aparato VMC para obtener el extracto PECT para analizar únicamente compuestos volátiles. El extracto resultante no debe usarse para evaluar la movilidad de los constituyentes no volátiles.

**11.1** Pese el recipiente de recolección del filtrado (véase numeral 7.6 de esta norma).

**11.2** Coloque el pistón del VMC dentro del cuerpo del aparato (puede ser útil humedecer ligeramente los anillos "O" del pistón con el reactivo de extracción). Ajuste el pistón dentro del cuerpo del aparato a una altura que minimice la distancia a la que el pistón tendrá que moverse una vez que sea cargado con la muestra. Asegure la brida del fondo (entrada y salida del gas) en el cuerpo del VMC de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Asegure el filtro de fibra de vidrio entre las mallas de soporte y déjelo listo para usarse.

**11.3** Si el residuo es 100% sólido pese una porción de la muestra (25 g máximo) y proceda según el numeral 11.5 de esta norma.

**11.4** Si el residuo contiene menos del 0.5% de sólidos secos, la porción líquida del residuo después de la filtración, se define como el extracto PECT. Filtre suficiente muestra de modo que la cantidad de líquido filtrado sea la necesaria para realizar todos los análisis de constituyentes volátiles requeridos. Para residuos que tienen más del 0.5% de sólidos secos, use la información obtenida del porcentaje de sólidos para determinar el tamaño de muestra óptima a ser cargado al VMC. El tamaño de muestra recomendado es como sigue:

**11.4.1** Para residuos que contienen menos del 0.5% de sólidos, pese una muestra de 500 g.

**11.4.2** Para residuos que contienen más del 0.5% de sólidos, determine la cantidad como sigue:

$$\text{Peso del residuo} = \frac{25}{\text{Porcentaje de sólidos (9.1)}} \times 100$$

Pese una muestra del residuo del tamaño adecuado.

**11.5** Si se requirió la reducción del tamaño de partícula, prosiga según el numeral 11.6 de esta norma. Si no se requirió, prosiga según el numeral 11.7.

**11.6** Prepare el residuo para extracción como se describe en el numeral 9.3 de esta norma. Los residuos y el equipo de reducción deben refrigerarse, de ser posible a 4°C antes de la reducción de tamaño. Los medios usados para efectuar la reducción no deben generar calor. Si se requiere la reducción de la fase sólida, debe evitarse en lo posible la exposición de la muestra a la atmósfera.

**11.7** Los residuos lodosos no deben asentarse; no centrifugue la muestra antes de la filtración.

**11.8** Cuantitativamente transfiera la muestra (fase líquida y sólida) rápidamente al VMC. Asegure el filtro y las mallas de soporte en la brida superior del equipo y asegure esta brida al cuerpo del VMC de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Apriete todos los aditamentos del VMC y coloque el equipo en la posición vertical (con la brida de entrada y salida de gases en el fondo).

Si más del 1% del peso de la muestra original se adhirió, el recipiente usado para transferirla al VMC, determine el peso de este residuo y réstelo del peso de la muestra determinado según el numeral 11.4 de esta norma, para calcular el peso efectivo de la muestra que será filtrada.

Conecte una línea de gas a la válvula de entrada y salida de gases (brida inferior) y con la válvula de entrada y salida de líquidos (brida superior) abierta, comience a aplicar presión suavemente de 0.07-0.7 kg/cm<sup>2</sup> o más si es necesario para eliminar el volumen muerto del equipo. Al aparecer líquido en la válvula de entrada y salida de líquidos, cierre rápidamente la válvula y quite la presión.

**11.8.1** Si la filtración del residuo a 4°C reduce la cantidad de líquido filtrado comparada con la que se obtendría filtrada a temperatura ambiente, permita que la muestra alcance la temperatura ambiente en el equipo antes de efectuar la filtración.

**11.8.2** Si el residuo es 100% sólido incremente lentamente la presión a un máximo de 3.5 kg/cm<sup>2</sup>, para eliminar la mayor cantidad de espacio muerto del equipo y prosiga según el numeral 11.12 de esta norma.

**11.9** Una el recipiente de recolección de filtrado, previamente pesado según el numeral 11.1 de esta norma, a la válvula de entrada y salida de líquidos y abra la válvula. Comience aplicando presión suave de 0.07-0.7 kg/cm<sup>2</sup> para pasar la fase líquida al recipiente recolector. Si no hay paso de líquido en 2 minutos, incremente lentamente la presión en intervalos de 0.7 kg/cm<sup>2</sup> hasta un máximo de 3.5 kg/cm<sup>2</sup>. Cuando se alcance esta presión y no se produzca un filtrado adicional en un período de 2 minutos, detenga la filtración. Cierre la válvula de entrada y salida de líquidos, elimine la presión al pistón, desconecte y pese el recipiente de recolección de filtrado.

**11.10** El material en el VMC se define como la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.

**11.10.1** Si el residuo original contenía menos 0.5% de sólidos secos, este filtrado se define como el extracto PECT y es analizado directamente. Prosiga según el numeral 11.15 de esta norma.

**11.11** La fase líquida puede analizarse inmediatamente o preservarse a 4°C y un máximo de 14 días con el mínimo volumen muerto.

Determine el peso del reactivo de extracción 1 a adicionar al VMC, como sigue:

$$\text{Peso del reactivo de extracción} = \frac{20 \times \% \text{ de sólidos} \times \text{peso de la muestra filtrada (11.4 ó 11.8)}}{100}$$

**11.12** Procedimiento: Con el VMC en la posición vertical, conecte una línea a la válvula de entrada y salida de líquidos.

Esta línea debe llenarse con el reactivo de extracción y eliminar las burbujas. Libere la presión de gas en el pistón VMC (por medio de la válvula de entrada y salida de gas), abra la válvula de entrada y salida de líquidos y comience a transferir el reactivo de extracción al VMC. Continúe presionando el reactivo de extracción, hasta que la cantidad apropiada haya sido introducida al equipo.

**11.13** Después de añadir el reactivo de extracción, cierre inmediatamente la válvula de entrada y salida de líquidos y desconecte la línea del reactivo de extracción. Revise el VMC para asegurar que todas las válvulas están cerradas. Gire el equipo manualmente de arriba a abajo 2 a 3 veces. Regrese el VMC a la posición vertical con la válvula de entrada y salida de líquidos en la parte de arriba. Presurice a  $0.035\text{-}0.7\text{ kg/cm}^2$  y abra lentamente la válvula de entrada y salida de líquidos para desplazar cualquier volumen muerto que pueda haber sido introducido al agregar el reactivo de extracción. Este sangrado deberá hacerse repetidamente y detenerse en cuanto aparezca líquido en la válvula.

**11.14** Coloque el VMC en el aparato de agitación rotatorio y gire a  $30 \pm 2$  RPM durante  $18 \pm 2$  horas. La temperatura debe mantenerse a  $22 \pm 3^\circ\text{C}$  durante la agitación.

**11.15** Después de las  $18 \pm 2$  horas de agitación, compruebe la presión en el pistón del VMC, abriendo y cerrando rápidamente la válvula de entrada y salida de gases y observando el escape de gas. Si la presión no ha sido mantenida (es decir, ya no hay escape de gas) el equipo tiene fugas, se debe repetir la extracción con una nueva muestra. Si la presión dentro del equipo se mantuvo, el material en el recipiente de extracción se separa de nuevo en sus componentes líquido y sólido. Si el residuo contenía una fase líquida inicial, el líquido puede filtrarse directamente en el mismo recipiente de recolección de filtrados (por ejemplo, la bolsa TEDLAR) que contiene la fase líquida inicial. Se deben usar recipientes de recolección de filtrado separados, si forman fases múltiples o si no tiene capacidad suficiente. Filtre a través del filtro de fibra de vidrio usando el aparato VMC como se describe en el numeral 11.9 de esta norma. Todos los extractos deberán filtrarse y colectarse en las bolsas TEDLAR.

**11.16** Si el residuo original no contenía inicialmente fase líquida, el líquido filtrado obtenido del numeral 11.15 de esta norma, se define como el extracto PECT. Si el residuo contenía una fase líquida inicial, ésta, más el líquido filtrado obtenido son definidos como el extracto PECT.

**11.17** Después de la recolección del extracto PECT, prepárelo inmediatamente para análisis o presérvelo con volumen muerto mínimo a  $4^\circ\text{C}$  hasta que se vaya a analizar. Efectúe el análisis de acuerdo a los métodos analíticos apropiados. Si se van a analizar separadamente (es decir, no son miscibles), determine el volumen de las fases individuales, realice los análisis y combine los resultados matemáticamente, usando un promedio volumen-peso y empleando la ecuación que establece el numeral 10.15.3 de esta norma.

**11.18** Compare la concentración de los constituyentes en el extracto PECT con los niveles máximos permisibles señalados en la norma oficial mexicana NOM-052-ECOL-1993.

## 12. REQUISITOS DE CONTROL

Los procedimientos descritos anteriormente deberán cumplir con los siguientes requisitos de control:

**12.1** Anotar todos los datos en registros y formatos adecuados y tenerlos siempre disponibles para su consulta e inspección.

**12.2** Realizar por lo menos un ensayo en blanco (usando el mismo reactivo de extracción que se usa para la muestra) por cada 20 extracciones que se lleven a cabo en un mismo recipiente de extracción.

**12.3** Preparar una matriz con testigo (es decir una muestra con una composición equivalente a la que se va a analizar, a la que se ha agregado una cantidad conocida de (o los) constituyente(s) tóxico(s) que está(n) en estudio) para cada tipo de residuo (por ejemplo: lodos del tratamiento de aguas residuales, suelos contaminados, etc.) excepto cuando el resultado exceda el nivel permitido y los datos se emplean únicamente para demostrar que las propiedades del residuo exceden el nivel permitido.

**12.3.1** Analizar una matriz con testigo por cada lote. La desviación tipo calculada en el análisis de la matriz con testigo se debe emplear para corregir los valores obtenidos.

**12.3.2** Seguir las indicaciones proporcionadas por cada método analítico sobre las adiciones a la matriz con testigo.

**12.3.3** Agregar los testigos después de la filtración del extracto PECT y antes de su conservación.

Los testigos no deberán agregarse antes de la extracción PECT de la muestra.

**12.4** Agregar en la mayoría de los casos los testigos en una concentración equivalente a la del nivel permisible. Si la concentración del constituyente tóxico es menor que la mitad del nivel permitido, la concentración del testigo puede ser tan

baja como la mitad de la concentración, pero no debe ser menor que 5 veces el límite de detección del método.

**12.4.1** Agregar los testigos a un volumen igual al del extracto PECT que se analizó con testigo, a fin de evitar diferencias debidas al efecto de la matriz

**12.4.2** El propósito de la matriz con testigo es dar seguimiento a la aplicación de los métodos usados y determinar cuando existe una interferencia debida a la matriz.

**12.4.3** El uso de otros métodos de calibración internos, modificaciones a los métodos analíticos o el uso de métodos analíticos alternativos pueden ser necesarios cuando la recuperación del testigo es menor de lo determinado por el método analítico.

**12.5** La recuperación a partir de una muestra con testigo se calcula mediante la fórmula siguiente:

$$\% R = 100(X_s - X_u)/K$$

En donde:

- X<sub>s</sub>** = valor determinado para la matriz con testigo
- X<sub>u</sub>** = valor determinado para la muestra sin testigo
- K** = valor conocido de testigo en la matriz

**12.6** Los valores determinados se corrigen por medio de la desviación tipo usando la fórmula siguiente:

$$X_c = 100(X_u / \% R)$$

En donde:

- X<sub>c</sub>** = valor corregido
- X<sub>u</sub>** = valor determinado para la muestra sin testigo

**12.7** Se deben de seguir todas las medidas de control descritas en el método analítico apropiado.

**12.8** Las muestras deben ser sometidas a una extracción PECT dentro de los siguientes períodos:

**TIEMPOS MAXIMOS PARA RETENCION DE MUESTRAS (días)**

	DE LA RECOLECCION EN CAMPO AL LABORATORIO	DEL LABORATORIO A LA PREPARACION PARA LA EXTRACCION	DE LA PREPARACION PARA LA EXTRACCION A LA DETERMINACION ANALITICA	TIEMPO OCUPADO TOTAL
VOLATILES	14	NA	14	28
SEMIVOLATILES	14	7	40	61
MERCURIO	28	NA	28	56
METALES, EXCEPTO MERCURIO	180	NA	180	360

NA = No aplicable

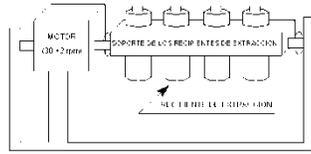
**12.8.1** Si se exceden los tiempos de retención de las muestras, los valores obtenidos serán conocidos como concentraciones mínimas.

**12.8.2** No es aceptable un análisis con un tiempo de retención mayor cuando se establece que un residuo no excede el nivel permitido.

**12.8.3** El tiempo de retención excedido no invalidará la caracterización del residuo que exceda el nivel permitido.

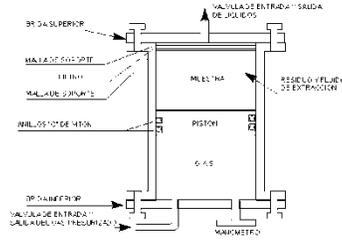


**ANEXO 2**



ANEXO 2. APARATO DE AGITACION ROTATORIA.

**ANEXO 3**



ANEXO 3. EXTRACTOR DE VOLUMEN MUERTO CERO (VMQ)