

SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES

NORMA Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, Que establece criterios para determinar las concentraciones de remediación de suelos contaminados por arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y/o vanadio.

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

JOSE RAMON ARDAVIN ITUARTE, 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, y JUAN ANTONIO GARCIA VILLA, Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios de la Secretaría de Salud y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en lo dispuesto en los artículos 32 Bis fracciones I, II, IV y V y 39 fracciones I y XXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 5o. fracciones I, II, V, VI y XI, 6o., 36, 37, 37 Bis, 134 fracciones I, II, III y V, 135 fracción III, 136, 139 y 152 Bis de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 2o. fracción X, 7o. fracción II, 68, 69, 70, 73, 77, 78 y 79 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos; 3 fracción XIII, 13 apartado A fracción IX, 17 bis, 116, 117, 118 fracciones I y VII y 182 de la Ley General de Salud; 38 fracciones II, III, V y VII, 40 fracciones X y XI, 41, 43, 44, 46 y 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 28, 31, 33 y 34 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracciones V y VI del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales; 2 Apartado C fracción X del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud; y 3 fracciones I inciso i, II y XI, 10 fracciones IV y VIII, 12 fracciones I y III del Reglamento de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, presentan

LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, QUE ESTABLECE CRITERIOS PARA DETERMINAR LAS CONCENTRACIONES DE REMEDIACION DE SUELOS CONTAMINADOS POR ARSENICO, BARIO, BERILIO, CADMIO, CROMO HEXAVALENTE, MERCURIO, NIQUEL, PLATA, PLOMO, SELENIO, TALIO Y/O VANADIO

De conformidad a lo dispuesto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, con fecha 11 de noviembre de 2005 se publicó el Proyecto de Norma Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, que establece Criterios para determinar las Concentraciones de Remediación de Suelos Contaminados por arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y vanadio, en el Diario Oficial de la Federación, mismo que fue elaborado de manera conjunta con la Secretaría de Salud con el fin de que los interesados en un plazo de 60 días naturales posteriores a la fecha de su publicación presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales sito en Boulevard Adolfo Ruiz Cortines 4209, cuarto piso, Fraccionamiento Jardines en la Montaña, Delegación Tlalpan, código postal 14210, de esta Ciudad.

Durante el mencionado plazo, la manifestación de impacto regulatorio del citado Proyecto de Norma, estuvo a disposición del público para su consulta en el domicilio antes señalado, de conformidad con el artículo 45 del citado ordenamiento.

De acuerdo con lo establecido en el artículo 47 fracciones II y III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, los interesados presentaron sus comentarios al proyecto de Norma en cuestión, los cuales fueron analizados por el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales y por el Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario, realizándose las modificaciones procedentes al proyecto; las respuestas a los comentarios y modificaciones antes citados fueron publicadas en el Diario Oficial de la Federación el

Una vez cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de normas oficiales mexicanas el Comité Consultivo Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales en sesión de fecha 26 de abril de 2006, aprobó la presente Norma Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004.

CONSIDERANDO

Que la regulación de la contaminación de suelos con materiales y residuos peligrosos está considerada en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, como asunto de alcance general de la Nación y de interés de la Federación.

Que la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos establece las bases para prevenir la contaminación de sitios por el manejo de materiales y residuos, así como para definir los criterios a los que se sujetará su remediación.

Que la Ley General de Salud establece las bases para determinar los valores de concentración máxima de contaminantes para el ser humano, así como el ejercicio de acciones específicas ante situaciones riesgosas a la salud de las personas.

Que el desarrollo de actividades económicas de manera no sustentable, así como la escasez en el pasado de disposiciones jurídicas ambientales para el cuidado de los suelos, ha llevado consigo al deterioro de los recursos naturales no renovables del país.

Que las personas responsables de actividades relacionadas con la generación y manejo de materiales y residuos peligrosos que hayan contaminado suelos, están obligadas a llevar a cabo las acciones de remediación.

Que la dispersión atmosférica y la disposición inadecuada de residuos, entre otros, han generado la contaminación de suelos con diversas sustancias que contienen elementos potencialmente tóxicos entre los que se encuentran el arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y vanadio.

Que la biodisponibilidad de los elementos químicos señalados y su capacidad de bioacumulación pueden generar riesgos a la salud y al ambiente.

Que de conformidad con lo establecido en el artículo 78 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos, la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales en coordinación con la Secretaría de Salud, debe emitir las normas oficiales mexicanas para la caracterización de los sitios contaminados y evaluar los riesgos al ambiente y la salud que de ellos deriven, para determinar, en función del riesgo, las acciones de remediación que procedan.

Que en virtud de lo establecido en el considerando anterior y con el fin de recuperar los suelos contaminados e integrarlos a las actividades previstas en los planes de desarrollo urbano o de ordenamiento ecológico de los estados y municipios, se elaboró la presente Norma Oficial Mexicana, la cual establece criterios para determinar las concentraciones a partir de las cuales se considera un suelo contaminado.

Que las concentraciones de los elementos químicos normados, para la remediación de los suelos, están sustentadas en la metodología de evaluación de riesgo, a través de la cual se determina la probabilidad o posibilidad de que se produzcan efectos adversos a la salud de la población o al ambiente, como consecuencia de su exposición a los suelos contaminados.

Que una vez identificado un suelo contaminado, las acciones de remediación se deberán llevar a cabo mediante programas conforme lo establece la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos.

Por lo expuesto y fundado, se ha tenido a bien expedir la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, QUE ESTABLECE CRITERIOS PARA DETERMINAR LAS CONCENTRACIONES DE REMEDIACION DE SUELOS CONTAMINADOS POR ARSENICO, BARIO, BERILIO, CADMIO, CROMO HEXAVALENTE, MERCURIO, NIQUEL, PLATA, PLOMO, SELENIO, TALIO Y/O VANADIO

INDICE

0. Introducción
1. Objetivo
2. Campo de aplicación
3. Referencias
4. Definiciones
5. Especificaciones
 - 5.1 Especificaciones generales para extensiones menores o iguales a 1000 m²
 - 5.2 Especificaciones generales para extensiones mayores a 1000 m² con presencia de contaminantes
 - 5.3 Desarrollo del modelo conceptual
 - 5.4 Selección de la concentración objetivo para sitios con población humana potencialmente expuesta y procedimiento para su determinación

- 5.5 Determinación de concentración objetivo para sitios sin población humana potencialmente expuesta.
- 5.6 Criterios para la remediación de suelos
6. Evaluación de la conformidad
7. Grado de concordancia con normas y lineamientos internacionales y con las normas mexicanas tomadas como base para su elaboración
8. Bibliografía
9. Observancia de esta norma

TABLAS

Tabla 1: Concentraciones de referencia totales (CR_T) por tipo de uso de suelo.

Tabla 2: Concentraciones de referencia de contaminantes solubles (CR_S).

ANEXOS

- Apéndice Normativo A: Modelo conceptual.
Apéndice Normativo B: Métodos analíticos.
Apéndice Normativo C: Método analítico para determinar la bioaccesibilidad del plomo.

DIAGRAMA

Diagrama de flujo de la Norma

PREFACIO

Este Proyecto de Norma Oficial Mexicana fue elaborado con la participación de los siguientes organismos bajo la coordinación del Subcomité II-Energía y Actividades Extractivas del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, y del Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario:

Asociación Nacional de la Industria Química, A.C.

Cámara Minera de México, A.C.

Cámara Nacional de la Industria de la Transformación, A.C.

Cámara Nacional de la Industria del Hierro y del Acero, A.C.

Colegio de Biólogos de México, A.C.

Comisión Nacional del Agua

- Subdirección General Técnica
 - Gerencia de Ingeniería Básica y Normas Técnicas
 - Gerencia de Aguas Subterráneas

Confederación de Cámaras Industriales de los Estados Unidos Mexicanos

Confederación Patronal de la República Mexicana

Instituto Nacional de Ecología

- Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental
 - Dirección General del Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental

Instituto Tecnológico de Estudios Superiores de Monterrey-Campus Monterrey

- Centro de Calidad Ambiental

Procuraduría Federal de Protección al Ambiente

- Subprocuraduría de Auditoría Ambiental
- Subprocuraduría de Inspección Industrial

Secretaría de Economía

- Coordinación General de Minería

Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales

- Dirección General de Energía y Actividades Extractivas
- Dirección General de Gestión Integral de Materiales y Actividades Riesgosas

Secretaría de Salud

- Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios
- Comisión de Evidencia y Manejo de Riesgos

Servicio Geológico Mexicano

Universidad Nacional Autónoma de México

- Instituto de Geografía
- Instituto de Ingeniería

0. Introducción

El desarrollo de actividades económicas de manera no sustentable, ha contribuido a la emisión de compuestos potencialmente tóxicos que bajo ciertas condiciones y concentraciones, pueden tener efectos nocivos a la salud de la población y afectaciones al equilibrio ecológico y el ambiente.

Las formas de producción utilizadas en el pasado y la escasez de especificaciones ambientales en materia de suelos han generado la aparición de sitios contaminados, los que se han constituido en pasivos ambientales y causado la incertidumbre de los particulares en cuanto a las acciones que se deben llevar a cabo para remediar un sitio. En el año 1988, la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente (PROFEPA) estableció unos criterios interinos para llenar este vacío de la normatividad ambiental, sin embargo estos criterios interinos no tienen la formalidad jurídica para hacerlos realmente aplicables.

De acuerdo a los datos presentados en el Informe 1995-2000 de PROFEPA, en México se tienen identificados 61 sitios contaminados por los elementos que se incluyen en la presente Norma, por lo que es necesario la emisión de la misma para dar claridad y certeza jurídica a los particulares que requieran remediar sitios contaminados.

La presente Norma Oficial Mexicana, establece diferentes alternativas para determinar la concentración objetivo a la cual se debe remediar un suelo. Estas opciones incluyen las concentraciones de referencia (totales y solubles) que esta Norma presenta, la determinación de concentraciones de fondo del suelo, el cálculo de concentraciones específicas conforme a las características propias del sitio y de concentraciones basadas en la biodisponibilidad de los contaminantes.

En virtud de que los elementos regulados pueden estar presentes en el suelo de manera natural y en ocasiones en concentraciones tales que pueden representar un riesgo para la salud de la población humana o de los ecosistemas, es importante establecer criterios para determinar la contaminación antropogénica en suelos y en su caso las concentraciones de remediación. En el ámbito internacional estos criterios toman como base los valores de fondo y las evaluaciones de riesgo a la salud o ambiental.

Cuando las concentraciones de estos elementos en un suelo específico son mayores que las denominadas concentraciones de referencia, se pueden realizar estudios particulares para determinar las concentraciones específicas en suelos, que no representen un riesgo mayor. Estos estudios particulares determinan la movilidad y biodisponibilidad de los elementos normados y los parámetros de exposición reales en el sitio evaluado, a partir de las características propias del suelo en estudio.

En virtud del tipo y dimensiones de las áreas afectadas, y con la finalidad de atender situaciones específicas, la Norma se estructuró considerando dos escenarios: **a)** Extensión afectada menor o igual a 1000 m², **b)** Extensión afectada mayor a 1000 m². El primer escenario aplica generalmente para accidentes, emergencias o eventos de contaminación que deben resolverse inmediatamente y que de acuerdo con la experiencia registrada por las empresas, en la mayoría de los casos el área contaminada es menor a los 1000 m². Con base en las dimensiones de la superficie y la inminencia de riesgo, se deben aplicar criterios generales de remediación, los cuales no requerirán de estudios o procesos de toma de decisiones que impliquen retraso en los tiempos de respuesta. En el segundo escenario, que aplica generalmente a eventos contaminantes que se presentan de manera deliberada o fortuita, continua o súbita, en extensiones mayores a los 1000 m², es necesario conocer cómo se presentó el derrame, descarga, filtración, depósito o transferencia del contaminante al suelo y de éste a algún receptor. Para ello se debe desarrollar un modelo conceptual que permita identificar la presencia de población humana potencialmente expuesta, la(s) fuente(s) de contaminación, los mecanismos de liberación y de transporte de los contaminantes, las rutas y vías de exposición, así como establecer el área de estudio. Cabe mencionar, que estos escenarios no son excluyentes por tipo de evento.

Con la información del modelo conceptual, el responsable puede seleccionar entre cuatro opciones para establecer, una vez determinada la existencia de contaminación, la concentración objetivo de remediación:

1) Remediar hasta las concentraciones de referencia totales establecidas en la Tabla 1. Estas concentraciones se obtuvieron de la literatura internacional, en estudios realizados con base en la metodología de evaluación de riesgo a la salud, para evaluar y remediar sitios contaminados. En el cálculo se emplearon valores de toxicidad con factores de exposición estándar. Estas concentraciones de referencia que se consideran protegen al ser humano, se basan en rutas de exposición directas para las cuales se han desarrollado métodos, modelos y supuestos específicos, bajo condiciones particulares de uso de suelo y no consideran impactos al acuífero o ecológicos.

2) Remediar hasta las concentraciones de fondo. Para ello se obtendrá el valor de las concentraciones de los elementos normados que se encuentran de manera natural en el sitio o su entorno.

3) Remediar hasta concentraciones específicas totales. Aplicable cuando existe población humana potencialmente expuesta a algún(os) contaminante(s). Para su obtención se debe determinar el riesgo a la salud y al ambiente.

4) Remediar hasta las concentraciones de referencia de la fracción soluble establecidas en la Tabla 2 más la fracción soluble de la muestra de fondo. Aplicable cuando no existe población humana potencialmente expuesta. Estas concentraciones tienen como fundamento científico el que la fracción geodisponible, que en este documento se le denomina "soluble", corresponde a iones solubles y/o partículas de tamaño pequeño (<0,45 micrómetros), que pueden moverse a través de los poros del suelo y subsuelo, y representar un riesgo potencial para los cuerpos de agua y por lo tanto al medio ambiente. La Tabla 2, que presenta las concentraciones de referencia de contaminantes solubles, se refiere a la concentración "soluble" en el lixiviado equivalente al 10% de las concentraciones máximas permisibles para los metales de la Tabla 2 de la NOM-052-SEMARNAT-2005, y para aquéllos no incluidos en dicha Norma, se tomaron los valores de la Tabla de "Universal Treatment Standards" del Código Federal de Regulaciones de los Estados Unidos de América (40 CFR 268.48).¹ En este apartado, se deben también evaluar las concentraciones totales en suelos cuyas concentraciones solubles no requieran remediarse. Cuando el suelo se disperse por aire a zonas donde las condiciones ambientales del suelo o cuerpos de agua puedan causar la solubilización de los metales y metaloides que contiene, deberán llevarse a cabo acciones preventivas para evitar su dispersión eólica y/o hídrica.

Con base en lo anterior, la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y la Secretaría de Salud procedieron a elaborar la presente Norma Oficial Mexicana que establece criterios para determinar concentraciones de remediación de suelos contaminados por arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y/o vanadio.

1. Objetivo

La presente Norma Oficial Mexicana establece criterios para la caracterización y determinación de concentraciones de remediación de suelos contaminados por arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio, vanadio y sus compuestos inorgánicos; así como los criterios de remediación.

2. Campo de aplicación

Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria para todas aquellas personas físicas y morales que deban determinar la contaminación de un suelo con materiales o residuos que contengan arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio, vanadio y sus compuestos inorgánicos.

3. Referencias

Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como las especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción, operación y postoperación de presas de jales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de septiembre de 2004.

¹ La revisión del Código Federal de Regulaciones de los Estados Unidos de América de 1998 (CFR 1998) indica que los suelos que están contaminados con elementos potencialmente tóxicos deben de ser tratados antes de ser dispuestos en el terreno de tal manera que se logre reducir en un 90% la concentración soluble del lixiviado obtenido mediante la prueba TCLP (Sec. 268.49 c.1B).

Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCFI-2002, Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 24 de octubre de 2002.

Para la correcta aplicación de esta norma se debe consultar la siguiente Norma Mexicana vigente o la que la sustituya:

Norma Mexicana NMX-AA-132-SCFI-2006, Muestreo de Suelos para la Identificación y la Cuantificación de Metales y Metaloides, y Manejo de la Muestra, publicada en el Diario Oficial de la Federación el -----.

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, Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos, Ley de Aguas Nacionales, Ley General de Salud, y sus Reglamentos, así como las definiciones contenidas en la Norma Mexicana referida en el inciso 3, Referencias y las siguientes:

4.1 Bioaccesibilidad: fracción soluble de un elemento químico contenido en el suelo determinado a partir de un estudio *in vitro*.

4.2 Concentración específica total (CE_T): masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca, que se calcula de manera particular para un suelo, por encima de la cual se considera existe un riesgo a la salud de los seres humanos en las condiciones ambientales de transporte y exposición específicas del sitio.

4.3 Concentración de fondo total (CF_T): masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca, que se encuentra en un suelo de manera natural.

4.4 Concentración de fondo soluble (CF_S): masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de volumen de la solución extractante, expresada en L, que se encuentra en un suelo de manera natural.

4.5 Concentración inicial total (CI_T): masa del elemento químico regulado expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca.

4.6 Concentración inicial soluble (CI_S): masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de volumen de la solución extractante, expresada en L.

4.7 Concentración objetivo total: masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca, que se selecciona para remediar un suelo mediante alguno de los procedimientos establecidos en la presente Norma y que pueden ser: CR_T , CF_T o CE_T .

4.8 Concentración objetivo soluble: masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de volumen de la solución extractante, expresada en L, que se selecciona para remediar un suelo cuando no hay población humana potencialmente expuesta y que corresponde a $CR_S + CF_S$.

4.9 Concentración de referencia soluble (CR_S): masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de volumen de la solución extractante, expresada en L, que sumada a la concentración de fondo de la misma fracción, representa el valor máximo por encima de la cual existe riesgo para el medio ambiente.

4.10 Concentración de referencia total (CR_T): masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca, por encima de la cual se considera existe riesgo de que se generen efectos adversos para la salud.

4.11 Concentración total: masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca, extraído del suelo por digestión (ácida o alcalina) de acuerdo al método especificado en esta Norma.

4.12 Concentración soluble: masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de volumen de la solución extractante, expresada en L, determinada de acuerdo al método de extracción especificado en esta Norma.

4.13 Controles institucionales: restricciones administrativas en el uso o acceso a un sitio o instalación, para reducir o eliminar la exposición potencial a los elementos normados presentes en el suelo.

4.14 Elementos normados (EN): los elementos químicos regulados en esta Norma Oficial Mexicana que son arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y vanadio.

4.15 Fuente de contaminación: toda actividad antropogénica que emite contaminantes que se depositan en el suelo, de manera deliberada o fortuita, continua o súbita.

4.16 Mecanismo de liberación: proceso físico, químico o biológico mediante el cual se hacen disponibles los contaminantes que se encuentran en la fase sólida del suelo.

4.17 Mecanismo de transporte: proceso físico mediante el cual los contaminantes migran hacia el suelo o del suelo hacia otro medio.

4.18 Modelo conceptual: herramienta que permite la representación escrita o esquemática de las condiciones prevalecientes en un sitio y que muestra la distribución, los mecanismos de transporte y liberación de los contaminantes y en la que se infieren las posibles rutas y vías de exposición, así como los receptores potenciales. El modelo conceptual coadyuva también en establecer el área de estudio.

4.19 Población humana potencialmente expuesta: asentamiento humano que con base en el modelo conceptual puede entrar en contacto con sustancias o compuestos de origen antropogénico presentes en el medio ambiente, susceptibles de ocasionar efectos adversos en la salud.

4.20 Ruta de exposición: transporte eólico o hídrico que sigue el contaminante desde la fuente de contaminación hasta el organismo receptor.

4.21 Secretarías: Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Secretaría de Salud.

4.22 Suelo: material no consolidado, de origen natural, compuesto por partículas inorgánicas, materia orgánica, agua, aire y organismos, que incluye aquél alterado por actividades antropogénicas.

4.23 Vía de exposición: proceso por el cual el contaminante entra en contacto directo con el cuerpo, tejidos o barreras de intercambio del organismo receptor, por ejemplo, ingestión, inhalación y absorción dérmica.

5. Especificaciones

5.1 Especificaciones generales para extensiones menores o iguales a 1 000 m².

5.1.1. Cuando el suelo que se presume contaminado tiene una superficie menor o igual a 1 000 m², el responsable procederá a remediar a las concentraciones de referencia totales (**CR_T**) señaladas en la Tabla 1 o a seguir cualquiera de las metodologías descritas en la presente Norma.

TABLA 1 Concentraciones de referencia totales (CR_T) por tipo de uso de suelo.		
Contaminante	Uso agrícola/residencial /comercial (mg/kg)	Uso industrial (mg/kg)
Arsénico	22	260
Bario	5 400	67 000
Berilio	150	1900
Cadmio	37	450
Cromo Hexavalente	280	510
Mercurio	23	310
Níquel	1 600	20 000
Plata	390	5 100
Plomo	400	800
Selenio	390	5 100
Talio	5,2	67
Vanadio	78	1000
NOTA:		
a. En caso de que se presenten diversos usos del suelo en un sitio, debe considerarse el uso que predomine.		
b. Cuando en los programas de ordenamiento ecológico y de desarrollo urbano no estén establecidos los usos del suelo, se usará el valor residencial.		

5.2 Especificaciones generales para extensiones mayores a 1 000 m² con presencia de contaminantes.

5.2.1 Se debe desarrollar un modelo conceptual con base en las especificaciones establecidas en el numeral 5.3.

5.2.2 Con base en el modelo conceptual se debe determinar la existencia, origen, naturaleza y extensión de la contaminación por uno o más de los siguientes elementos: arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y vanadio, así como los receptores potenciales de la contaminación.

5.2.3 Cuando se determine que existe transporte vertical de contaminantes, se debe evaluar la vulnerabilidad del acuífero, con base en la metodología establecida en el Anexo Normativo 2 de la Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003.

5.2.4 De conformidad con el modelo conceptual se debe determinar si hay población humana potencialmente expuesta.

5.2.4.1 Si hay población humana potencialmente expuesta y no hay un acuífero vulnerable se debe proceder de acuerdo a lo señalado en el numeral 5.4.

5.2.4.2 Si hay población humana potencialmente expuesta y hay un acuífero vulnerable se debe caracterizar el sitio conforme al numeral 5.4.1 y proceder a determinar concentraciones específicas totales de acuerdo a lo señalado en el numeral 5.4.7.

5.2.4.3. Si no hay población humana potencialmente expuesta se debe proceder de acuerdo a lo señalado en el numeral 5.5.

5.3. Desarrollo del Modelo Conceptual

5.3.1 Con base en la información documental y de campo sobre el sitio, se debe desarrollar una hipótesis que de manera gráfica, tabular o funcional, represente el fenómeno de contaminación.

5.3.2 El modelo conceptual, es la herramienta técnica fundamentada para seleccionar la metodología de muestreo más adecuada, la que deberá justificarse como representativa, considerando las condiciones particulares de cada sitio.

5.3.3 El desarrollo del modelo conceptual debe utilizar como guía la metodología establecida en el Apéndice Normativo A y considerar para el estudio del sitio, la información que de manera enunciativa y no limitativa se indica en la Tabla 1 del mismo Anexo.

5.3.4 El modelo conceptual debe determinar lo siguiente:

- a. Fuente de contaminación del suelo.
- b. Los mecanismos de liberación de los contaminantes.
- c. Los mecanismos de transporte.
- d. Las rutas de exposición.
- e. Las vías de exposición.

5.3.5 El modelo conceptual debe actualizarse y complementarse con base en la información que se obtenga en los diferentes estudios y análisis que se realicen, así como con la caracterización del sitio. El proceso concluye en el momento en que se determine la concentración objetivo, o cuando de conformidad con lo que se establece en la presente norma, no sea necesario llevar a cabo la remediación.

5.4. Selección de la Concentración Objetivo para Sitios con Población Humana Potencialmente Expuesta y Procedimiento para su Determinación

5.4.1 El responsable debe efectuar un muestreo exploratorio conforme se establece en la Norma Mexicana NMX-AA-132-SCFI-2006 Muestreo de Suelos para la Identificación y la Cuantificación de Metales y Metaloides, y Manejo de la Muestra, y aplicar a las muestras de suelo los métodos analíticos descritos en el Apéndice Normativo B. Los resultados obtenidos corresponderán a las concentraciones iniciales totales (CI_T) de los elementos normados.

5.4.2 Un suelo puede representar un riesgo para la salud de las personas, cuando al menos una de las concentraciones de los elementos regulados en esta norma se encuentre por arriba de las concentraciones de referencia totales, ($CI_T > CR_T$), establecidas en la Tabla 1. Cuando las concentraciones iniciales sean menores o iguales a las concentraciones de referencia, ($CI_T \leq CR_T$), se considerará que el suelo no requiere de remediación.

5.4.3 Cuando las concentraciones iniciales totales son mayores a las concentraciones de referencia totales, ($CI_T > CR_T$), la persona física o moral responsable de la contaminación debe elegir la concentración objetivo de remediación, a través de alguna de las siguientes alternativas:

a. CR_T : la concentración total de los contaminantes en el suelo debe ser igual o inferior a las concentraciones de referencia (Tabla 1), conforme se establece en numeral 5.4.5.

b. CF_T : la concentración total de los contaminantes en el suelo debe ser igual o inferior a las concentraciones de fondo expresadas analíticamente como totales (CF_T), las cuales deberán ser determinadas como lo establece el numeral 5.4.6.

c. CE_T : la concentración total de los contaminantes en el suelo debe ser igual o inferior a las concentraciones específicas totales (CE_T), las cuales se deben determinar de acuerdo con lo establecido en el numeral 5.4.7.

5.4.4 Una vez definida la concentración objetivo, el primer paso es delimitar el área y estimar el espesor del suelo contaminado, para lo cual se realizará un muestreo de detalle de acuerdo a la NMX-AA-132-SCFI-2006 Muestreo de Suelos para la Identificación y la Cuantificación de Metales y Metaloides, y Manejo de la Muestra.

5.4.5 Determinación de Concentraciones Objetivo con base en Concentraciones de Referencia Totales (CR_T).

5.4.5.1 Un suelo requiere implementar acciones de remediación cuando las concentraciones iniciales totales sean superiores a las de referencia totales. ($CI_T > CR_T$).

5.4.6 Determinación de Concentraciones Objetivo con base en Concentraciones de Fondo Totales (CF_T).

5.4.6.1 Para determinar las concentraciones de fondo totales (CF_T) de la localidad, se debe proceder de acuerdo a la técnica de muestreo establecida en el numeral 8.4 de la Norma Mexicana NMX-AA-132-SCFI-2006 Muestreo de Suelos para la Identificación y la Cuantificación de Metales y Metaloides, y Manejo de la Muestra, y la determinación analítica del Apéndice Normativo B. Se tomará como concentración de fondo la media de la población cuando los valores obtenidos presenten una distribución normal y la mediana de la misma para una distribución diferente.

5.4.6.2 Cuando las concentraciones iniciales totales obtenidas en el muestreo exploratorio sean mayores a las concentraciones de fondo totales de al menos uno de los elementos en estudio, ($CI_T > CF_T$), y se elija como concentración objetivo la de fondo, el responsable debe implementar acciones de remediación.

5.4.6.3 Cuando las concentraciones iniciales totales en los suelos de los elementos regulados en esta norma, sean menores o iguales a las concentraciones de fondo, ($CI_T \leq CF_T$), el suelo no requiere de remediación.

5.4.7 Determinación de Concentraciones Objetivo con Base en Riesgo a la Salud (Concentraciones Específicas Totales: CE_T).

5.4.7.1 Para calcular las concentraciones específicas totales de los contaminantes en el sitio en estudio, el responsable de la contaminación debe llevar a cabo un estudio de evaluación del riesgo ambiental, para determinar el riesgo a la salud y al medio ambiente de aquellos elementos que contaminan el suelo. El riesgo al medio ambiente se puede determinar también conforme al numeral 5.5.1.2.

5.4.7.2 En el caso de que uno de los contaminantes sea plomo, la determinación de su concentración específica se podrá realizar a través de una evaluación de la bioaccesibilidad en sustitución de la de riesgo a la salud señalada en el numeral 5.4.7.1, conforme se establece en los incisos a, b y c. Lo anterior aplica sólo en lo que respecta al plomo.

a. Calcular el valor de la concentración específica (CE_T) aplicando la siguiente ecuación:

$$CE_T = CR_T/BA \quad (\text{ec. 1})$$

En donde:

CE_T = concentración específica mg/kg

CR_T = concentración de referencia total mg/kg señalada en la Tabla 1

BA = factor de bioaccesibilidad (adimensional).

b. El factor de bioaccesibilidad (BA), se debe obtener conforme al método de prueba establecido en el Apéndice Normativo C.

c. Cuando exista la posibilidad de que el suelo potencialmente contaminado de lugar a la exposición de la población por otras vías de exposición diferentes de la ingestión de suelo, deben identificarse las rutas de exposición a través de las cuales se da este contacto, y llevarse a cabo acciones preventivas para interrumpir esas rutas de exposición en tanto se lleva a cabo la remediación.

5.4.7.3 Un suelo requiere de acciones de remediación cuando las concentraciones iniciales totales de los elementos normados sean mayores a las concentraciones específicas totales ($CI_T > CE_T$). En caso contrario, ($CI_T \leq CE_T$), no es necesario implementar acciones de remediación.

5.4.7.4 Una vez definida la concentración específica, se debe delimitar el área y estimar el espesor del suelo contaminado, para lo cual se realizará un muestreo de detalle de acuerdo a la NMX-AA-132-SCFI-2006 Muestreo de Suelos para la Identificación y la Cuantificación de Metales y Metaloides, y Manejo de la Muestra.

5.5 Determinación de Concentración Objetivo para Sitios sin Población Humana Potencialmente Expuesta.

5.5.1 En los casos que el modelo conceptual determine que no existe población humana potencialmente expuesta, el responsable puede optar por:

5.5.1.1 Caracterizar el sitio y determinar las concentraciones específicas, con base en un estudio de evaluación del riesgo ambiental para aquellos elementos que contaminan el suelo; o

5.5.1.2 Medir las fracciones solubles de los elementos cuyas concentraciones puedan afectar y contaminar el medio ambiente, mediante el siguiente procedimiento:

5.5.1.2.1 Efectuar un muestreo exploratorio y de fondo del área de estudio y de los alrededores conforme a lo establecido en la Norma Mexicana NMX-AA-132-SCFI-2006 Muestreo de Suelos para la Identificación y la Cuantificación de Metales y Metaloides, y Manejo de la Muestra.

5.5.1.2.2 Obtener la determinación analítica de las concentraciones totales y solubles con base en los métodos descritos en el Apéndice Normativo B.

Los resultados analíticos deben aportar:

- a. Las concentraciones iniciales totales (CI_T);
- b. Las concentraciones iniciales solubles (CI_S); y
- c. Las concentraciones de fondo solubles (CF_S).

5.5.1.2.3 Sumar las concentraciones de fondo solubles (CF_S) a las concentraciones de referencia de contaminantes solubles (CR_S) establecidas en la Tabla 2.

5.5.1.2.4 Cuando las concentraciones iniciales de la fracción soluble (CI_S) sean mayores a los valores obtenidos con la suma del numeral 5.5.1.2.3, ($CI_S > CR_S + CF_S$), se debe proceder a efectuar un muestreo a detalle en el sitio para delimitar el área y estimar el espesor del suelo contaminado.

TABLA 2	
Concentraciones de referencia de contaminantes solubles (CR_S)	
Contaminante	Concentración (mg/L)
Arsénico	0,500
Bario	10,000
Berilio	0,122
Cadmio	0,100
Mercurio	0,020
Níquel	1,100
Plata	0,500
Plomo	0,500
Selenio	0,100
Talio	0,020
Vanadio	0,160

En el caso de cromo hexavalente, se aplicarán los siguientes criterios:

a. Cuando el acuífero no es vulnerable, el valor de CI (soluble, adsorbida y precipitada), se debe obtener de aplicar el método descrito en el Apéndice Normativo B, sección B.2.2, el que expresado en mg/kg, deberá ser menor o igual al valor de CR_T señalado en la Tabla 1 para suelos de uso agrícola/residencial.

b. Cuando el acuífero sea vulnerable, el valor de CI (soluble, adsorbida y precipitada), se debe obtener de aplicar el método descrito en el Apéndice Normativo B, sección B.2.2, el que expresado en mg/L deberá ser menor o igual a 2 mg/L.

5.5.1.2.5 Una vez delimitada el área se debe proceder a remediar las zonas contaminadas. Dicha remediación tendrá como concentración objetivo la suma de las concentraciones de referencia solubles y de fondo soluble ($CR_S + CF_S$).

5.5.1.2.6 Cuando las concentraciones iniciales totales puedan dispersarse por aire a zonas donde las condiciones ambientales permitan la solubilización de los metales y metaloides, se deben implementar medidas que eviten la dispersión eólica y/o hídrica de los suelos.

5.6 Criterios para la remediación de suelos.

5.6.1 La remediación tiene por objeto eliminar o reducir la concentración de los contaminantes, o el control de los mismos dentro de parámetros que no pongan en riesgo a la salud y al ambiente, lo cual se puede llevar a cabo a través de:

- a. Disminuir las concentraciones de los contaminantes de manera permanente.
- b. Disminuir la bioaccesibilidad y/o solubilidad de los contaminantes.
- c. Evitar la dispersión de los contaminantes en el ambiente.
- d. El establecimiento de controles institucionales.

5.6.2 Los residuos y lixiviados que puedan ser generados durante el tratamiento del suelo contaminado deben manejarse conforme a la legislación vigente.

5.6.3 La remediación se debe llevar a cabo conforme la legislación vigente.

6. Evaluación de la conformidad

6.1 La Evaluación de la Conformidad, se realizará, a petición de parte, por la PROFEPA, por los Organismos de Certificación, por las Unidades de Verificación u Organismos de Tercera Parte acreditados y aprobados en los términos establecidos por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento. En el caso de riesgo a la salud, será la Secretaría de Salud, quien deberá revisar la determinación de las concentraciones específicas para el ser humano de contaminantes en el ambiente.

6.2. La SEMARNAT y la Secretaría de Salud establecen que el procedimiento de evaluación de la conformidad a seguir por la autoridad o por terceros debidamente acreditados y aprobados, para determinar el grado de cumplimiento de esta norma, se apegará a lo establecido en el "Acuerdo mediante el cual se establece el Procedimiento para la Evaluación de la Conformidad para Normas Oficiales Mexicanas expedidas por la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales", publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de enero de 2006.

7. Grado de concordancia con normas y lineamientos internacionales y con las normas mexicanas tomadas como base para su elaboración

Esta Norma Oficial Mexicana no concuerda con norma internacional alguna, ni norma mexicana por no existir al momento de su elaboración.

8. Bibliografía

ASTM (American Society of Testing and Materials) (1995) Standard Guide for Corrective Action Applied at Petroleum Release Sites. E1739-95. Pennsylvania. (Sociedad Americana de Pruebas y Materiales (1995). Guía de acciones correctivas aplicable a sitios con derrame de hidrocarburos. E1739-95. Pennsylvania).

ASTM (American Society of Testing and Materials). Standard Guide for Developing Conceptual Site Models for Contaminated Sites. E1689-95. (Sociedad Americana de Pruebas y Materiales. Guía para el desarrollo del modelo conceptual para sitios contaminados. E1689-95).

ATSDR (Agency for Toxic Substances and Disease Registry) (1992). Evaluación de Riesgos en Salud por la Exposición de Residuos Peligrosos. Traducción del Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud. México.

Canadian Council of Ministers of the Environment. (1999). Summary of a protocol for the derivation of environmental and human health soil quality guidelines. Canadian soil quality guidelines for the protection of environmental and human health. Canada. (Consejo Canadiense de Ministros del Medio Ambiente (1999). Resumen de un protocolo para la obtención de las guías ambientales y de salud humana sobre calidad del suelo. Lineamientos canadienses de calidad de suelo para la protección del medio ambiente y la salud humana. Canadá).

Canadian Council of Ministers of the Environment. (1999). Guidance manual for developing site specific soil quality remediation objectives for contaminated sites in Canada. Canadian soil quality guidelines for the protection of environmental and human health. Canada. (Consejo Canadiense de Ministros del Medio Ambiente (1999). Guía para el desarrollo de objetivos específicos de remediación de suelos en sitios contaminados en Canadá. Lineamientos canadienses de calidad de suelo para la protección del medio ambiente y la salud humana. Canadá).

Commonwealth of Australia. (1999). Contaminated Sites. Best Practice Environmental Management in Mining. Environment Australia. (Commonwealth de Australia. (1999). Sitios contaminados. Las mejores prácticas para el manejo ambiental en minería. Medio Ambiente Australia).

DOD Environmental Technology Transfer Committee (1994). Remediation Technologies. Screening Matrix and Reference Guide. Federal Remediation Technologies Round Table. U.S.A. (Comité de transferencia de tecnología ambiental. Tecnologías de remediación. Matriz de evaluación y guía de referencia. Mesa Redonda de Tecnologías Federales de Remediación. E.U.A.).

GSI (Groundwater Services Inc.) (1999). RBCA Tool Kit for Chemical Releases v. 1.2. Texas. (GSI (Servicios de Aguas Subterráneas, Inc.) (1999). RBCA Herramientas para liberación de sustancias químicas. v. 1.2. Texas).

GSI (Groundwater Services Inc.) (2000). RBCA Tool Kit for Chemical Releases v. 1.3a. Texas. (GSI (Servicios de Aguas Subterráneas, Inc.) (1999). RBCA Herramientas para liberación de sustancias químicas. v. 1.3a. Texas).

ICME (1999). Guide to data gathering systems for risk assessment of metals and metal compounds. (ICME (1999) Guía de sistemas para la recopilación de datos de valoración de riesgo de metales y sus compuestos).

Innovative Technology Summary Reports (1999). Smart Sampling™. Subsurface contaminant focus area. Prepared for U.S. Department of Energy. (Reportes Sumarios de Tecnologías Novedosas (1999). Muestreo Inteligente™. Área enfocada a contaminantes en el subsuelo. Preparado para el Departamento de Energía de los Estados Unidos).

Ministere de L'aménagement du territoire et de L'environnement (1998). Gestion des sites (potentiellement) pollués. Version 1. France. (Ministerio de la Administración del Territorio y del Medio Ambiente (1998). Gestión de sitios (potencialmente) contaminados. Versión 1. Francia).

National Environmental Policy Institute. (2000). Assessing the bioavailability of metals in soil for use in human health risk assessments. USA. (Instituto Nacional de Políticas Ambientales. (2000). Evaluación de la biodisponibilidad de metales en suelo para la valoración de riesgo a la salud. E.U.A.).

NRC (National Research Council) 1983. Risk Assessment in the Federal Government: Managing the Process. National Academy Press. Washington, D.C. (Consejo Nacional de Investigación 1983. Evaluación del Riesgo en el Gobierno Federal: Administrando el Proceso).

National Academy Press. Washington, D.C. (Parametrix, Inc. (1995). Persistence, bioaccumulation and toxicity of metals and metals compounds. 1st publ. ICME.). (Parametrix, Inc. (1995) Persistencia, bioacumulación y toxicidad de metales y sus compuestos. 1era. edición. ICME.).

U.S. Department of Energy, Environmental Restoration Project (1999). Screening level ecological risk assessment methods. Environmental Cleanup Program. Los Alamos National Laboratory. University of California. (Departamento de Energía de los Estados Unidos. Proyecto de restauración ambiental. Métodos para la evaluación del riesgo ecológico. Laboratorio Nacional Los Alamos, Universidad de California).

U.S. Department of Transport. RAIS (2000). Glossary of useful terms found in risk assessment, embamb, health physics and waste management reports. (Departamento del Transporte de los Estados Unidos. RAIS (2000). Glosario de términos frecuentemente empleados en evaluación de riesgo, embamb, salud física y reportes de manejo de residuos).

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (1989). Risk Assessment Guidance for Superfund (RAGS), Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos. Guía del superfondo para evaluación de riesgo. <http://www.epa.gov/superfund/programs/risk/ragsa/index.htm>

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (s/a). Ground Water Contamination and Methodology. U.S.EPA Office of Research and Development. Technomic Publishing Co. Pennsylvania. 84-86. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos. Contaminación de Aguas Subterráneas y Metodología. US EPA Oficina de Investigación y Desarrollo. Technomic Publishing Co. Pennsylvania. 84-86).

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (1996). Soil Screening Guidance: User's Guide. Appendix C. Pub. 9355.4-23. Office of Solid Waste and Emergency Response. Washington D.C. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (1996). Guía para el tamiz o cribado del suelo. Manual del usuario, Apéndice C. Pub. 9355.4-23. Oficina de residuos sólidos y respuesta a emergencias. Washington D.C.).
<http://www.epa.gov/superfund/resources/soil/attachc.pdf>

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (Nov. 2003). Guidance for developing ecological soil screening levels. OSWER Directive. 9285.7-55 (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (Nov. 2003). Guía para desarrollar niveles de limpieza ecológicos en suelos OSWER Directive. 9285.7-55).

U.S.EPA (United States Environmental Protection Agency) (2001). Supplemental guidance for developing soil screening levels for superfund sites. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2001). Guía suplementaria para desarrollar niveles de limpieza de suelos en sitios del Superfondo).

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (2000a). List of Substances on IRIS (Integrated Risk Information System). (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2000a). Lista de sustancias en el sistema IRIS (Sistema Integral de Información de Riesgo).
<http://www.epa.gov/iris/subst/index.html>

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (2000b). EPA Región III RBC Table 04/13/2000. <http://www.epa.gov/reg3hwmd/risk/riskmenu.htm>. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2000b). Tabla 04/13/2000 EPA Región III RBC).
<http://www.epa.gov/reg3hwmd/risk/riskmenu.htm>

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (2004). EPA Región 9 PRGs Tables. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2004). Tablas de los PRGs EPA Región 9).

<http://www.epa.gov/Region9/waste/sfund/prg/files/04prgtable-old2.pdf>

U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency) (2004) Users' Guide and Background Technical Document for USEPA Region 9's Preliminary Remediation Goals (PRG) Table (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2004). Guía del Usuario y Documento Técnico de Antecedentes para la Región 9 de la USEPA Tabla de Metas de Remediación Preliminares (PRG).

<http://www.epa.gov/docs/region09/waste/sfund/prg/files/04usersguide.pdf>

U.S. EPA (1993). Wildlife exposure factor handbook. Office of Health and Environmental Assessment. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos. Manual de factores de exposición de la vida salvaje. Oficina de Evaluación de Salud y Medio Ambiente).

U.S. EPA (2002). Soil calculations. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2002). Cálculos en suelos.) www.epa.gov/region9/waste/sfund/prg/files/02soils.pdf

U.S. Navy and Marine Corps. Guide for Incorporating Bioavailability Adjustments into Human Health and Ecological Risk Assessments at U. S. Navy and Marine Corps Facilities. 2000. (Guía para incorporar ajustes de bioaccesibilidad en la salud humana y evaluación de riesgo ecológico en las instalaciones de la Marina de los Estados Unidos. 2000).

Waste Management Act. Contaminated Sites Regulation. (1997). Province of British Columbia. Canada. (Ley para el Manejo de Residuos. Regulación de Sitios Contaminados. (1997). Provincia de Columbia Británica, Canadá).

9. Observancia de esta Norma

La vigilancia del cumplimiento de la presente Norma Oficial Mexicana corresponde a la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, por conducto de la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente y a la Secretaría de Salud, a través de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios. El personal de estas Secretarías realizará los trabajos de inspección y vigilancia que sean necesarios, dentro del ámbito de sus respectivas competencias. Las violaciones a la misma se sancionarán en los términos de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos y Ley General de Salud, y demás ordenamientos jurídicos aplicables.

TRANSITORIOS

PRIMERO.- La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor a los sesenta días naturales siguientes de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

SEGUNDO.- Provéase la publicación de esta Norma Oficial Mexicana en el Diario Oficial de la Federación.

Ciudad de México, Distrito Federal, a los cuatro días del mes de mayo de dos mil seis.- 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, **José Ramón Ardaín Ituarte.-** Rúbrica.- El Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios de la Secretaría de Salud y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, **Juan Antonio García Villa.-** Rúbrica.

APENDICE NORMATIVO A: MODELO CONCEPTUAL

I. INTRODUCCION Y CONCEPTOS BASICOS.

Un modelo conceptual es la representación esquemática de un sistema ambiental y de los procesos físicos, químicos y biológicos que determinan el transporte de los contaminantes desde la fuente de emisión hacia los diversos medios ambientales y de ahí a los posibles receptores del sistema representado. En las ciencias ambientales, el modelo conceptual es una herramienta muy útil para representar de manera clara y concisa el desarrollo de un evento de contaminación ambiental.

Cuando se trabaja en la remediación de suelos contaminados, el modelo conceptual resulta ser una herramienta indispensable para definir la extensión de la afectación con base en el riesgo potencial de exposición a organismos vivos presentes en un sitio.

El modelo conceptual como apoyo en la remediación de suelos contaminados tiene los siguientes objetivos:

1. Identificar la forma en que los contaminantes pueden llegar de la fuente de emisión a los organismos vivos, incluidos los seres humanos.
2. Identificar las áreas de muestreo.
3. Determinar la necesidad de llevar a cabo una evaluación del riesgo ambiental, a fin de delimitar las zonas que requieran ser remediadas.
4. Identificar los casos en que será necesario implementar medidas correctivas inmediatas, a fin de interrumpir las rutas de exposición para eliminar o disminuir el riesgo a los organismos receptores.

Los elementos que definen a un modelo conceptual y que deben ser desarrollados para la determinación del grado de contaminación de un sitio son:

1. Caracterización del sitio.
2. Identificación de los contaminantes.
3. Identificación de los mecanismos de liberación y transporte de contaminantes.
4. Identificación de posibles receptores y rutas de exposición.
5. Identificación de vías de exposición.
6. Integración y representación del modelo.

II. DESARROLLO DEL MODELO CONCEPTUAL

El modelo conceptual se inicia con el planteamiento de una hipótesis preliminar sobre las posibles rutas que los contaminantes pueden seguir desde la fuente de emisión hasta los organismos receptores y la forma en que dichos contaminantes ingresan al organismo, es decir, las vías de exposición (véase Figura 1). El modelo se va afinando conforme se profundiza en los datos y análisis de las variables del modelo, lo que permite ratificar, modificar o desechar la hipótesis inicial. Esto es, el modelo se desarrolla y afina en un proceso iterativo, en el que se va agregando información que permita determinar con mayor precisión los mecanismos de liberación, transporte y exposición en el sitio en estudio.

El desarrollo del modelo conceptual termina cuando se ha agotado la información disponible y se tiene conocimiento de las rutas y vías de exposición.

A continuación se describen las actividades básicas para el desarrollo del Modelo Conceptual.



Figura 1: Proceso iterativo para la conformación de un Modelo Conceptual confiable

1. Caracterización del sitio.

Esta actividad tiene como objetivo conocer las características físicas, climáticas, biológicas y socioeconómicas del sitio en estudio presuntamente contaminado que puedan ser importantes o determinantes en la definición de rutas y vías de exposición.

La caracterización del sitio, requiere de información documental y de campo sobre diversos parámetros, los cuales pueden variar dependiendo de la complejidad del sitio. En la tabla 1 se presenta de manera enunciativa, algunos de los elementos y parámetros ambientales que deben ser empleados en la caracterización; dicha tabla presenta los requerimientos de información para el estudio del sitio.

Cuando los datos sobre el sitio y la hipótesis inicial indiquen posibles rutas de exposición hacia seres humanos, la información recopilada y analizada debe de enfocarse hacia este aspecto; en caso de que no exista población humana potencialmente expuesta, el modelo habrá de identificar la exposición de especies vegetales o animales con el fin de determinar su vulnerabilidad ante la exposición a los contaminantes regulados por esta norma.

2. Identificación de los contaminantes normados.

Una vez analizada la información documental y de campo, y obtenido resultados de los análisis de suelos muestreados, se establece el origen, naturaleza y distribución de los contaminantes presentes en el sitio en estudio. Con base en esta información se podrán identificar los mecanismos de liberación y transporte.

En un plano o croquis del sitio se deben ubicar las zonas en las que se encuentran los contaminantes.

Esta actividad y la indicada en el numeral 1, se desarrollan simultáneamente y de su análisis conjunto se revisa la hipótesis inicial para corroborar si la distribución de los contaminantes se ajusta a lo considerado en un inicio, en lo que se refiere a la(s) fuente(s) de contaminación.

3. Identificación de los mecanismos de liberación y transporte.

Con esta actividad se busca determinar cómo los contaminantes pueden ser transferidos de la fuente de emisión al suelo y de éste hacia el aire o el agua lo que permitirá conocer la(s) ruta(s) de transporte.

Los mecanismos de liberación --procesos químicos o biológicos mediante los cuales los contaminantes son liberados del suelo hacia otros medios-- se determinan identificando los procesos que permiten que los contaminantes “abandonen” el suelo, entendido éste como una fuente secundaria de contaminación, para después pasar a otro medio como puede ser el agua. Como ejemplo de un mecanismo de liberación químico está la presencia de lluvias ácidas, que desencadenan un proceso de solubilización y lixiviación de los contaminantes hacia aguas subterráneas; un ejemplo de un proceso biológico es la acidificación de suelos por ciertas especies de plantas a causa de la presencia de contaminantes.

En el caso de mecanismos de transporte --procesos físicos en el que los contaminantes migran en el suelo o del suelo hacia otro medio--, un ejemplo puede ser el arrastre por aguas pluviales o por erosión eólica, que trasladen los contaminantes del suelo hacia otros medios.

La identificación de mecanismos de liberación y transporte de contaminantes hacia organismos receptores, es fundamental para determinar el impacto de la contaminación. De no identificarse algún mecanismo u organismo receptor, el desarrollo del modelo conceptual debe concluir en este punto.

Al terminar estas actividades se puede revisar nuevamente la hipótesis inicial para, en su caso, corregirla o desechar posibles rutas de exposición planteadas al inicio.

4. Identificación de los posibles receptores y las rutas de exposición.

Con base en los datos de la caracterización del sitio y la identificación de los contaminantes, la existencia de mecanismos de liberación y transporte, y cuando sea posible con el apoyo de modelos de simulación o en su caso la experiencia del equipo que esté desarrollando el modelo, se debe inferir si los contaminantes pueden llegar a algún receptor por aire, agua o suelo.

Los receptores pueden ser poblaciones humanas o biológicas.

Con base en los ejemplos del numeral 3, es posible inferir que los contaminantes que migraron al acuífero sean ingeridos por una población humana, al extraer agua de éste para su consumo; en este caso la ruta de exposición es suelo-acuífero-humano o de manera más detallada suelo (lixiviación)-acuífero-pozo-humano.

Como se puede ver, una ruta de exposición completa solo puede existir si se presentan los elementos ya mencionados: medio contaminado, mecanismos de liberación, mecanismos de transporte y puntos de contacto. Una ruta de exposición se considera que se encuentra incompleta cuando falta alguno de los elementos anteriores.

Durante la realización de estos estudios es importante determinar la posibilidad de que estos elementos ocurran en tiempo presente o a futuro.

La figura 2 muestra una representación pictográfica de un escenario de estudio.

5. Identificación de vías de exposición.

Las vías de exposición -- proceso por el cual el contaminante entra en contacto directo con el organismo receptor--, pueden ser:

a. Ingestión: los contaminantes ingresan al organismo por vía oral. Por ejemplo la ingesta accidental o habitual de suelo por niños.

b. Inhalación: los contaminantes ingresan al organismo por las vías respiratorias. Por ejemplo, respirar aire con polvo proveniente de un suelo contaminado.

c. Contacto dérmico: los contaminantes ingresan al organismo a través de la piel. Por ejemplo, por contacto constante y prolongado con aguas contaminadas.

La evaluación de riesgos a la salud es función de las vías de exposición, de ahí la importancia en la identificación de las mismas.

6. Integración y representación del problema.

La información de los numerales 1 al 5 debe analizarse en su conjunto para poder representar el modelo que sea acorde a las condiciones de la realidad.

La figura 3 muestra un ejemplo de Modelo Conceptual en donde se ha plasmado el resultado del análisis de los elementos arriba descritos para un caso de contaminación, el cual se interpreta de la siguiente manera:

a. La caracterización del sitio ha permitido identificar las actividades antropogénicas o naturales en la zona así como las características del sitio. Las fuentes primarias de contaminación se han identificado así como los contaminantes de interés.

b. Mediante muestreos en suelo se ha identificado la presencia del contaminante y se tiene ya una primera idea de la extensión de la contaminación en el sitio.

c. A partir de la caracterización del sitio y muestreos se identificaron los mecanismos de transporte viables: por escurrimientos de agua hacia sedimentos de aguas superficiales; por infiltraciones y percolaciones hacia mantos de agua subterránea; y, acarreamiento del contaminante por efecto del viento. Esos nuevos depósitos de los contaminantes se convirtieron en fuentes secundarias de contaminación.

d. A partir de las fuentes secundarias se identificaron mecanismos secundarios de liberación en donde por efectos de lixiviación, se genera contaminación de aguas subterráneas.

Después de hacer un análisis de toda la información generada, se obtuvieron los siguientes resultados:

Riesgo en aguas superficiales:

- Afectación a la salud humana al ponerse en contacto (contacto dérmico) con este medio.
- Riesgo por ingestión en el caso de animales, algunos de ellos de consumo humano, como los patos y otras aves de la región.

Riesgo en aguas subterráneas:

- Riesgo a la salud humana por la ingestión de agua de pozos contaminados con el agua subterránea.

Riesgo en suelo:

- Riesgo a la salud humana por contacto dérmico con el suelo contaminado o por ingestión del suelo tanto por parte de humanos (principalmente niños) como de animales.

Riesgo por dispersión eólica de contaminantes:

- Riesgo a la salud humana y animal, vía de inhalación.

En todos los casos se puede presentar riesgo a la salud humana por consumo de vegetales locales, por la contaminación de cultivos de tubérculos y forrajes.

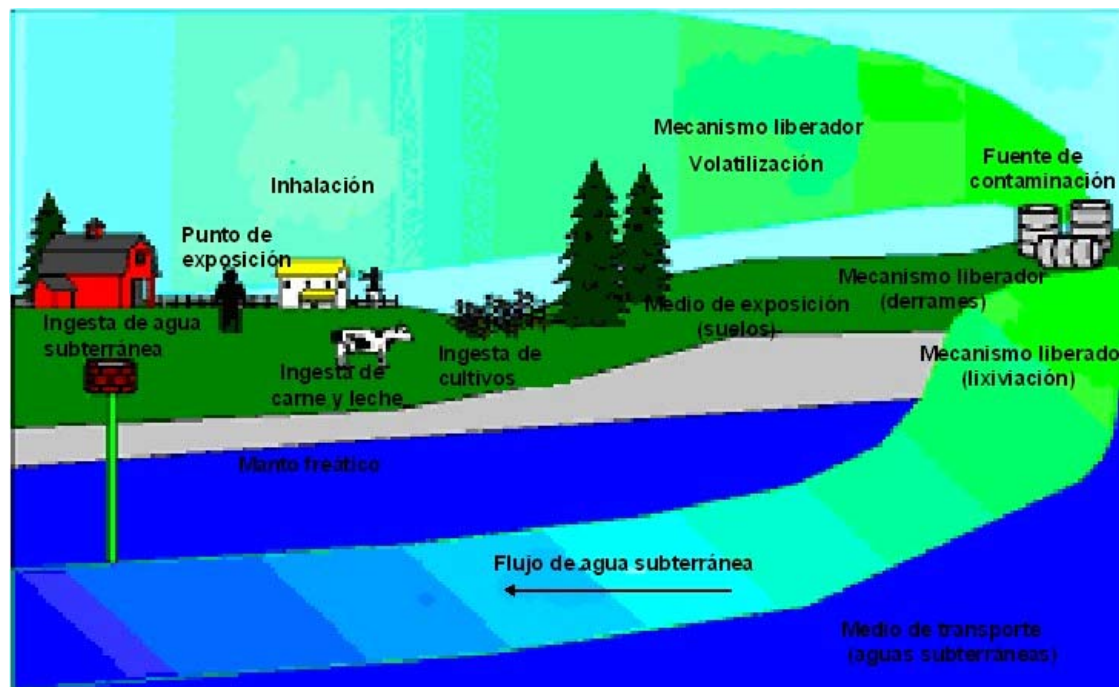


Figura 2. Modelo conceptual del escenario en el sitio de estudio

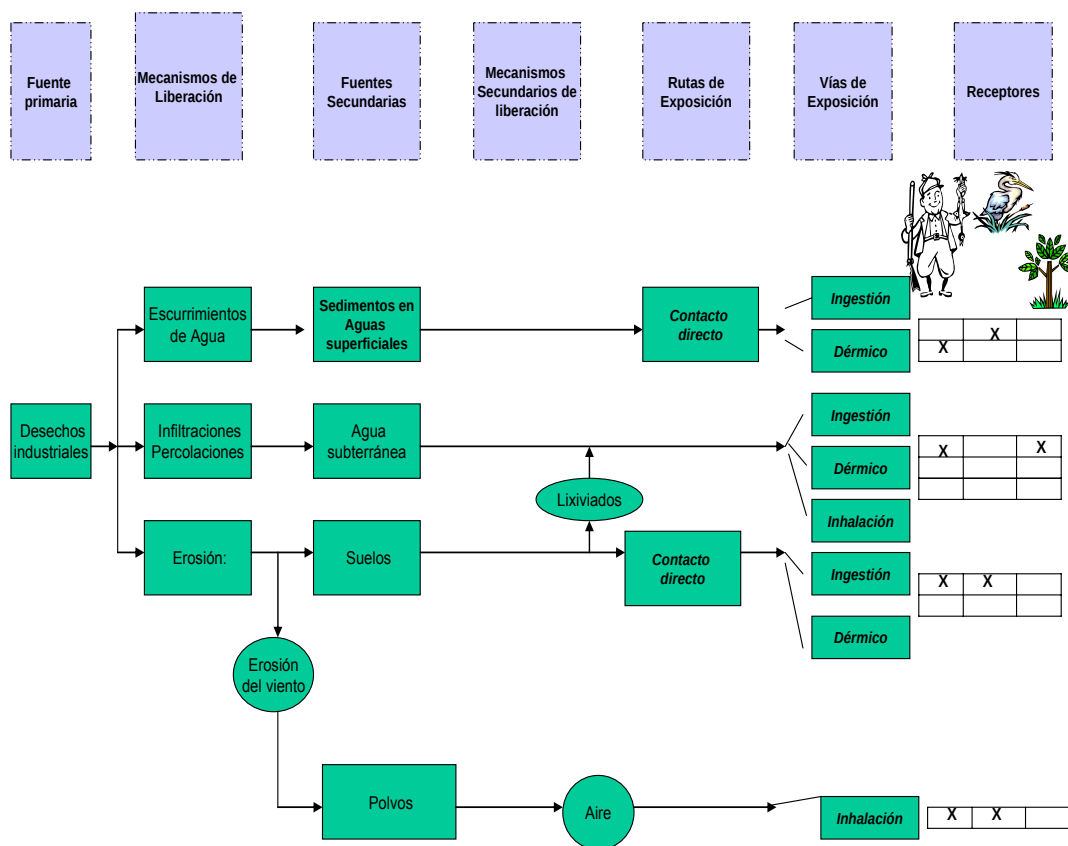


Figura 3. Ejemplo de un Modelo Conceptual conteniendo la potencialidad de riesgos a la salud o al ambiente en un evento de contaminación de suelo.

TABLA 1. Información para la caracterización del sitio.

	AREA TEMATICA	INFORMACION
Identificación de los contaminantes esenciales	Origen de la contaminación. Descripción del proceso o evento generador de la contaminación; especificar infraestructura de operación.	- Punto(s) de emisión. - Sustancia(s) involucrada(s). - Fecha y duración. - Proceso que generó la contaminación. - Otras posibles fuentes de contaminación del evento. - Modelación de la migración de la contaminación desde el origen al sitio.
	Ubicación espacial de la contaminación. Determinar las coordenadas geodésicas en que se encuentra el sitio afectado ² .	- Observación de campo. - Muestreo exploratorio. - Muestreo de fondo - Muestreo de detalle - Simulación de proceso de contaminación. - Mediciones de calidad del aire y agua

² De conformidad con lo dispuesto en el Acuerdo que reforma y adiciona las normas técnicas para levantamientos geodésicos, publicadas al 1o. de abril de 1985.

Características Físicas ³	Topografía	• Cartografía INEGI⁴. • Levantamiento topográfico
	Edafología	• Cartografía INEGI. • Perfiles de suelo⁵. • Muestreo de fondo. • Medición de pH, conductividad eléctrica y textura.⁶ • Determinación de capacidad de intercambio iónico. • Coeficiente de difusividad.
	Hidrología superficial	• Observación en campo de patrones de escurrimiento. • Cartografía INEGI • Calidad del agua registrada por CNA⁷. • Usos del agua de acuerdo a CNA. • Análisis de calidad del agua. • Levantamiento <i>in situ</i> de usos del agua. • Identificación de descargas de aguas residuales "externas" y determinación de su calidad.
	Hidrología subterránea	• Observación de pozos en campo • Datos de CNA sobre calidad del acuífero • Cartografía INEGI • Determinación de nivel freático en campo. • Ubicación espacial del acuífero. • Determinación de vulnerabilidad
Características Climáticas	Patrones de viento	• Cartografía INEGI. • Datos de estaciones climatológicas cercanas. • Medición y observación <i>in situ</i>.
	Velocidad de viento	• Cartografía INEGI. • Datos de CNA Medición <i>in situ</i>.
	Precipitación pluvial	• Cartografía INEGI. • Datos de CNA. • Medición <i>in situ</i>.
	Eventos catastróficos	• Datos INEGI y CNA.
Características Biológicas ⁸	Flora y fauna silvestres	• Información bibliográfica. • Conocimiento popular. • Muestreo y determinación de especies en campo y laboratorio.
	Cultivos y ganado	• Censo INEGI. • Observación de campo.

³ Describir el relieve del sitio, altitud, tipos de roca y minerales existentes, tipos de suelos predominantes en la región, yacimientos minerales, clima de la región, precipitación pluvial media anual de la región y principales regiones hidrológicas.

⁴ Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática (INEGI).

⁵ Determinar la cantidad de materia orgánica, minerales y nutrientes en el suelo, así como, los horizontes existentes, con base en la nomenclatura internacional.

⁶ Para la textura del suelo determinar si se trata de limo, arcilla, arena o grava, el tamaño de partícula y consistencia. Se clasificará el suelo de acuerdo con lo establecido en el Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (SUCS).

⁷ Comisión Nacional del Agua (CNA).

⁸ Describir la existencia estratos de vegetación, sus tipos y distribución; existencia de zonas de reserva ecológica; diversidad de flora y fauna típica y de la región; identificación de flora y fauna en peligro de extinción.

Características Socioeconómicas	Población	• Censo INEGI. • Levantamiento en campo.
	Mortalidad y morbilidad	• Censo INEGI. • Datos SSA. • Encuesta de campo.
	Hábitos higiénicos y alimenticios	• Encuesta de campo
	Uso previo del suelo	• Cartografía INEGI. • Investigación de campo.
	Uso actual	• Cartografía INEGI. • Planes estatales de desarrollo. • Plan de desarrollo municipal. • Levantamiento en campo. • Simulación de tendencias regionales.
	Infraestructura para el aprovechamiento hidráulico	• Cartografía INEGI. • Observación en campo. • Levantamiento en campo.

APENDICE NORMATIVO B: METODOS ANALITICOS

OBJETIVO

Establecer los procedimientos para la preparación de las muestras y los métodos analíticos para caracterizar los suelos de un sitio presuntamente contaminado por los elementos normados, o para la determinación de las concentraciones de fondo.

INDICE

B.0 Aspectos generales

B.1 Medición de pH

B.2 Procesos de extracción y digestión de muestras

B.2.1 Digestión ácida por microondas

B.2.2 Digestión alcalina para cromo hexavalente

B.2.3 Extracción de solubles con agua en equilibrio con CO₂

B.3 Métodos por espectrometría de absorción atómica

1.0 Por flama (aspiración directa)

2.0 Horno de grafito

3.0 Generación de hidruros y vapor frío

B.3.1 Métodos analíticos por aspiración directa, generación de hidruros y vapor frío

B.3.1.1 Métodos analíticos por aspiración directa para cada elemento

3.1 Bario

3.2 Berilio

3.3 Cadmio

3.4 Níquel

3.5 Plata

3.6 Plomo

3.7 Talio

3.8 Vanadio

B.3.1.2 Métodos analíticos por horno de grafito para talio y vanadio

3.1 Talio

3.2 Vanadio

B.3.1.3 Métodos analíticos por generación de hidruros para arsénico y selenio**3.1 Arsénico****3.2 Selenio****B.3.1.4 Método analítico por vapor frío para mercurio****B.4 Método por espectrometría de emisión con plasma acoplado inductivamente****B.5 Determinación colorimétrica de cromo VI****B.6 Determinación de humedad****B.0 Aspectos Generales.**

1.1 La colección de muestras, su preservación y manejo debe ser realizada de acuerdo a la NMX- AA-132-SCFI-2006.

1.2 Las muestras deben ser refrigeradas y analizadas tan rápido como sea posible de acuerdo con los tiempos establecidos en la Tabla 1 de la NMX-AA-132-SCFI-2006.

1.3 Para suelos presuntamente contaminados con Cr (VI), no realizar el secado de la muestra, ya que ésta debe conservar la humedad de campo para que la muestra mantenga su estado de oxidación real. Almacenar las muestras con la humedad de campo a $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ hasta el análisis. El cromo hexavalente es estable en el suelo por treinta días después del muestreo con humedad de campo y es estable en digestión alcalina por no más de 168 horas después de la extracción del suelo.

B.1 Medición de pH**1.0 Campo de Aplicación**

1.1 Este procedimiento electrométrico aplica para medir pH en muestras de suelos.

2.0 Resumen del método

2.1 La muestra se mezcla con agua, y se mide el pH de la solución acuosa con un potenciómetro.

3.0 Interferencias

3.1 Las muestras con pH bajo o alto pueden dar lecturas incorrectas durante la medición.

3.2 En las muestras con un valor verdadero de pH >10 , la medición puede dar una lectura baja. Este error puede minimizarse utilizando un electrodo para bajo error en sodio. En las muestras con un valor verdadero de pH <1 , la medición puede dar una lectura alta.

3.3 Las variaciones de temperatura causan errores en la medición.

3.4 Hay errores cuando el electrodo comienza a recubrirse. Cuando un electrodo comienza a recubrirse con material aceitoso que no se quita al enjuagar, entonces el electrodo puede: **1)** Limpiarse en un baño ultrasónico, o **2)** lavarse con solución de detergente y enjuagarse varias veces con agua, colocarlo en una solución de HCl 1:10 hasta que una tercera parte del electrodo quede sumergida, posteriormente enjuagar muy bien con agua, o **3)** limpiarlo de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

4.0 Material y equipo.

4.1 Vasos de precipitado de volumen adecuado para la prueba

4.2 Electrodo con bajo error en sodio

4.3 Barras de agitación

4.4 Balanza calibrada, con sensibilidad de 0,1 g

4.5 Termómetro calibrado en el intervalo adecuado de trabajo

4.6 Medidor de pH o potenciómetro calibrado en el intervalo de trabajo adecuado.

4.7 Parrilla de agitación.

5.0 Reactivos.

5.1 Los reactivos a utilizar deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado.

5.2 Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

5.3 Soluciones amortiguadoras con pH conocido trazables a un organismo autorizado.

6.0 Procedimiento.**6.1 Calibración.**

6.1.1 Debido a la extensa variedad de medidores de pH y accesorios, los procedimientos de operación detallados no se incluyen. El instrumento, debe ser calibrado con un mínimo de dos puntos, en el intervalo en que se espera esté el pH de la muestra, la calibración y la medición de pH deben realizarse a $25^{\circ}\text{C} \pm 1,0^{\circ}\text{C}$, es necesario repetir los ajustes de pH con las dos soluciones de referencia hasta que las lecturas se encuentren dentro de 0,05 unidades de pH del valor de la solución de referencia.

6.2 Preparación de la muestra.

6.2.1 Pesar 20 g de muestra en un vaso de precipitado, agregar 20 mL de agua, cubrir con un vidrio de reloj, y agitar por 5 minutos. Se pueden hacer diluciones cuando se trabaja con suelos higroscópicos, sales u otras matrices problemáticas.

6.2.2 Filtrar o centrifugar, o dejar reposar la suspensión de suelo por una hora para permitir sedimentar los sólidos.

6.3 Medición de pH

6.3.1 Sumergir el electrodo en el filtrado o en el sobrenadante.

6.3.2 Si la temperatura de la muestra difiere por más de 2°C de la solución de referencia utilizada, el valor de pH debe ser corregido.

6.3.3 Reportar el resultado como pH de suelo medido en agua a $^{\circ}\text{C}$, donde $^{\circ}\text{C}$ es la temperatura a la cual se hizo la prueba.

6.3.4 Realizar la medición por triplicado.

6.3.5 Enjuagar el electrodo con agua destilada entre cada medición.

7.0 Medidas de seguridad.

7.1 Utilizar batas, guantes y lentes de seguridad.

8.0 Control de calidad.**8.1 Secuencia de análisis:**

8.1.1 Calibrar el equipo en un intervalo de medición adecuado.

8.1.2 Verificar la calibración.

8.1.3 Leer el lote de muestras.

8.1.4 Por cada 10 muestras leer una muestra por duplicado.

8.1.5 Por cada 10 muestras leer una solución amortiguadora de pH conocido para verificar la calibración del potenciómetro.

8.1.6 Terminar el análisis leyendo una solución amortiguadora de pH conocido.

B.2 Procesos de extracción y digestión de muestras**B 2.1 Digestión ácida por microondas****1.0 Alcance y campo de aplicación**

1.1 Este método aplica para la digestión de suelos (digestión ácida asistida por microondas), para Arsénico, Bario, Berilio, Cadmio, Cromo, Plata, Plomo, Mercurio, Níquel, Selenio, Talio y Vanadio. El Bario, Berilio, Cromo, Plata y Vanadio requieren de adición de HCl.

1.2 Las digestiones obtenidas por este método son adecuadas para el análisis por Absorción Atómica (AA) por Aspiración Directa, Absorción Atómica por Horno de Grafito (HG), Absorción Atómica por Vapor Frío, Absorción Atómica por Generación de Hidruros, Espectroscopia de Emisión Atómica con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-AES), y Espectroscopia de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS). Sin embargo, la adición de HCl puede limitar algunos métodos de detección, o incrementar las dificultades de detección con algunas técnicas.

2.0 Resumen del método.

2.1 Una muestra representativa de 0,5 g es digerida con 10 mL de ácido nítrico; o con 9 mL de HNO_3 y 3 mL de ácido clorhídrico, utilizando calentamiento por microondas.

2.2 Las muestras y el (los) ácido(s) se colocan en vasos de fluorocarbono (PFA o TFM) o de cuarzo para microondas.

2.3 Los recipientes se tapan, se colocan en la unidad de microondas para su digestión. Una vez fríos los recipientes, el contenido se filtra, centrifuga o deja sedimentar, se diluye a un volumen conocido de acuerdo a la concentración esperada del analito y se analiza por el método correspondiente.

3.0 Interferencias.

3.1 Los compuestos muy reactivos o volátiles pueden originar presiones altas debidas a la generación de gases durante la digestión, lo que puede causar la apertura de los recipientes ocasionando una pérdida potencial de muestra y/o analitos. Para estos casos no emplear muestras mayores a 0,25 g.

3.2 Se pueden disolver por este método muchos tipos de muestra. Sin embargo, algunas muestras refractarias de matrices como cuarzo, silicatos, dióxido de titanio, alúmina y otros óxidos no pueden disolverse y en algunos casos pueden secuestrar elementos, estos elementos se consideran no móviles en el medio ambiente y por lo tanto son excluidos como mecanismos de transporte acuoso de contaminantes.

4.0 Material y equipo.

4.1 Material.

4.1.1 Matraz volumétrico de 50 o 100 mL, clase A.

4.1.2 Vasos de digestión para horno de microondas, de fluorocarbono (PFA o TFM) o cuarzo.

4.1.3 Papel filtro cualitativo o equivalente.

4.1.4 Embudo de vidrio, polipropileno, u otro material adecuado para filtración.

4.2 Equipo.

4.2.1 Horno de microondas con sensor de temperatura y una resolución de $\pm 2.5^\circ\text{C}$, ajuste automático de la potencia del campo de microondas, sensores de temperatura con una exactitud de $\pm 2^\circ\text{C}$. Capaz de reproducir un perfil de temperatura y proveer un intervalo de potencia nominal de 600 hasta 1 200 W.

4.2.2 Balanza analítica calibrada, con una sensibilidad de 0,1 mg.

5.0 Reactivos.

5.1 Todos los ácidos utilizados deben ser con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco. Se pueden usar otros grados de ácidos, siempre y cuando se evalúe y valide su desempeño para asegurar que los reactivos son de pureza suficiente para permitir su uso sin dañar la sensibilidad de la determinación. Si la pureza del reactivo es cuestionable, éste deberá ser analizado para determinar el nivel de impurezas. El blanco de reactivos debe de ser menor al límite de detección (LD) para poder ser usado.

5.1.1 Acido nítrico concentrado (HNO_3).

5.1.2 Acido clorhídrico concentrado (HCl).

5.2 Materiales de referencia trazables a un organismo autorizado.

5.3 Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

6.0 Control de calidad.

6.1 Todos los datos de control de calidad deben mantenerse y estar disponibles para referencia o inspección por un periodo de tres años. Este método está restringido para ser usado por un analista experimentado o bajo supervisión del mismo.

6.1.1 Incluir un blanco de método, preparado con agua y los ácidos utilizados por cada lote de muestras.

6.1.2 Incluir un blanco adicionado con agua y los analitos de interés cada lote de muestras o cada 20 muestras.

6.1.3 Incluir una muestra duplicada por lote de muestras o cada veinte muestras y preparar una muestra duplicada para cada tipo de matriz.

6.1.4 Incluir una muestra adicionada por lote de muestras o cada veinte muestras y preparar una muestra adicionada para cada tipo de matriz.

6.2 Verificar periódicamente la exactitud del sistema de medición de temperatura (consultar el instructivo del fabricante para el procedimiento específico de calibración del sensor de temperatura).

7.0 Calibración.

7.1 Calibrar el horno microondas de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

8.0 Procedimiento.

8.1 Lavado de material.

8.1.1 Lavar todo el material utilizado con ácido diluido al 10% y enjuagar con agua reactivo. Cuando se hace un cambio entre muestras de alta concentración a muestras de baja concentración, limpiar los recipientes con ácido clorhídrico caliente (1:1) (a más de 80°C y un poco menos que la ebullición) por un mínimo de dos horas seguido por ácido nítrico caliente (1:1) (a más de 80°C y menor a la ebullición) por un mínimo de dos horas, enjuagar con agua reactivo y secar en un ambiente limpio. Aplicar este procedimiento de limpieza, antes de utilizar los recipientes de digestión, o cuando se sospecha de una contaminación cruzada. Podrán emplearse otros métodos, siempre que se asegure la limpieza de los recipientes.

8.1.2 Para evitar la precipitación de la plata, verificar que durante el enjuague todo el HCl haya sido eliminado de los recipientes de digestión.

8.2 Digestión de la muestra.

8.2.1 Preparar la muestra de acuerdo a la NMX-AA-132-SCFI-2006.

8.2.2 Pesar no más de 0,5 g de muestra bien homogeneizada con una precisión de 0,001 g, directamente en el recipiente de digestión. Para suelos contaminados con aceite pesar no más de 0,250 g de muestra.

8.2.3 Agregar $10 \pm 0,1$ mL de ácido nítrico o $9 \pm 0,1$ mL de ácido nítrico y $3 \pm 0,1$ mL de ácido clorhídrico, a los recipientes de digestión dentro de una campana de extracción. La adición de HCl puede limitar las técnicas de detección o incrementar los problemas del análisis en algunos sistemas de detección.

Adicionar el HCl en forma concentrada y no en combinación premezclada de ácidos, ya que puede generar gas cloro u otros gases, resultantes de la solución ácida premezclada. Estos gases pueden reaccionar violentamente bajo calentamiento.

Durante la digestión generalmente se producen óxidos de nitrógeno y vapores de cloro. Abrir los recipientes de digestión en una campana de extracción y utilizar equipo de seguridad apropiado.

8.2.4 Cuidar que no haya una reacción violenta, especialmente con muestras que contienen volátiles o especies orgánicas fácilmente oxidables. Para una matriz de este tipo usar inicialmente no más de 0,100 g de muestra. Si ocurre una reacción violenta tras la adición del reactivo, dejar que la muestra se predigiera hasta que cese la reacción, sin cubrir el recipiente. Calentar en este paso por seguridad (por ejemplo, el desprendimiento de dióxido de carbono por descomposición de carbonatos, la fácil oxidación de la materia orgánica, etc.). Una vez que la reacción inicial ha cesado, continuar con el procedimiento de digestión. Sin embargo, si no hay una reacción apreciable, usar 0,500 g de muestra.

8.2.5 Tapar el recipiente de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Colocar los recipientes en la unidad de microondas conforme al instructivo del equipo y cuando aplique, conectar los monitores de presión y temperatura a los recipientes de acuerdo con las especificaciones del proveedor.

8.2.6 El tiempo de digestión para cada grupo de muestras es de 10 minutos. La temperatura de cada muestra se puede elevar hasta $175 \pm 5^\circ\text{C}$ en aproximadamente $5,5 \pm 0,25$ minutos y mantenerse a $175 \pm 5^\circ\text{C}$ por 4,5 minutos. Cuando se utilice el sistema de retroalimentación, el número de muestras que pueden ser simultáneamente digeridas puede variar, de acuerdo con el perfil de calentamiento previamente especificado en esta sección (el número depende de la potencia de la unidad, el número de recipientes y las pérdidas de calor de los recipientes).

La presión llegará a su punto máximo entre 5 y 10 minutos para muchas muestras. Si la presión excede el límite de presión de los recipientes, la presión debe reducirse en forma segura utilizando los mecanismos de alivio de los recipientes.

8.2.7 Al final del programa de microondas, dejar enfriar los recipientes por un mínimo de 5 minutos antes de sacarlos de la unidad de microondas. Enfriar los recipientes a temperatura ambiente, verificar que los sellos de cada vaso o recipiente no estén rotos, en este caso se debe repetir la digestión de esa muestra.

8.2.8 Ventear cada vaso o recipiente y destapar con cuidado en una campana de extracción.

8.2.9 Si las muestras digeridas tienen partículas que pueden obstruir el nebulizador o interferir en la inyección de la muestra al equipo, centrifugar, filtrar o dejar sedimentar cada muestra.

8.2.9.1 Centrifugación: Centrifugar a 2 000-3 000 r.p.m. por 10 minutos.

8.2.9.2 Sedimentación: Si hay material insoluble como SiO_2 , TiO_2 u otros óxidos refractarios, dejar que las muestras permanezcan en reposo hasta que la solución sobrenadante se vea clara, generalmente con dejar toda la noche es suficiente.

8.2.9.3 Filtración: Enjuagar previamente el aparato de filtración con ácido nítrico diluido (aproximadamente 10% V/V). Filtrar la muestra a través de papel filtro cualitativo a un recipiente previamente lavado con ácido.

8.2.10 Transferir o decantar la muestra a un matraz volumétrico y diluir a un volumen conocido. La muestra está lista para el análisis de metales utilizando el o los métodos adecuados.

9.0 Seguridad.

9.1 La cavidad de la unidad de microondas debe resistir la corrosión y estar bien ventilada. Todos los componentes electrónicos deben estar protegidos contra la corrosión para una operación segura.

9.2 El método requiere esencialmente materiales resistentes y transparentes a las microondas (polímeros fluorocarbonados como el PFA o TFM), para contener los ácidos y las muestras. El volumen interno del recipiente debe de ser de por lo menos de 45 mL, y debe resistir una presión mínima de 3 040 Kpa, adicionalmente debe tener capacidad para aliviar la presión. Es necesaria la inspección de rutina de los recipientes para su uso seguro.

9.3 La combinación de reactivos (ácido nítrico-ácido clorhídrico) genera una presión más alta, que al utilizar sólo ácido nítrico.

9.4 No utilizar recipientes sellados sin aliviadores de presión. La temperatura es la variable más importante de control en la reacción. Para obtener temperaturas elevadas se requiere de presión, y sólo los recipientes de fluorocarbono (PFA y TFM) o cuarzo con mecanismos aliviadores de presión.

9.5 Utilizar bata, guantes y lentes de seguridad.

B.2.2 Digestión alcalina para cromo hexavalente.

1.0 Alcance y campo de aplicación

1.1 Este método es un procedimiento de digestión alcalina para la extracción de cromo hexavalente [Cr(VI)] en sus formas soluble, adsorbida y precipitada de compuestos de cromo en suelos. Para cuantificar Cr(VI) total en una matriz sólida se deben satisfacer tres criterios: (1) La solución de extracción debe solubilizar todas las formas de Cr(VI), (2) Las condiciones de extracción no deben de inducir la reducción del Cr(VI) natural a Cr(III), y (3) El método no debe causar la oxidación del Cr(III) natural contenido en la muestra a Cr(VI). Este método reúne estos tres criterios para un amplio rango de matrices sólidas. Bajo las condiciones alcalinas de la extracción se presenta una mínima reducción del Cr(VI) u oxidación del Cr(III) natural.

2.0 Resumen del método

Este método usa una digestión alcalina para solubilizar los compuestos que contengan: Cr(VI) insoluble en agua (con la excepción del cromato de bario en algunas matrices de suelo) y Cr(VI) solubles en agua, presentes en las muestras de suelos. El pH de las digestiones debe ajustarse cuidadosamente durante el procedimiento de digestión. Si existe un cambio en el pH con respecto al especificado, será necesario volver a digerir las muestras.

Las muestras son digeridas utilizando una solución de Na_2CO_3 0,28 M / NaOH 0,5 M y calentando a 90-95°C por 60 minutos para disolver el Cr(VI) y para estabilizar su reducción a Cr(III).

La reacción de Cr(VI) con difenilcarbazida es el método más común y confiable para el análisis de Cr(VI) solubilizado en una digestión alcalina. El uso de difenilcarbazida ha sido establecido debidamente en el procedimiento colorimétrico (Ver sección B.5). La difenilcarbazida es altamente selectiva para Cr(VI) y se encuentran pocas interferencias cuando se emplea en muestras con digestión alcalina.

3.0 Interferencias.

3.1 Cuando se determina cromo VI total en una muestra digerida, es conveniente determinar la tendencia del potencial de oxidación/reducción de cada muestra a analizar. Esto se puede realizar mediante la caracterización de cada muestra, a través de la medición de parámetros analíticos adicionales, tales como: pH y potencial de oxidación reducción (POR). La medición de POR y de temperatura se pueden realizar directamente en el suelo. El valor obtenido del POR, nos permite conocer el equilibrio oxidación/reducción, por lo cual es importante registrar la medición. El análisis de estos parámetros adicionales establece la tendencia de existencia o inexistencia de Cr(VI) en la muestra(s) no adicionadas y sirven de ayuda en la interpretación de los datos de control de calidad para establecer la recuperación de la matriz estándar adicionada, fuera de los criterios convencionalmente aceptados para metales totales.

3.2 Ciertas sustancias, no encontradas típicamente en digestiones alcalinas de suelos, pueden interferir en el método analítico de Cr(VI), esto puede suceder cuando existe una concentración alta de la sustancia de interferencia y cuando la concentración de cromo VI es baja. Para una discusión de agentes específicos que pueden interferir en la cuantificación del Cr(VI) referirse al método colorimétrico (Sección B.5 de este Apéndice).

3.3 Para suelos que contienen Cr(III) soluble en concentraciones mayores a cuatro veces el límite de Cr(VI) reportado por el laboratorio, los resultados obtenidos de Cr(VI) pueden ser erróneos debido a una posible oxidación inducida por el método. La adición de Mg^{2+} en el buffer de fosfato para la extracción alcalina ha demostrado que evita la oxidación del Cr(III). Si se emplea un método analítico para Cr(VI) que corrija la posible oxidación/reducción del Cr, entonces la adición de Mg^{2+} es opcional.

4.0 Material y equipo.

4.1 Material.

Todo el material volumétrico utilizado debe ser clase A.

4.1.1 Matraces volumétricos de 100 mL.

4.1.2 Pipetas volumétricas de 2 mL.

4.1.3 Vidrios de reloj de diámetro adecuado para cubrir los vasos de digestión.

4.1.4 Barras de agitación magnética o equivalente.

4.1.5 Termómetro calibrado, con escala de 0 a 100°C.

4.1.6 Recipientes para digestión: vasos de vidrio borosilicato o cuarzo con capacidad de 250 mL.

4.1.7 Probeta graduada de 100 mL.

4.1.8 Embudos de vidrio o polipropileno, o equivalente para filtración.

4.1.9 Filtros de membrana (0,45 μm) de celulosa o policarbonato. Cuando se lleva a cabo la filtración por vacío, se debe verificar que no se rompa la membrana por la presión.

4.2 Equipo.

4.2.1 Medidor de pH o potenciómetro con intervalo de medición de 0 -14 U de pH, calibrado en el intervalo de trabajo.

4.2.2 Balanza analítica calibrada, con sensibilidad de 0,0001 g.

4.2.3 Parrilla de agitación con calentamiento, capaz de mantener una temperatura de 90-95°C o equivalente.

4.2.4 Estufa de calentamiento de 100-110°C.

4.2.5 Bomba de vacío.

4.2.6 Tamices de acero inoxidable de 2 mm o 4 mm.

5.0 Reactivos.

Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

Todos los reactivos utilizados en este método son grado reactivo analítico a menos que se indique otro grado.

5.1 Ácido Nítrico: 5,0 M. Almacenar a 20-25°C en la oscuridad o frasco ámbar. No utilizar HNO₃ concentrado para preparar esta solución si éste presenta un color amarillo que indica fotoreducción de NO₃ a NO₂, el cual es un agente reductor para el Cromo VI.

5.2 Carbonato de sodio: Na₂CO₃, anhidro, Almacenar a 20-25°C.

5.3 Hidróxido de sodio: NaOH.

5.4 Cloruro de Magnesio: MgCl₂ (anhidro)

Una masa de 400 mg MgCl₂ es aproximadamente equivalente a 100 mg Mg²⁺. Almacenar a 20-25°C bien tapado.

5.5 K₂HPO₄.

5.6 KH₂PO₄.

5.7 Solución amortiguadora a pH 7 de K₂HPO₄ 0,5 M / KH₂PO₄ 0,5 M. Pesar 87,09 g de K₂HPO₄ y 68,04 g de KH₂PO₄ y disolver en aproximadamente 700 mL de agua. Transferir a un matraz volumétrico de 1 L y aforar al volumen.

5.8 Cromato de plomo: PbCrO₄. Preparar la matriz insoluble adicionada agregando 10-20 mg de PbCrO₄ a una alícuota de muestra por separado. Almacenar a 20-25°C, en un recipiente cerrado.

5.9 Solución de digestión: Disolver 20,0 ± 0,05 g de NaOH y 30 ± 0,05 g de Na₂CO₃ en agua, en un matraz volumétrico de un litro y diluir a la marca. Almacenar la solución en un recipiente bien cerrado de polietileno a 20-25°C. Preparar una solución nueva cada mes. Verificar el pH de la solución de digestión antes de utilizar. El pH debe de ser 11,5 o mayor, si no es así, descartar.

5.10 Dicromato de potasio, K₂Cr₂O₇, solución patrón (1 000 mg/L Cr(VI)): Pesar 2,829 g de K₂Cr₂O₇ grado estándar primario (previamente secado a 105°C por una hora), disolver en agua en un matraz volumétrico de un litro y diluir a la marca. Almacenar a 20-25°C en un recipiente cerrado.

Alternativamente, se puede utilizar una solución estándar de 1 000 mg/L Cr(VI), trazable a un organismo autorizado.

5.9.1 Solución estándar de adición (100 mg/L Cr(VI)): Adicionar una alícuota de 10,0 mL de la solución patrón de K₂Cr₂O₇ (1 000 mg/L Cr(VI)) en un matraz volumétrico de 100 mL. Aforar con agua hasta la marca y mezclar muy bien.

6.0 Procedimiento.

6.1 Mezclar y tamizar la muestra (humedad de campo) a través de una malla de 2 mm de diámetro de apertura. Utilizar un tamiz de apertura mayor a 2 mm pero menor de 4 mm para muestras muy húmedas.

6.2 Ajustar y monitorear la temperatura del equipo de calentamiento utilizando la solución de digestión (agregar 50 mL de solución de digestión a un vaso de 250 mL). Mantener la temperatura de la solución de digestión entre 90-95°C, determinar la medición por medio de un termómetro calibrado.

6.3 Pesar 2,5 g ± 0,10 g de muestra húmeda (previamente mezclada) en un vaso de digestión de 250 mL, limpio y etiquetado.

6.4 Para las muestras adicionadas, la adición se hace directamente en este paso.

6.5 Determinar la humedad de la muestra, en una porción separada de la misma, para calcular el resultado final en base seca.

6.6 Adicionar 50 ± 1 mL de solución de digestión a cada muestra usando una probeta graduada, agregar aproximadamente 400 mg de MgCl₂ y 0,5 mL de solución Buffer de Fosfato 1 M (Sección 5.7). Para las técnicas analíticas que pueden corregir la oxidación/reducción del Cr, la adición de Mg²⁺ es opcional. Cubrir todas las muestras con vidrios de reloj.

6.7 Agitar las muestras continuamente (sin calentamiento) por lo menos durante 5 minutos usando una parrilla de agitación o equivalente.

6.8 Calentar las muestras a 90-95°C, y mantener las muestras a 90-95°C por lo menos durante 60 minutos con agitación continua.

6.9 Enfriar gradualmente, con agitación continua, cada solución hasta temperatura ambiente. Transferir el contenido a los aparatos de filtración, enjuagar el recipiente de digestión con tres porciones de agua. Transferir los enjuagues al aparato de filtración. Filtrar a través de una membrana de 0,45 µm. Enjuagar la parte interna del aparato de filtración y el filtro con agua y transferir el filtrado y los enjuagues a un recipiente limpio de 250 mL.

NOTA: Los sólidos remanentes y el papel filtro resultantes en la filtración de la muestra adicionada se deben preservar, ya que pueden ser utilizados cuando hayan recuperaciones muy bajas en las muestras adicionadas. Almacenar los sólidos filtrados a $4 \pm 2^\circ\text{C}$. Evaluar las posibles interferencias que originan estos resultados y analizar el uso de un método alternativo.

6.10 Colocar un accesorio adecuado de agitación dentro del recipiente de digestión de la muestra, colocar el recipiente en un agitador, adicionar lentamente solución de ácido nítrico 5,0 M al recipiente gota a gota. Ajustar el pH de la solución a $7,5 \pm 0,5$ y monitorear el pH con un potenciómetro calibrado. Si el pH de la digestión se desvía del rango deseado, entonces, descartar la solución de digestión y digerir nuevamente la muestra. Si el disparo de los valores del intervalo de pH esperado ocurre con frecuencia, preparar una solución diluida de ácido nítrico y volver a digerir. Si se presenta la formación de un precipitado, filtrar la muestra a través de un filtro de membrana de $0,45 \mu\text{m}$. Si el filtro se obstruye usando el filtro de $0,45 \mu\text{m}$, usar un papel filtro de mayor tamaño de poro para pre-filtrar las muestras. Puede existir la generación de CO_2 . Este paso se debe llevar a cabo en una campana de extracción.

6.11 Remover los aparatos de agitación y enjuagar, coleccionar los enjuagues en el recipiente. Transferir cuantitativamente los contenidos de los recipientes en matraces volumétricos de 100 mL y ajustar el volumen de la muestra a 100 mL con agua. Mezclar adecuadamente.

6.12 Las digestiones de la muestra ahora están listas para ser analizadas. Determinar la concentración de Cr(VI) en (mg/kg) por medio de la técnica colorimétrica indicada en la sección B.5 de este Apéndice.

7.0 Control de Calidad.

7.1 Todos los datos de control de calidad deben mantenerse y estar disponibles para referencia o inspección por un periodo de tres años. Este método está restringido para ser usado por un analista experimentado o bajo supervisión del mismo.

7.1.2 Incluir un blanco adicionado y los analitos de interés cada lote de muestras o cada 20 muestras.

7.1.3 Incluir una muestra duplicada por lote de muestras o cada veinte muestras y preparar una muestra duplicada para cada tipo de matriz.

7.1.4 Incluir una muestra adicionada por lote de muestras o cada 20 muestras y preparar una muestra adicionada para cada tipo de matriz.

7.2 Los intervalos de aceptación para el % de recuperación de los controles de calidad serán establecidos por cada laboratorio al validar su método, de acuerdo al material de referencia empleado para la adición.

7.3 Analizar una matriz adicionada de Cr (VI) post-digestión por lote, que se encuentre con una concentración que esté dentro del intervalo de trabajo.

B.2.3 Extracción de solubles con agua en equilibrio con CO_2 .

1.0 Introducción.

La toxicidad de los elementos químicos en los organismos, incluyendo los EN, depende de su disponibilidad en el ambiente, la cual principalmente está en función de la solubilidad de la especie química de estos elementos. Por esta razón actualmente se busca medir la fracción extraíble de los elementos bajo condiciones ambientales, la cual además, está directamente relacionada con la fracción biodisponible que es la reactiva dentro de los organismos vivos.

2.0 Alcance.

2.1 Este método se elaboró con base en la prueba ASTM D 3987-85, modificando las características del agua de extracción. Este es un procedimiento para lixiviar suelos con agua en equilibrio con CO_2 atmosférico ($\text{H}_2\text{O}-\text{CO}_2$) a $\text{pH} \cong 5,5$ y obtener una solución acuosa para analizar los compuestos lixiviados, bajo las condiciones de prueba especificadas en este documento.

2.2 Este método describe la forma de preparar la solución extractante $\text{H}_2\text{O} - \text{CO}_2$, la obtención del extracto agitando un peso conocido de suelos con $\text{H}_2\text{O} - \text{CO}_2$ y la forma de separar la fase sólida de la acuosa para realizar los análisis de los EN.

2.3 La información contenida en este documento no intenta ser suficiente para resolver todos los problemas que, en la práctica, se puedan presentar al aplicar este método. Es responsabilidad del usuario establecer las prácticas de seguridad y de protección a la salud apropiadas y determinar las limitaciones analíticas que puedan presentarse en cada caso, resolviéndolas antes de iniciar su aplicación.

3.0 Definiciones.

3.1 Extractante. Solución capaz de liberar ciertos constituyentes de los suelos, bajo condiciones de laboratorio.

3.2 Capacidad amortiguadora. Se refiere a la capacidad de un sistema químico de mantener el pH en un valor determinado, mediante reacciones ácido-base. En los suelos la capacidad amortiguadora está relacionada con minerales que presentan hidrólisis básicas o ácidas.

3.3 Elementos normados (EN): arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo VI, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y vanadio.

4.0 Aplicaciones y limitaciones.

4.1 Este método permite obtener rápidamente un extracto acuoso para estimar la disponibilidad de EN presentes en los suelos, bajo las condiciones de laboratorio especificadas en este documento. No pretende simular el tipo de lixiviado que se produce bajo condiciones específicas de campo.

4.2 Este método busca simular las condiciones de extracción, cuando la composición de los componentes de los suelos es el factor que determina el pH del extracto.

4.3 La extracción acuosa señalada en este método refleja la capacidad amortiguadora de los suelos, ya que el pH final del extracto acuoso es el resultado de la interacción del extractante con los componentes de los suelos que producen reacciones ácidas o básicas.

4.4 El extracto obtenido es adecuado para cuantificar los EN; sin embargo, dado que generalmente las concentraciones solubles de estos EN son bajas, es de especial importancia tomar precauciones durante el almacenaje y manejo de las muestras para evitar su contaminación.

4.5 El extracto no es adecuado para medir contaminantes orgánicos o compuestos volátiles de naturaleza inorgánica.

4.6 Algunos suelos pueden reportar actividad biológica en la etapa de agitación, por lo que es posible la generación de gases, sin embargo, este procedimiento y los subsecuentes no consideran el alcance sobre este parámetro. Registrar el evento si ocurriera y purgar el gas antes de proceder con la separación sólido-líquido.

5.0 Material y equipo.

5.1 Material.

Todos los materiales utilizados deben cumplir con lo siguiente:

- a) No reaccionar con los suelos,
- b) Minimizar la adsorción de los iones presentes en el extracto y
- c) Ser adecuados para realizar la cuantificación de EN.

5.1.1 Unidades de filtración de acero inoxidable de fondo plano y poroso del mismo material con membranas de 0.45 μm . Se pueden utilizar jeringas de ultra filtración comerciales. Lavar los filtros con ácido antes de usar, enjuagar con ácido nítrico 0,5 M seguido por tres enjuagues consecutivos con agua.

5.1.2 Desecador con sílica gel (con indicador de humedad).

5.1.3 Frascos de agitación de vidrio borosilicato o de politetrafluoroetileno (PTFE) de boca ancha. Con capacidad de 4 L para muestras con un contenido de sólidos de 140 g y de 2 L para muestras con un contenido de sólidos de 70 g. Para muestras más grandes utilizar múltiplos de estas medidas, para asegurar que, la muestra sólida más el extractante ocupen entre el 80 y 90% de la capacidad del recipiente.

5.1.3.1 Lavar los recipientes con ácido antes de usar, enjuagar con ácido nítrico 0,5 M seguido por tres enjuagues consecutivos con agua. Este lavado no aplica para aquellos casos en que esta operación afecte al método de cuantificación seleccionado o requiera otro tipo de lavado.

Nota: Los recipientes deben cerrar herméticamente.

5.2 Equipo.

5.2.1 Potenciómetro o Medidor de pH calibrado de acuerdo a la sección B.1, con una exactitud de $\pm 0,1$ unidades.

5.2.2 Agitador. Utilizar cualquier equipo de agitación que gire sobre su eje central a una velocidad de 29 ± 2 rpm.

5.2.3 Balanza analítica calibrada, con una sensibilidad de $\pm 0,0001$ g.

6.0 Reactivos.

Todos los reactivos utilizados deben ser grado reactivo analítico a menos que se indique otro grado.

6.1 Ácido nítrico.

6.2 Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

7.0 Procedimiento de extracción.

7.1 Pesar o tarar el recipiente que se va a utilizar para lixiviar y agitar la muestra.

7.2 Colocar 70 g de muestra en el recipiente, o un múltiplo de esta cantidad y registrar el peso utilizado.

7.3 Preparar la solución extractante (agua-CO₂ a pH = 5,5 ± 0,2):

a) Calcular el volumen de agua destilada necesaria para llevar a cabo el total de las extracciones considerando duplicados y un 25% de exceso.

b) Burbujear aire en el agua destilada hasta alcanzar un pH de 5,5 ± 0,2. En caso de que burbujeando aire no se logre alcanzar fácilmente el pH de 5,5 ± 0,2, se pueden adicionar pequeños volúmenes de una solución de HCl 0,01 N. La solución extractante se debe utilizar lo más pronto posible. Si el pH es < 5,5 no se requiere ajustarlo. Registrar el valor del pH.

7.4 Añadir solución extractante a la muestra de suelos, hasta que alcance una relación equivalente en mL de solución a 20 veces el peso en gramos del peso de la muestra. Por ejemplo, para 70 g de muestra se requieren 1 400 mL de solución.

7.5 Colocar los recipientes en el equipo de agitación rotatorio, iniciar la agitación continua por 18 ± 0,25 horas a temperatura ambiente. Los frascos del agitador deben tener suficiente capacidad para contener la muestra y el reactivo de extracción, así como cumplir con lo señalado en el numeral 5.1 de esta Sección.

7.6 La velocidad de agitación debe ser de 29 ± 2 rpm.

7.7 Si durante la agitación de las muestras se observa la formación de gases, deben seguirse las indicaciones señaladas en el numeral 4.6 de esta Sección y registrarlo en el informe.

7.8 Terminado el periodo de agitación, abrir el recipiente y registrar cualquier cambio que se observe en la fracción sólida o en el sobrenadante. Dejar reposar la muestra durante 5 minutos. Después de este periodo, y separar la fase acuosa de los sólidos más pesados por decantación o centrifugación. Después, filtrar la mezcla al vacío o presión utilizando una membrana de 0,45 µm. Si la velocidad de filtrado fuera muy lenta, se puede utilizar un filtro menos cerrado, pero este cambio debe reportarse en el informe y se debe tomar en cuenta cuando se realice la cuantificación de EN.

7.9 Medir el pH del extracto colectado y registrar el valor. Preparar inmediatamente las soluciones para el análisis de cuantificación de los EN. Los extractos ya preparados, se pueden preservar por un período máximo de 14 días en refrigeración a 4°C. Sin embargo, se recomienda realizar la cuantificación de EN lo más rápidamente posible por espectroscopia de absorción atómica.

7.10 Acidificar las alícuotas para metales con ácido nítrico, hasta un pH menor a 2, excepto cuando el método de cuantificación no lo recomiende o se sospeche que pueda causar la pérdida de algún constituyente. Antes de proceder con la acidificación agregar unas gotas de ácido nítrico a una pequeña porción del extracto, y si se observa cualquier indicio de precipitación, no acidificar el resto del extracto, registrar cualquier alteración observada. En este caso es necesario llevar a cabo inmediatamente la cuantificación de EN por espectroscopia de absorción atómica.

7.11 Cuantificar los EN en el extracto de acuerdo a los métodos correspondientes de este Apéndice.

8.0 Control de calidad.

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

8.2 Realizar por lo menos un ensayo en blanco por cada 10 extracciones o por lote si éste es menor de 10, cuidando de aplicar las mismas condiciones que en las muestras de suelos.

8.3 Por no existir materiales estándar de referencia, no es posible medir la exactitud del método, por lo que deben llevarse a cabo un 20% de duplicados del total de muestras, con un mínimo de dos.

B.3 Métodos por espectrometría de absorción atómica.

1.0 Por flama (aspiración directa).

1.1 Alcance y aplicación.

1.1.1 Los metales en solución pueden ser fácilmente determinados por espectrometría de absorción atómica por flama (aspiración directa). El método es simple y rápido. Con excepción del análisis para constituyentes disueltos, todas las muestras requieren digestión previo al análisis. El análisis para elementos disueltos no requiere digestión si la muestra ha sido filtrada y acidificada.

1.1.2 Mediante esta técnica se podrán determinar las concentraciones de Ba, Be, Cd, Ag, Pb, Ni, Tl y V presentes en los suelos presuntamente contaminados.

1.1.3 Los límites de detección, la sensibilidad y los intervalos óptimos de los metales varían con el tipo de matriz y el modelo de espectrofotómetro de absorción atómica. Los datos mostrados en la Tabla 1 proveen información sobre los límites de detección obtenidos por la técnica de aspiración directa. Para muestras acuosas limpias, pueden ser disminuidos con la escala de expansión y aumentados usando una longitud de onda menos sensible o por rotación del quemador. Los límites de detección por aspiración directa pueden aumentarse concentrando la muestra y/o por medio de técnicas de extracción, éstos deben establecerse para cada tipo de matriz de acuerdo al método de preparación y de análisis utilizado, deben documentarse y mantenerse disponibles para su uso así como actualizarse cuando ocurran cambios en la operación o las condiciones del instrumento.

1.1.4 Los límites de detección dados en la Tabla 1 dependen del equipo utilizado (como son el espectrofotómetro y los accesorios del horno, la fuente de energía, el grado de expansión electrónica de la salida de la señal) y de la matriz de la muestra. Cuando se usan técnicas de Horno de Grafito (HG), el analista deberá considerar las posibles reacciones químicas que tienen lugar al elevarse la temperatura y que pueden dar como resultado la supresión o aumento de la señal del elemento a analizar. Para asegurar la validez de los datos de las técnicas de espectrometría de absorción atómica, el analista deberá examinar los efectos de interferencia de matriz y en su caso, tratar éstos utilizando diluciones sucesivas, modificador de matriz o utilizar el método de adiciones estándar.

1.1.5 Cuando la técnica de absorción atómica (AA) por aspiración directa no provee la sensibilidad adecuada, deberá referirse a procedimientos especializados, tales como el método de generador de hidruros y horno de grafito.

1.2 Interferencias.

1.2.1 Aspiración directa.

1.2.1.1 La interferencia más común es la llamada química, causada por la carencia de absorción de átomos unidos a moléculas en la flama. Este fenómeno ocurre cuando la flama no es lo suficientemente caliente para disociar la molécula como en el caso de interferencia de fosfato con magnesio o cuando el átomo disociado es inmediatamente oxidado a un compuesto que no disocia a la temperatura de la flama. La adición de lantano elimina la interferencia del fosfato en la determinación de Ba. Una mezcla de gas óxido nítrico/acetileno puede utilizarse para prevenir la interferencia por compuestos refractarios.

La interferencia química también puede ser eliminada por separación del metal del material interferente, a través de agentes quelantes. Los agentes quelantes son usados para incrementar la sensibilidad del análisis pero también pueden eliminar o reducir las interferencias.

1.2.1.2 La presencia de una concentración alta de sólidos disueltos en la muestra provoca una interferencia de absorbancia no atómica, por dispersión de la luz. Esta interferencia puede evitarse con el uso de un corrector de fondo como una lámpara de Deuterio o de una longitud de onda no absorbente. Cuando se presenta esta interferencia y no está disponible el corrector de fondo, la contribución a la señal no puede diagnosticarse mediante recuperación de adición ni con el método de adiciones estándar. Por lo que las muestras digeridas deben ser tratadas antes del análisis o seleccionar otro método analítico.

1.2.1.3 Las interferencias por ionización ocurren cuando la temperatura de la flama es lo suficientemente alta para remover el electrón de un átomo neutro, originando un ión positivo. Este tipo de interferencia puede ser controlada por la adición tanto a estándares como a muestras de un exceso (1 000 mg/L) de un elemento fácilmente ionizable como K, Na, Li o Cs.

Cada muestra y estándar deben contener 2 mL de KCl/100 mL de solución. Utilizar 95 g de Cloruro de Potasio en un litro de agua para la solución de KCl.

1.2.1.4 Las interferencias espectrales ocurren cuando la longitud de onda de absorción para un elemento coincide con el ancho de la línea de absorción del elemento de interés. Los resultados de la determinación son erróneamente altos, debido a la contribución del elemento interferente a la señal de absorción atómica. La posibilidad de las interferencias espectrales se incrementa cuando se emplean lámparas multi-elementales debido a la energía de resonancia de otro elemento o por una impureza en el cátodo de la lámpara. Este tipo de interferencia puede reducirse, disminuyendo el ancho de abertura.

1.2.1.5 El analista debe estar conciente que las diferencias en la viscosidad y las altas concentraciones de sólidos disueltos o suspendidos en muestras y estándares pueden alterar la proporción de aspiración de la muestra.

1.2.1.6 Los metales no tienen la misma estabilidad en las muestras digeridas, especialmente si sólo contienen ácido nítrico y no una combinación de ácidos que incluya ácido clorhídrico. La adición de HCl ayuda a estabilizar al Ba y Ag en la solución digerida.

Las muestras digeridas deben ser analizadas lo más pronto posible.

2.0 Horno de grafito (Hg).

2.1 Alcance y aplicación.

2.1.1 Este procedimiento aplica cuando la técnica de absorción atómica (AA) por aspiración directa no provee la sensibilidad adecuada. Los límites de detección están dados en la Tabla 1.

2.1.2 Se recomienda emplear esta técnica para determinar Tl y V en concentraciones bajas.

2.2 Interferencias.

2.2.1 A pesar de que la atomización ocurre en una atmósfera inerte, la técnica está sujeta a interferencias químicas. Para resolver algunas de las interferencias se recomienda:

2.2.1.1 Diluir sucesivamente la muestra y volver a analizar.

2.2.1.2 Utilizar modificador de matriz para eliminar las interferencias o estabilizar el analito presente en la muestra. Por ejemplo adición de nitrato de amonio para eliminar cloruros de álcalis y la adición de fosfato de amonio para retener el cadmio. La mezcla de hidrógeno con el gas inerte de la purga también ha sido utilizado para eliminar la interferencia química. El hidrógeno actúa como un agente reductor y ayuda en la disociación molecular.

2.2.1.3 Analizar la muestra por el método de adiciones estándar con las precauciones y limitaciones de su uso.

2.2.2 La generación de gases en el horno durante la atomización, pueden tener bandas de absorción molecular abarcando la longitud de onda analítica. Cuando ocurre esto, usar corrector de fondo o elegir una longitud de onda alterna. El corrector de fondo también puede compensar la interferencia de absorción de ancho-banda no específica.

2.2.3 La corrección de fondo continua no puede corregir todos los tipos de interferencia de fondo. Cuando la interferencia de fondo no puede ser compensada, extraer químicamente el analito o usar una forma alterna para corrección de fondo, por ejemplo, corrector de fondo Zeeman.

2.2.4 La interferencia debida a la producción de humos de la matriz, puede ser reducida aumentando el tiempo de calcinación a una temperatura más alta o utilizando un ciclo de calcinado en presencia de aire.

2.2.5 Las muestras que contienen gran cantidad de materia orgánica deben ser oxidadas por digestión ácida convencional antes de introducir las al horno. De este modo la absorción de ancho de banda será minimizado.

2.2.6 Para el análisis por HG se recomienda utilizar en la digestión de la muestra ácido nítrico.

2.2.7 Se ha observado que el ambiente químico del horno propicia la formación de carburos metálicos. Cuando se forma el carburo, el metal es liberado muy lentamente. Los carburos metálicos retrasan el regreso de la señal a la línea base. La formación de carburo se puede reducir con el uso de tubos de grafito pirolizados. Los elementos que fácilmente forman carburos se indican con el símbolo (p) en la Tabla 1.

3.0 Generación de hidruros y vapor frío

3.1 Alcance y Aplicación.

3.1.1 Este procedimiento aplica cuando la técnica de absorción atómica (AA) por aspiración directa no provee la sensibilidad adecuada. Los límites de detección están dados en la Tabla 1.

3.1.2 Se recomienda emplear esta técnica para determinar As y Se (por generación de hidruros) y Hg (por vapor frío).

3.2 Interferencias

Ver la sección B.3.1.3; numeral 3.1 (As), sección B.3.1.3; numeral 3.2 (Se) y sección B.3.1.4 (Hg).

4.0 Material y equipo.

4.1 Todo el material volumétrico utilizado debe ser clase A.

4.2 Lámparas de cátodo hueco: Se prefieren de un solo elemento, pero también se pueden usar lámparas multi-elementales.

4.3 Lámpara de descarga sin electrodo (EDL).

4.4 Micropipetas de volumen variable con puntas desechables.

4.5 Válvulas de reducción de presión: El suministro de combustible y oxidante debe mantenerse a presiones mayores que la presión de operación del equipo a través de un manómetro verificado.

4.6 Matraces volumétricos de diferentes capacidades.

4.7 Espectrofotómetro de absorción atómica: Con uno o doble canal, de uno o doble haz, con monocromador, detector fotomultiplicador, ranura ajustable, un intervalo de longitud de onda de 190 a 800 nm y aditamentos para registro.

4.8 Quemador: Usar el quemador recomendado por el fabricante. Para ciertos elementos se requiere el quemador de óxido nítrico y para otros de aire-acetileno.

4.9 Horno de grafito: equipo capaz de alcanzar temperaturas específicas satisfactorias.

4.10 Tubos de grafito.

4.11 Accesorio para generador de hidruros y vapor frío.

4.12 Impresora compatible con el equipo.

5.0 Reactivos.

5.1 Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

5.2 Cuando se mencione agua debe entenderse que se trata de agua reactivo destilada o desionizada libre de interferencias.

5.3 Solución de Ácido nítrico 1:1. Preparar por adición del ácido concentrado a un volumen igual de agua.

5.4 Solución de Ácido clorhídrico 1:1. Preparar por adición del ácido concentrado a un volumen igual de agua.

5.5 Combustible y oxidante.

5.5.1 Acetileno de alta pureza.

5.5.2 Aire puede ser suministrado por una línea de aire comprimido, una compresora de laboratorio o un cilindro de aire comprimido, seco y filtrado.

5.5.3 Para algunas determinaciones se requiere óxido nítrico, argón o nitrógeno.

5.6 Soluciones estándares: Utilizar materiales de referencia de metales certificados con trazabilidad a un organismo autorizado.

6.0 Procedimiento.

6.1 Lavado de Material.

6.1.1. Lavar todo el material utilizado de acuerdo al siguiente procedimiento y secuencia: ácido clorhídrico 1:1, agua corriente, ácido nítrico 1:1, agua corriente, detergente, agua corriente y finalmente agua reactivo.

6.1.2 No utilizar mezcla crómica para la limpieza del material si se va a determinar Cromo.

6.2 Procedimiento de Aspiración Directa (flama)

6.2.1 Seguir las instrucciones de operación del fabricante para cada instrumento.

6.2.1.1 Después de escoger la lámpara conveniente para el análisis, permitir su calentamiento por un mínimo de 15 minutos a menos que se opere un equipo de doble haz.

6.2.1.2 Alinear el instrumento, posicionar el monocromador en la longitud de onda correcta.

6.2.1.3 Seleccionar el ancho de la ranura (*slit*) del monocromador y ajustar la corriente de acuerdo a las recomendaciones del fabricante.

6.2.1.4 Encender la flama regulando el flujo de combustible y oxidante.

6.2.1.5 Ajustar el quemador, el flujo del nebulizador y el fotómetro para obtener el máximo de absorbancia y estabilidad.

6.2.1.6 Correr una serie de estándares del elemento a analizar.

6.2.1.7 Construir una curva de calibración y graficar la concentración de los estándares contra la absorbancia.

6.2.1.8 Aspirar la muestra y determinar la concentración.

6.3 Procedimiento de Horno de Grafito (HG)

6.3.1 Debido a las diferencias que existen entre las marcas y modelos no se detallan aquí las instrucciones de operación. Seguir las instrucciones del fabricante.

6.3.2 La corrección de fondo es importante cuando se usa la atomización sin flama, especialmente por debajo de 350 nm. La corrección de fondo Zeeman es efectiva para eliminar los problemas de composición o las interferencias de fondo. Es particularmente útil cuando se analiza As en presencia de Al y cuando se analiza Se en presencia de Fe.

6.3.3 El efecto de memoria cuando el analito no se volatiliza totalmente durante la atomización, depende de los siguientes factores: volatilidad del elemento y su forma química, el uso del tubo de grafito, la proporción de atomización y diseño del horno. Esto se detecta a través del blanco. Limpiar el tubo operando el horno a la máxima potencia por un tiempo, a intervalos regulares durante las series de determinaciones.

6.3.4 Inyectar una alícuota de la muestra en el horno y atomizar. Si la concentración es mayor que el estándar más alto, la muestra deberá ser diluida en la misma matriz ácida y reanalizar. El uso de inyecciones múltiples puede mejorar la exactitud y ayuda a detectar los errores por pipeteo en el horno.

6.3.5 Para verificar la ausencia de interferencias, seguir el procedimiento de serie de diluciones (ver numeral 7.6.1 de esta Sección).

6.4 Procedimiento para Generador de Hidruros y Vapor Frío

6.4.1 Debido a las diferencias que existen entre las marcas y modelos no se detallan aquí las instrucciones de operación. Seguir las instrucciones del fabricante.

6.4.2 Para mayor información ver la sección B.3.1.3; numeral 3.1 (As), sección B.3.1.3; numeral 3.2 (Se) y sección B.3.1.4 (Hg).

7.0 Control de Calidad.

7.1 Todos los datos de control de calidad deberán tener un fácil acceso para ser utilizados como referencia o inspección.

7.2 La curva de calibración debe incluir un blanco de calibración y cinco estándares. La curva debe ser lineal y tener un coeficiente de correlación de por lo menos 0,995.

Después de la calibración, verificar la curva usando un blanco de calibración y un estándar de verificación inicial de la calibración (preparado independientemente de los estándares de la curva de calibración y de una segunda fuente) cercano al intervalo medio. El estándar de verificación debe tener un margen del +/-10% del valor real y el blanco de calibración no debe contener los analitos a determinar por arriba del límite de detección para que la curva sea considerada válida.

7.3 La curva de calibración también debe verificarse al final de cada lote analítico y/o cada 10 muestras mediante el uso de un blanco de calibración y un estándar de verificación continua (preparado del mismo material que los estándares de calibración inicial) y en el nivel medio. Los criterios de aceptación de la verificación continua deben estar dentro de +/-10% del valor real y el blanco no contener analitos por arriba del LDM de lo contrario, el análisis de muestras debe detenerse, determinar la causa y recalibrar el instrumento. Todas las muestras siguientes al último criterio aceptable deben ser reanalizadas.

Se recomienda que cada estándar sea analizado 2 veces y se determine un valor promedio, los valores de las réplicas deben estar dentro de un 10% de RPD.

7.4 Incluir al menos una muestra adicionada y una muestra duplicada adicionada por cada lote analítico. La adición debe ser antes de la preparación de la muestra y el análisis y en el nivel adicionado para la muestras de control de laboratorio. El criterio de aceptación debe establecerlo el laboratorio conforme a datos históricos, en ausencia de éstos el límite debe ser $\pm 20\%$ del valor real adicionado y $< 20\%$ de porcentaje de diferencia relativa.

7.5 Procesar una muestra control de laboratorio por cada lote analítico y llevarse a través de todo el proceso, la adición del control debe estar entre el estándar más bajo y el de nivel medio. El criterio de aceptación debe establecerlo el laboratorio conforme a datos históricos, en ausencia de éstos el límite debe ser $\pm 20\%$ del valor real adicionado.

7.6 Pruebas de interferencia.

7.6.1 Prueba de dilución. La prueba de dilución se recomienda cuando se sospecha de interferencias y la concentración de la muestra es lo suficientemente alta que permite una interpretación adecuada de los resultados.

Determinar la concentración aparente en la muestra sin diluir. Diluir la muestra a un mínimo de cinco veces $(1 + 4)$ y analizar nuevamente. Si los valores se encuentran en un 10% de diferencia entre la concentración de la muestra no diluida y la concentración de la muestra diluida cinco veces, indica la ausencia de interferencias, por lo cual las muestras pueden ser analizadas sin emplear el método de adición de estándar. Si la diferencia es mayor al 10% , utilizar el método de adiciones estándar.

7.6.2 Prueba de recuperación de estándar. Si el resultado de la prueba de dilución no es satisfactorio, posiblemente existe una interferencia de matriz, por lo cual se deberá analizar una muestra adicionada para confirmar la prueba de dilución. En otra alícuota de la muestra evaluada, adicionar una cantidad conocida de un analito hasta tener una concentración de 2 a 5 veces la concentración original. Si todas las muestras del lote tienen una concentración del analito por debajo del límite de detección, entonces adicionar una concentración entre el estándar más bajo y el de nivel medio o la misma adición de la muestra control de laboratorio. Analizar la muestra y calcular el porcentaje de recuperación de la adición. Si la recuperación es menor de 85% o mayor de 115% el método de adición de estándar debe emplearse para todas las muestras del lote.

7.7 Método de adición de estándar.

7.7.1 Cuando la matriz de la muestra es tan compleja que la viscosidad, la tensión superficial y los componentes no pueden ser igualados exactamente con el estándar, se recomienda utilizar el método de adiciones estándar.

La técnica de adición de estándar implica adicionar cantidades conocidas de estándar a una o más alícuotas de la muestra procesada. Esta técnica compensa el incremento o decremento del interferente de la muestra en la señal del analito. Esto produce una pendiente diferente en la curva de calibración estándar. El método de adición de estándar debe emplearse en el análisis de todos los extractos, como una prueba del desempeño y cuando se analiza una nueva matriz o en cada lote que no cumpla la prueba de recuperación.

7.7.2 La versión más sencilla de esta técnica es el método de adición simple en la cual se toman dos alícuotas idénticas de la muestra de volumen, V_X . A la primera, etiquetada como "A", se le añade un pequeño volumen V_S de un analito estándar de concentración conocida C_S . Para la segunda, etiquetada como "B", se le añade el mismo volumen V_S de agua. La señal analítica de A y B son medidas y corregidas por la señal del no analito.

La concentración de la muestra, C_X , se calcula:

$$C_X = \frac{S_B \cdot V_S \cdot C_S}{(S_A - S_B)V_X}$$

Donde:

$S_A - S_B$ son señales analíticas (corregido por el blanco) de soluciones A y B, respectivamente. V_S y C_S deben ser escogidas de tal forma que S_A sea aproximadamente el doble en promedio de S_B , evitando un exceso de dilución de la muestra. Si se utiliza una etapa de separación o concentración es mejor hacer adiciones primero y llevarlas a cabo durante todo el procedimiento.

7.7.3 Se pueden obtener mejores resultados empleando una serie de adiciones estándar. A volúmenes iguales de la muestra se adiciona una serie de soluciones estándar conteniendo cantidades conocidas diferentes de analito, se diluyen todas al mismo volumen. Por ejemplo la adición 1 debe ser preparada de modo que resulte una concentración aproximadamente igual al 50% de la absorbancia esperada de un analito original de la muestra. La adición 2 y 3 debe ser preparada de modo que las concentraciones sean aproximadamente 100% y 150% , respectivamente, de las absorbancias esperadas. La absorbancia de cada solución se determina y luego se grafica en el eje vertical y las concentraciones de concentración conocida de los estándares se grafican en el eje horizontal. Cuando la línea es extrapolada hacia absorbancia cero, el punto de la intersección en la abscisa es la concentración endógena del analito. Las abscisas a la izquierda de

la ordenada deben tener la misma escala que el lado derecho pero en dirección opuesta desde la ordenada. Un ejemplo de una gráfica obtenida de este modo se muestra en la figura 1. Para obtener la concentración en el intercepto se puede usar un programa de regresión lineal.

7.7.4 Para validar los resultados de esta técnica se deben considerar las siguientes limitaciones:

1. Las concentraciones aparentes de la curva de calibración deben ser lineales ($r > 0.995$) sobre todo el intervalo de concentración, la pendiente de la curva de adiciones debe ser cercana a la pendiente de la curva de calibración.
2. El efecto de la interferencia no debe variar a medida que varía la proporción de la concentración del analito respecto a la matriz de la muestra y la adición estándar debe responder de una manera similar al analito.
3. La determinación debe estar libre de interferencias espectrales y corregida para cualquier interferencia de fondo no específica.

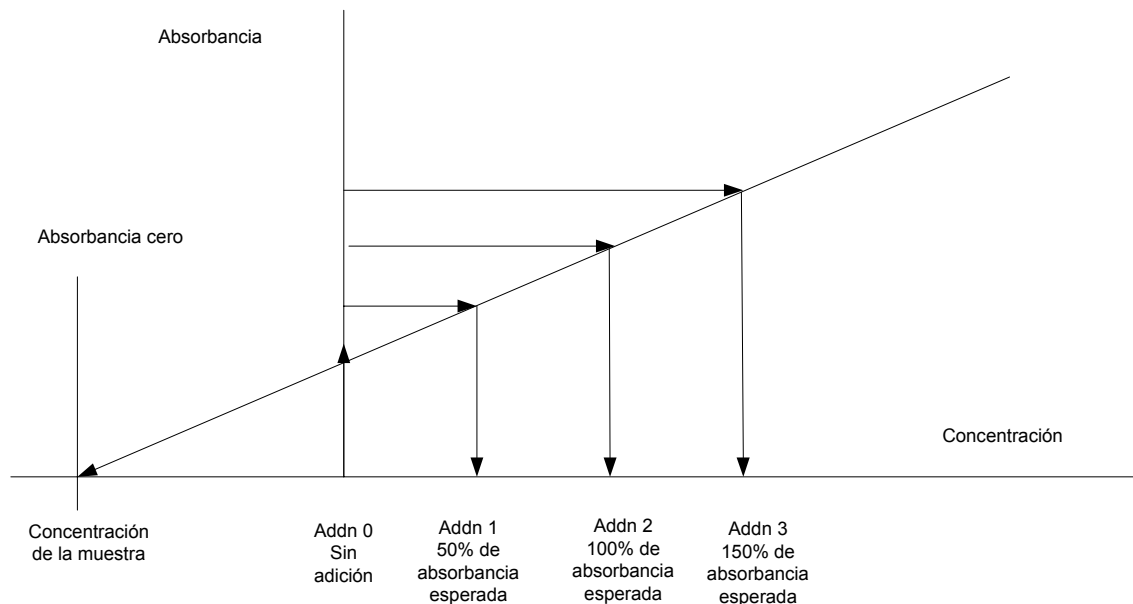


Figura 1. Gráfico para Adición Estándar

TABLA 1. Límites de detección estimados para Absorción Atómica.
Aspiración Directa, HG, GH y VF

Metal	Límite de detección (mg/L) Aspiración Directa	Horno de Grafito mg/L	Generación de Hidruros y Vapor Frío mg/L
Arsénico ^b	-----	-----	0,002
Bario	0,1	-----	-----
Berilio	0,005	-----	-----
Cadmio	0,005	-----	-----
Mercurio ^a	-----	-----	0,0002
Níquel	0,04	-----	-----
Plata	0,01	-----	-----
Plomo	0,1	0,001	-----
Selenio ^b	-----	-----	0,002
Talio (p)	0,1	0,001	-----
Vanadio (p)	0,2	0,004	-----

NOTAS: ^a Técnica de vapor frío.

^b Método de Generación de Hidruros.

(p) Procedimiento de Horno de Grafito con tubo pirolítico

B.3.1 Métodos analíticos por aspiración directa, generación de hidruros y vapor frío.

- Todas las muestras deben ser digeridas apropiadamente previo al análisis. La descripción del método de digestión y extracción de solubles se encuentra en la sección B.2 de este Apéndice. Los límites de detección están indicados en la Tabla 1 del documento maestro AA (apartado B.3).

- Todos los análisis deberán de seguir el procedimiento adecuado de control de calidad descrito en el numeral 7.0 del documento maestro de AA (sección B.3).

- Expresar el resultado final de los elementos analizados en base seca (mg del elemento/Kg de suelo seco), para ello determinar la humedad de la muestra (apartado B.6).

$$\text{mg elemento/Kg en base seca} = \frac{\text{mg/L del elemento en base húmeda} \times 100\%}{(100\% - \% \text{ Humedad de la muestra})}$$

- Para cada elemento se recomienda utilizar las longitudes de onda indicadas en la Tabla 2.

TABLA 2. Longitudes de onda recomendadas para los elementos normados.

Metal	Aspiración Directa (nm)	Horno de Grafito (nm)	Generación de Hidruros (nm)	Vapor Frío (nm)
Arsénico	-----	-----	193,7	-----
Bario	553,6	-----	-----	-----
Berilio	234,9	-----	-----	-----
Cadmio	228,8	-----	-----	-----
Mercurio	-----	-----	-----	253,7
Níquel	232,0	-----	-----	-----
Plata	328,1	-----	-----	-----
Plomo	283,3	-----	-----	-----
Selenio ^b	-----	-----	196,0	-----
Talio	276,8	276,8	-----	-----
Vanadio	318,4	318,4	-----	-----

B.3.1.1 Métodos analíticos por aspiración directa para cada elemento**1.0 Material y equipo.**

1.1 Todo el material volumétrico utilizado debe ser clase A.

1.2 Espectrofotómetro de absorción atómica: Con un solo canal o doble, un solo haz o doble haz, con monocromador y rejilla de difracción, detector fotomultiplicador, ranura ajustable, un rango de 190 a 800 nm y aditamentos para registro.

1.3 Quemador: Usar el quemador recomendado por el fabricante.

1.4 Lámpara de cátodo hueco o lámpara sin electrodo de descarga (EDL) del elemento a analizar.

1.5 Para los aparatos básicos ver el numeral 4.0 de Técnicas de AA (sección B.3).

2.0 Preparación de estándares.

Curva de calibración: preparar 5 estándares de trabajo (incluido el banco), partiendo de la solución madre en el momento del análisis. Las soluciones de la curva de calibración deben prepararse usando el mismo tipo y concentración de ácido contenido en las muestras.

3.0 Análisis.

Una vez que se tiene la muestra digerida y el instrumento preparado, realizar el análisis y registrar la lectura de la absorbancia o concentración del analito, según corresponda.

3.1 Bario.**3.1.1 Interferencias.**

- Ver el numeral 1.2 del documento maestro de AA (sección B.3).
- Se requiere una corriente alta en el cátodo hueco y un paso de banda espectral estrecho, debido a que el Bario y Calcio emiten fuertemente en la longitud de onda del Bario.
- El bario sufre una ionización significativa en la flama de óxido nitroso/acetileno, lo cual resulta en una disminución significativa en la sensibilidad. Todas las muestras y estándares deben contener 2 mL de KCl por 100 mL como supresor de ionización. Documentar el tipo y concentración del supresor.

3.1.2 Parámetros instrumentales.

- Longitud de Onda: 553,6 nm.
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: óxido nitroso.
- Tipo de Flama: Reductora.
- Corrector de fondo: no requerido.

3.1.3 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.
- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.
- Estándar de Bario (1000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.2 Berilio.**3.2.1 Interferencias.**

- Ver el numeral 1.2 del documento maestro de AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo.
- Si la muestra contiene concentraciones superiores a 500 ppm de Aluminio puede suprimir la absorbancia del Berilio por lo que se sugiere para eliminar esta interferencia adicionar Fluoruro 0,1%, de igual forma altas concentraciones de Magnesio y Silicio pueden producir problemas de interferencia y para solucionarlo se requiere utilizar el método de adición estándar.

3.2.2 Parámetros instrumentales.

- Longitud de Onda: 234,9 nm.
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: Oxido Nitroso.
- Tipo de Flama: Reductora.
- Corrector de fondo: Deuterio u otro

3.2.3 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.
- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.
- Estándar de Berilio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.3 Cadmio.**3.3.1 Interferencias.**

- Ver el numeral 1.2 del documento maestro de AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo.

3.3.2 Parámetros instrumentales

- Longitud de Onda: 228,8 nm.
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: Aire.
- Tipo de Flama: Oxidante.
- Corrector de fondo: Deuterio u otro.

3.3.3 Reactivos.

• Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

• Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

• Estándar de Cadmio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.4 Níquel.**3.4.1 Interferencias.**

- Ver numeral 1.2 del documento maestro de AA (sección B.3).
- Se requiere corrector de fondo.
- Altas concentraciones de hierro, cobalto o cromo pueden interferir con el método de análisis, en este caso es necesario igualar matrices en muestras y estándares o usar una flama de óxido nitroso/acetileno.

3.4.2 Parámetros instrumentales

- Longitud de onda: 232,0 nm (línea primaria).
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: aire.
- Tipo de flama: oxidante.
- Corrector de fondo: Deuterio u otro.

3.4.3 Reactivos.

• Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

• Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

• Estándar de Níquel (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.5 Plata.**3.5.1 Interferencias.**

• Se requiere corrector de fondo porque se puede presentar una absorción no específica y una dispersión de luz.

• La solución de nitrato de plata es muy sensible a la luz, por lo cual debe de ser almacenado en un recipiente ámbar.

- El cloruro de plata es insoluble; por consiguiente se debe evitar el uso de ácido clorhídrico a no ser que la plata ya esté en solución en un complejo con cloruro.

- Las muestras y los estándares deben de monitorearse debido, a que pueden existir diferencias de viscosidad entre ambos, que pueden alterar la velocidad de aspiración.

3.5.2 Parámetros instrumentales.

- Longitud de Onda: 328,1 nm.
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: aire.
- Tipo de Flama: Reductora.
- Corrector de fondo: requerido.

Otros parámetros de operación deben ser ajustados de acuerdo a las especificaciones del fabricante.

3.5.3 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

- Estándar de Plata (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.6 Plomo.

3.6.1 Interferencias.

- Ver numeral 1.2 del documento maestro de AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo.

3.6.2 Parámetros Instrumentales

- Longitud de onda: 283,3 nm (línea primaria); 217,0 nm (alternativa).
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: aire.
- Tipo de flama: Oxidante.
- Corrector de fondo: Deuterio u otro.

3.6.3 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

- Estándar de Plomo (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.7 Talio.

3.7.1 Interferencias.

- Si se sospechan interferencias ver el numeral 1.2 del documento maestro de AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo.
- No se debe emplear ácido clorhídrico.

3.7.2 Parámetros instrumentales.

- Longitud de onda: 276,8 nm.
- Combustible: acetileno.
- Oxidante: aire.
- Tipo de flama: Oxidante.
- Corrector de fondo: requerido.

3.7.3 Reactivos.

• Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

• Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

• Estándar de Talio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.8 Vanadio.**3.8.1 Interferencias.**

- Ver el numeral 1.2 del documento maestro AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo.
- Altas concentraciones de aluminio o titanio, o la presencia de Bi, Cr, Co, Fe, ácido acético, ácido fosfórico surfactantes, detergentes o metales alcalinos, pueden interferir. Esta interferencia se puede controlar con la adición de una solución de 1 000 mg/L de Al a muestras y estándares.

3.8.2 Parámetros instrumentales.

- Longitud de Onda: 318,4 nm.
- Combustible: Acetileno.
- Oxidante: Oxido Nitroso.
- Tipo de Flama: Reductora.
- Corrector de fondo: Deuterio u otro.

3.8.3 Reactivos.

• Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

• Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

• Estándar de Vanadio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

• Solución de nitrato de aluminio: Disolver 139 g de nitrato de aluminio ($\text{Al}[\text{NO}_3]_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) en 150 mL de agua; caliente para disolver. Dejar enfriar la muestra y diluir con 200 mL de agua. Todas las muestras y estándares deberán de contener 2 mL de esta solución por cada 100 mL.

B.3.1.2 Métodos analíticos por horno de grafito para talio y vanadio.**1.0 Material y equipo****1.1 Todo el material volumétrico utilizado debe ser clase A.**

1.2 Espectrofotómetro de absorción atómica: Con un solo canal o doble, un solo haz o doble haz, con monocromador y rejilla de difracción, detector fotomultiplicador, ranura ajustable, un rango de 190 a 800 nm y aditamentos para registro.

1.3 Horno de Grafito: Equipo capaz de alcanzar temperaturas específicas y satisfactorias.

1.4 Lámpara de cátodo hueco o lámpara sin electrodo de descarga (EDL) del elemento a analizar.

1.5 Para los aparatos básicos ver el numeral 4.0 de Técnicas de AA (sección B.3).

1.6 Tubos de grafito.

2.0 Preparación de estándares

Curva de calibración: preparar 5 estándares de trabajo (incluido el blanco), partiendo de la solución madre en el momento del análisis. Las soluciones de la curva de calibración deben prepararse usando el mismo tipo y concentración de ácido contenido en las muestras.

3.0 Análisis

Una vez que se tiene la muestra digerida y el instrumento preparado, realizar el análisis y registrar la lectura de la absorbancia o concentración del analito, según corresponda.

3.1 Talio.

3.1.1 Interferencias.

- Si se sospechan interferencias ver el numeral 2.2 del documento maestro AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo para todas las longitudes de onda.
- El ácido clorhídrico o cantidades excesivas de cloro pueden causar volatilización de talio a bajas temperaturas. Verificar que no existan pérdidas en las muestras adicionadas o en los estándares adicionados.
- El paladio es apropiado como modificador de matriz para análisis de talio.

3.1.2 Parámetros instrumentales generales.

- Tiempo y temperatura de secado: 30 s a 125°C.
- Tiempo y temperatura de volatilización: 30 s a 400°C.
- Tiempo de atomización y temperatura: 10 s a 2 400°C.
- Gas de purga: Argón o nitrógeno.
- Longitud de onda: 276,8 nm.
- Corrector de fondo: Deuterio u otro.
- Los demás parámetros deben ser establecidos de acuerdo a las instrucciones del fabricante del HG.

3.1.3 Reactivos.

• Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

• Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

• Estándar de Talio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

• Cloruro de Paladio: pesar 0,25 de PdCl_2 con una aproximación de 0,0001 g. Disolver en 10 mL de HNO_3 1:1 y diluir en un litro de agua. Aplicar igual volumen de muestra y solución de paladio.

3.2 Vanadio.

3.2.1 Interferencias.

- Ver el numeral 2.2 del documento maestro AA (sección B.3).
- Se requiere de corrector de fondo.

3.2.2 Parámetros instrumentales

- Tiempo y temperatura de Secado: 30 s a 125°C.
- Tiempo y temperatura de calcinado: 30 s a 1 400°C.
- Tiempo y temperatura de Atomización: 15 s a 2 800°C.

- Gas de purga: Argón (No utilizar nitrógeno).
- Longitud de Onda: 318,4 nm.
- Corrección de fondo: Se requiere.

Otros parámetros de operación deben ser ajustados de acuerdo a las especificaciones del fabricante

3.2.3 Reactivos.

• Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

• Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

• Estándar de Vanadio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

B.3.1.3 Métodos analíticos por generación de hidruros para arsénico y selenio.

1.0 Material y equipo

1.1 Todo el material volumétrico utilizado debe ser clase A.

1.2 Espectrofotómetro de absorción atómica: Con un solo canal o doble, un solo haz o doble haz, con monocromador y rejilla de difracción, detector fotomultiplicador, ranura ajustable, un rango de 190 a 800 nm y aditamentos para registro.

1.3 Quemador: Usar el quemador recomendado por el fabricante, para flama argón-hidrógeno.

1.4 Equipo automático de Generación de Hidruros acoplado al Espectrofotómetro de Absorción Atómica, celda de cuarzo, quemador para aire-acetileno.

1.5 Lámpara de cátodo hueco o lámpara sin electrodo de descarga (EDL) del elemento a analizar.

1.6 Parrilla eléctrica, ajustable y capaz de mantener una temperatura entre 90 y 95°C.

1.7 Vasos de precipitado de vidrio borosilicato de diferentes capacidades como se requiera.

1.8 Probeta graduada de diferentes medidas como se requiera.

1.9 Pipetas volumétricas de diferentes medidas como se requiera.

1.10 Matraces volumétricos de diferentes medidas como se requiera.

2.0 Preparación de estándares

Curva de calibración: preparar 5 estándares de trabajo (incluido el banco), partiendo de la solución madre en el momento del análisis. Las soluciones de la curva de calibración deben prepararse usando el mismo tipo y concentración de ácido contenido en las muestras.

3.0 Análisis

Una vez que se tiene la muestra digerida y el instrumento preparado, realizar el análisis y registrar la lectura de la absorbancia o concentración del analito, según corresponda.

3.1 Arsénico.

3.1.1 Interferencias.

• Concentraciones altas de cromo, cobalto, cobre, mercurio, molibdeno, níquel y plata pueden causar interferencias analíticas.

• Trazas de ácido nítrico en la muestra digerida pueden causar interferencias. El ácido nítrico debe ser eliminado por calentamiento de la muestra hasta que se observen vapores de trióxido de azufre.

• El arsénico elemental y muchos de sus compuestos son volátiles; por lo que ciertas muestras pueden perder arsénico durante su preparación.

3.1.2 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

- Ácido nítrico concentrado.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Ácido clorhídrico concentrado.

- Diluyente: Adicionar 100 mL de H_2SO_4 18N y 400 mL de HCl concentrado a 400 mL de agua y diluir a 1 L con agua.

- Solución de yoduro de potasio: Pesar 20 g de KI y disolver en 100 mL de agua.
- Solución de cloruro estanoso: Pesar 100 g de SnCl_2 y disolver en 100 mL de HCl concentrado.

- Estándar de arsénico (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

- Solución intermedia de arsénico de 10 $\mu\text{g/mL}$. Tomar una alícuota de 1 mL del estándar de arsénico (1 000 mg/L), agregar en un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua que contenga 1,5 mL de HNO_3 concentrado por litro (1mL= 10 $\mu\text{g As}$).

- Solución estándar de arsénico de 1 $\mu\text{g/mL}$. Tomar una alícuota de 1 mL de solución intermedia de arsénico, agregar en un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua que contenga 1,5 mL de HNO_3 concentrado por litro (1mL= 1 $\mu\text{g As}$).

3.1.3 Procedimiento.**3.1.3.1 Preparación de la muestra.**

Tomar una alícuota de muestra previamente tratada (digestión) y aforar con agua a 50 mL (ej. 5 mL muestra + 45 mL de agua), en el caso de extractos, tomar 50 mL de muestra. Vaciar en un vaso de 100 mL, adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado, 12 mL de H_2SO_4 18 N. Evaporar la muestra en la parrilla de calentamiento hasta la aparición de humos blancos de SO_3 (un volumen de 20 mL aprox.). No dejar secar la muestra, si sucede, apagar la parrilla, enfriar y adicionar 3 mL de HNO_3 . Mantener un exceso de HNO_3 (formación de humos cafés) y no dejar que la solución se oscurezca porque el arsénico se puede reducir y perder. La digestión termina cuando la muestra permanece incolora o de un color amarillo paja durante la evolución de los humos de SO_3 . Toda la operación debe realizarse bajo una campana de extracción.

Enfriar la muestra, adicionar 25 mL de agua, y evaporar otra vez hasta que se produzcan humos de SO_3 para emitir óxidos de nitrógeno. Enfriar y pasar la muestra digerida a un matraz volumétrico de 100 mL, adicionar 40 mL de HCl concentrado, aforar con agua.

3.1.3.2 Preparación de estándares de trabajo.

- Preparar los estándares de trabajo a partir de la solución estándar de arsénico (1mL = 1 $\mu\text{g As}$). La curva de calibración debe encontrarse dentro del intervalo lineal.

- Preparar 5 estándares de trabajo transfiriendo 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 y 2,5 mL de la solución estándar en matraces volumétricos de 100 mL y aforar con diluyente. Las concentraciones de estos estándares de trabajo serán: 0, 5, 10, 15, 20 y 25 $\mu\text{g As / L}$.

3.1.4 Análisis.**3.1.4.1** Seleccionar una longitud de onda de 193,7 nm y hacer corrección de fondo para el análisis de arsénico.**3.1.4.2** Transferir una porción de 25 mL de la muestra digerida o estándar al vaso de reacción. Adicionar 1 mL de la solución de KI y 0,5 mL de solución de SnCl_2 . Dejar un mínimo de 10 min. Para que el metal pueda ser reducido a su estado más bajo de oxidación.**3.1.4.3** Realizar el análisis y registrar la lectura de absorbancia o concentración del analito, según corresponda.

3.1.4.4 En el análisis de Arsénico se pueden utilizar instrumentos con generador de hidruros de flujo continuo y utilizar como reductor NaBH_4 en el proceso de formación del hidruro correspondiente siguiendo las especificaciones de análisis reportadas por el fabricante.

3.2 Selenio.

3.2.1 Interferencias.

- Este método aplica sólo para muestras cuyas matrices no contengan altas concentraciones de cromo, cobre, mercurio, níquel, plata, cobalto o molibdeno.
- El selenio es volátil, por lo que se debe tener cuidado durante todo el proceso de preparación de la muestra de no evaporarlo.

3.2.2 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.
- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.
- Ácido nítrico concentrado, ácido sulfúrico concentrado y ácido clorhídrico concentrado, todos grado reactivo. Los ácidos deben ser analizados para asegurarse que las impurezas están por abajo del LDM.
- Diluyente: Agregar 100 mL de 18N H_2SO_4 y 400 mL de HCl concentrado a 400 mL de agua y diluir con agua a un volumen final de 1 L.
- Solución de cloruro estannoso: Disolver 100 g de SnCl_2 en 100 mL de HCl concentrado.
- Estándar de Selenio (1 000 mg/L). Utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada, con trazabilidad a un organismo autorizado.

3.2.3 Procedimiento.

3.2.3.1 Preparación de la muestra.

Tomar una alícuota de muestra previamente tratada (digestión) y aforar con agua a 50 mL (ej. 5 mL muestra + 45 mL de agua), en el caso de extractos, tomar 50 mL de muestra. Vaciar en un vaso de 100 mL, adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado, 12 mL de 18N H_2SO_4 . Evaporar la muestra en la placa calentadora hasta la aparición de humo blanco de SO_3 (volumen de 20 mL aprox.). No dejarlo secar. Si se seca, pare la digestión, enfriar y agregar HNO_3 adicional. Mantener un exceso de HNO_3 (evidencia de humos cafés) y no permita que la solución se oscurezca porque el selenio se puede reducir y perder. Cuando la muestra permanezca incolora o amarillo paja durante la evolución de los humos de SO_3 , la digestión ha sido completada. Toda la operación debe realizarse bajo una campana de extracción.

Enfriar la muestra, agregar 25 mL de agua, y de nuevo evaporar a humos nitrosos para sacar todos los óxidos de nitrógeno que queden en la solución. Enfriar y agregar 40 mL de HCl y aforar a 100 mL de agua.

3.2.3.2 Preparación de estándares de trabajo.

- Solución Intermedia de Se: Tomar una alícuota de 1 mL del estándar de Selenio de 1 000 mg/L, agregar en un matraz volumétrico de 100 mL y aforar con agua que contenga 0,15% de HNO_3 (1mL= 10 μg Se).
- Solución estándar de Selenio: tomar una alícuota de 10 mL de la solución intermedia y diluya a 100 en un matraz volumétrico, con agua que contenga 0,15% de HNO_3 . La concentración de esta solución es 1 mg Se/L (1mL = 1 μg Se).
- Preparar 5 estándares de trabajo transfiriendo 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 y 2,5 mL de la solución estándar de (1mL = 1 μg Se) en matraces volumétricos de 100 mL y aforar. La concentración de estos estándares de trabajo será 0, 5, 10, 15, 20 y 25 μg Se/L.
- En caso de que se presenten interferencias seguir el siguiente punto.

3.2.3.3 Adiciones Estándar.

- Adicionar 10 mL de muestra preparada a un matraz volumétrico de 50 mL. Llevar a volumen con agua que contenga 1,5 mL HNO_3/L .
- De los estándares de trabajo antes mencionados de 15, 20 y 25 $\mu\text{g Se/L}$, transferir cuantitativamente 25 mL de cada uno a matraces volumétricos de 50 mL por separado. Adicionar 10 mL de la muestra preparada a cada matraz. Llevar a volumen con agua conteniendo 1,5 mL HNO_3/L .

3.2.4 Análisis.**3.2.4.1 Seleccionar la longitud de onda de 196,0 nm.**

3.2.4.2 Transferir una porción de 25 mL de la muestra digerida o estándar al vaso de reacción. Adicione 0,5 mL de solución de SnCl_2 . Dejar un mínimo de 10 min. para que el metal pueda ser reducido a su estado más bajo de oxidación.

3.2.4.3 Analizar y registrar las lecturas de absorbancia o concentración de la muestra según corresponda.

3.2.4.4 En el análisis de selenio se pueden utilizar instrumentos con generador de hidruros de flujo continuo y utilizar como reductor NaBH_4 en el proceso de formación del hidruro correspondiente siguiendo las especificaciones de análisis reportadas por el fabricante.

B.3.1.4 Método analítico por vapor frío para mercurio.**1.0 Material y equipo****1.1** Todo el material volumétrico utilizado debe ser clase A.

1.2 Espectrofotómetro de Absorción Atómica con aditamento de celda de absorción de vapor frío para el análisis de mercurio, generador de vapor de mercurio y bomba para una corriente de aire de 1 litro por minuto y flujómetro, o en su caso un instrumento específicamente diseñado para el análisis de mercurio por esta técnica tal como generador de hidruros de flujo continuo.

1.3 Sistema de ventilación para evitar la inhalación de los vapores, o en su caso sistema para atrapar el mercurio después de su lectura.

1.4 Lámpara de cátodo hueco o lámpara sin electrodo de descarga (EDL) de mercurio.**1.5** Parrilla eléctrica, ajustable y capaz de mantener una temperatura entre 90 y 95°C.**1.6** Vasos de precipitado de vidrio borosilicato de diferentes capacidades como se requiera.**1.7** Probeta graduada de diferentes medidas como se requiera.**1.8** Pipetas volumétricas de diferentes medidas como se requiera.**1.9** Matraces volumétricos de diferentes medidas como se requiera.**2.0 Preparación de estándares.**

Curva de calibración: preparar 5 estándares de trabajo (incluido el banco), partiendo de la solución madre en el momento del análisis. Las soluciones de la curva de calibración deben prepararse usando el mismo tipo y concentración de ácido contenido en las muestras.

3.0 Análisis.

Una vez que se tiene la muestra digerida y el instrumento preparado, realizar el análisis y registrar la lectura de la absorbancia o concentración del analito, según corresponda.

3.1 Mercurio.**3.1.1 Interferencias.**

- Para eliminar la posible interferencia de sulfuro adicionar permanganato de potasio. Concentraciones tan altas como 20 mg/L de sulfuro, como sulfuro de sodio, no causa interferencia con mercurio inorgánico adicionado con el agua.
- El cobre es una interferencia. Concentraciones de cobre menores de 10 mg/L no afectan la recuperación de mercurio en muestras adicionadas.
- Para evitar la presencia de cloro libre se puede adicionar un exceso de sulfato de hidroxilamina grado reactivo.
- Ciertos materiales orgánicos volátiles que absorben en la longitud de onda del mercurio pueden causar interferencia.

3.1.2 Reactivos.

- Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

- Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

- Ácido sulfúrico (H_2SO_4), concentrado: grado reactivo.

- Ácido sulfúrico, 0,5 N: Diluir 14 mL de ácido sulfúrico concentrado a un litro.

- Ácido nítrico (HNO_3), concentrado: grado reactivo de baja contenido de mercurio. Si el blanco de reactivo muestra valores de mercurio por arriba del LDM, esto puede hacer necesario la destilación del ácido nítrico.

- Sulfato estano: Adicionar 25 g de sulfato estano a 250 mL de ácido sulfúrico 0,5 N. Esta mezcla es una suspensión y deberá agitarse continuamente durante su uso. (Se puede sustituir por una solución de cloruro estano).

- Solución de cloruro de sodio-sulfato de hidroxilamina: Disolver 12 g de cloruro de sodio y 12 g de sulfato de hidroxilamina en agua y diluir a 100 mL (Se puede usar clorhidrato de hidroxilamina en lugar del sulfato de hidroxilamina).

- Permanganato de potasio, libre de mercurio: Solución al 5% (w/v): Disolver 5 g de permanganato de potasio en 100 mL de agua reactivo.

- Persulfato de potasio, solución al 5% (w/v): Disolver 5 g de persulfato de potasio en 100 mL de agua reactivo.

- Solución estándar madre de mercurio: Se puede utilizar una solución comercial de 1 000 mg/L certificada o prepararla de la manera siguiente: Disolver 0,1354 g de cloruro de mercurio, grado ultrapuro 99,9% de pureza) en 75 mL de agua. Añadir 10 mL de ácido nítrico concentrado y aforar a 100,0 mL (1,0 mL = 1,0 mg Hg).

- Solución estándar de trabajo de mercurio: Hacer diluciones sucesivas de la solución estándar madre, para obtener una solución patrón de trabajo conteniendo 0,1 µg / mL. Esta solución estándar y las diluciones de la solución madre deberán prepararse diariamente. La acidez de la solución patrón que debe ser mantenida al 0,15% de ácido nítrico. Este ácido deberá ser añadido al matraz según se requiera, antes de adicionar la alícuota.

3.1.3 Procedimiento.

3.1.3.1 Preparación de la muestra.

Tomar una alícuota de muestra previamente tratada (digestión) y aforar con agua a 100 mL (ej. 10 mL muestra + 90 mL de agua), en el caso de extractos, tomar 100 mL de muestra. Vaciar a una botella de 300 mL DBO o equivalente. Añadir 5 mL de H_2SO_4 y 2,5 mL de HNO_3 concentrados, mezclar después de cada adición. Adicionar 15 mL de permanganato de potasio a cada una de las botellas de muestras. Asegúrese que cantidad de permanganato adicionada sea igual en los estándares y los blancos. Agitar y añadir, si es necesario, porciones adicionales de solución de permanganato de potasio de manera que el color púrpura persista por lo menos 15 minutos. Añadir 8 mL de persulfato de potasio a cada botella y calentar por 2 horas en un baño maría manteniendo una temperatura de 95°C. Enfriar y añadir 6 mL de solución de cloruro de sodio-sulfato de hidroxilamina para reducir el exceso de permanganato. Esperar por lo menos 30 segundos, y añadir 5 mL de solución de sulfato estano, y conectar inmediatamente la botella al aparato de aeración.

3.1.3.2 Preparación de los estándares.

Transferir alícuotas de 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 y 10 mL de la solución patrón de mercurio, conteniendo de 0,0 a 1,0 µg de mercurio, a una serie de botellas de DBO de 300 mL o similares. Añadir suficiente agua a cada botella hasta obtener un volumen total de 100 mL. Mezclar totalmente y digerir de acuerdo al procedimiento utilizado en la digestión de las muestras.

3.1.4 Análisis.

3.1.4.1 Seleccionar la longitud de onda de 253,7 nm.

3.1.4.2 Las soluciones de las muestras deben dejarse en reposo y no agitarse manualmente. La bomba de circulación, ajustada previamente a 1 L/ min, se deja correr continuamente. La absorbancia que se presenta incrementará alcanzando un valor máximo de 30 segundos. Tan pronto como la pluma del graficador, o la lectura digital, se estabilice (aproximadamente 1 min.), abrir la válvula de paso y continuar la aeración hasta

que la absorbancia retorne a su valor mínimo. Cerrar la válvula de paso, desconectar la botella de DBO, y continuar la aeración. Debido a la variedad de instrumentos refiérase a las recomendaciones de las condiciones de operación del fabricante cuando utilice este método.

3.1.4.3 A partir de la curva de calibración determinar la concentración en las muestras ya sea por el método de adiciones o de la curva misma.

B.4 Método por espectrometría de emisión con plasma acoplado inductivamente.

1.0 Alcance y aplicación

1.1 La espectrometría de emisión con plasma acoplado inductivamente (ICP) determina elementos trazas, incluyendo metales en solución. El método es aplicable a todos los elementos listados en la Tabla 1. Todas las matrices requieren de una digestión previa al análisis. De acuerdo a los métodos de extracción de solubles y digestión que se presentan en el apartado B.2 de este Apéndice.

1.2 Los límites de detección, sensibilidad y rangos óptimos de los metales pueden variar con las matrices y con el espectrómetro. Los datos enlistados en la Tabla 1 proporcionan los límites de detección estimados para soluciones acuosas limpias usando nebulización neumática.

2.0 Resumen del método

2.1 Previo al análisis, las muestras de suelo deben ser solubilizadas o digeridas usando métodos de preparación de muestras, diríjase a la sección B.2 de este Apéndice. Cuando se analiza constituyentes disueltos, la digestión ácida no es necesaria, si es que la muestra ha sido filtrada y preservada en medio ácido.

2.2 Este método describe la determinación multielemental simultánea de elementos usando ICP. El método mide la luz emitida del elemento por espectroscopía óptica. La muestra es nebulizada y el aerosol resultante es transportado al plasma de la antorcha, el espectro es dispersado a una rejilla del espectrómetro y las intensidades de las líneas son monitoreadas por tubos fotomultiplicadores. La corrección de fondo se requiere para la determinación de elementos trazas. El fondo (background) debe ser medido en forma adyacente a las líneas del analito durante el análisis de las muestras. La posición para medir la intensidad del fondo puede ser cualquiera de los lados o ambos lados de la línea analítica, dependiendo de la complejidad del espectro adyacente a la línea del analito. La posición usada debe ser libre de interferencias espectrales y reflejar el mismo cambio en la intensidad del fondo tal como ocurre el analito en la longitud de onda medida. La corrección de fondo no se requiere en casos de líneas ensanchadas donde la medición de la corrección de fondo podría realmente reducir el resultado analítico. La posibilidad de interferencias adicionales, nombradas en el numeral 3.0 deben ser también reconocidas y corregidas apropiadamente; las pruebas para detectar su presencia se describen en el numeral 8.5.

Tabla 1. Longitudes de onda recomendadas y límites de detección instrumentales estimados

Elemento	Longitud de onda (nm)^a	Límites de Detección Estimados ^b (ug/L)
Arsénico	193,696	53
Bario	455,403	2
Berilio	313,042	0,3
Cadmio	226,502	4
Plata	328,068	7
Plomo	220,353	42
Níquel	231,604	15
Selenio	196,026	75
Talio	190,864	40
Vanadio	292,402	8

^a Las longitudes de onda listadas son las recomendadas por su sensibilidad y su completa aceptación. Estas longitudes de onda podrían ser sustituidas si ellas proporcionan la sensibilidad necesaria y son tratadas con las mismas técnicas para interferencias espectrales (ver paso 3.1). Otros elementos podrían ser agregados como información disponible cuando sea requerida.

^b Los límites de detección instrumental estimados mostrados provienen de la referencia 1 en la sección 10.0. Se han proporcionado como una guía para un límite instrumental. Actualmente los límites de detección del método dependen de la muestra y pueden variar con la matriz de ésta.

3.0 Interferencias

3.1 Las interferencias espectrales son provocadas por: **(1)** superposición de una línea espectral de otro elemento en la longitud de onda analítica o en los puntos de medición del fondo; **(2)** superposiciones no resueltas de bandas espectrales moleculares; **(3)** contribución al fondo proveniente de fenómenos de recombinación; y **(4)** luz perdida desde la línea de emisión de elementos de alta concentración. La superposición de espectros puede ser compensada por computadora corrigiendo el dato crudo después del monitoreo y medición del elemento interferente. Las superposiciones no resueltas requiere de la selección de una longitud de onda alternativa. La contribución del fondo y luz perdida puede ser normalmente compensada por una corrección del fondo en forma adyacente a la línea analítica.

3.2 Los usuarios de todos los instrumentos de ICP deben verificar ausencia de interferencias desde un elemento en la muestra para el cual no hay un canal de detección instrumental. Las longitudes de onda recomendadas están listadas en la Tabla 1 y las potenciales interferencias espectrales para las longitudes recomendadas están dadas en la Tabla 2. Los datos en la Tabla 2 han sido propuestos como una guía rudimentaria para indicar las potenciales interferencias; para este propósito se asumen relaciones lineales entre la concentración y la intensidad para los analitos y los interferentes.

3.3 Interferencias específicas de los elementos se expresan como concentración equivalente del analito (por ejemplo concentración falsa del analito) proporcionada desde una solución de 100 mg/L del elemento interferente. Por ejemplo, se asume que se determina As (a una longitud de 193,696 nm) en una muestra que contiene 10 mg/L aproximadamente. De acuerdo con la Tabla 2, 100 mg de Aluminio llegaría a proporcionar una señal falsa para As equivalente a aproximadamente de 1,3 mg/L. Por lo tanto la presencia de 10 mg/L de Al podría resultar en una señal falsa equivalente a 0,13 mg/L. El usuario debe estar prevenido de que otros instrumentos pueden presentar alguna diferencia en los niveles de interferencia presentados en la Tabla 2. Los efectos de interferencia deben ser evaluados para cada instrumento individualmente a partir de las intensidades las cuales varían de acuerdo a las condiciones de operación, poder, altura de visión, velocidad del flujo de argón, etc. El usuario debe estar consciente de la posibilidad de otras interferencias que las especificadas en la Tabla 2 y los analistas deben estar conscientes de estas interferencias cuando realizan un análisis.

3.4 Los guiones en la Tabla 2 indican que no se observó interferencia cuantificable incluso a altas concentraciones del interferente. Generalmente, las interferencias fueron discernibles si producen picos o desviaciones de fondo, correspondientes al 2 o 5 % de los picos generados por la concentración del analito.

3.5 Las interferencias físicas son efectos asociados con la nebulización de la muestra y transporte de la muestra. Cambios en la viscosidad y tensión superficial pueden provocar inexactitudes significantes, especialmente en muestras que contienen altas concentraciones de sólidos disueltos o altas concentraciones de ácidos. Diferencias en la volatilidad de la solución también pueden provocar inexactitudes cuando se trata con solventes orgánicos. Si se presentan interferencias físicas, ellas deben ser reducidas por dilución de la muestra o usando bomba peristáltica. Otro problema que puede ocurrir con altas concentraciones de sólidos es la acumulación de sal en el extremo del nebulizador, lo cual afecta la velocidad del flujo del aerosol y provoca inestabilidad instrumental. El problema puede ser controlado humedeciendo el argón previamente a la nebulización, usando un lavador de extremo o diluyendo la muestra. Otra forma de controlar la acumulación de sal es cambiar el nebulizador y remover la sal acumulada en el extremo del inyector de muestra de la antorcha, también se ha reportado que un mejor control sobre el flujo de argón mejora el desempeño del instrumento, esto se realiza con el uso de controladores de flujo de masa.

Tabla 2. Concentración equivalente al analito comenzando desde niveles de interferente de 100 mg/L

Analito	Longitud de onda (nm)	Interferente ^{a,b}									
		Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Ti	V
Arsénico	193,696	1,3	--	0,44	--	--	--	--	--	--	1,1
Bario	455,403	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Berilio	313,042	--	--	--	--	--	--	--	--	0,04	0,05
Cadmio	226,502	--	--	--	--	0,03	--	--	0,02	--	--

Plata	328,068	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Plomo	220,353	0,17	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Níquel	231,604	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Selenio	196,026	0,23	--	--	--	0,09	--	--	--	--	--
Talio	190,864	0,30	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Vanadio	292,402	--	--	0,05	--	0,005	--	--	--	0,02	--

^a Los guiones indican que no se observó interferencia, incluso cuando los interferentes fueron introducidos en los siguientes niveles:

Al - 1 000 mg/L	Mg-1 000 mg/L
Ca - 1 000 mg/L	Mn - 200 mg/L
Cr - 200 mg/L	Tl - 200 mg/L
Cu - 200 mg/L	V - 200 mg/L
Fe - 1 000 mg/L	

^b Las cifras dadas como las concentraciones de los analitos no son las concentraciones actuales observadas; para obtener estas cifras, sumar las cifras de las concentraciones listadas del interferente.

3.6 Las interferencias químicas incluyen la formación de compuestos moleculares, efectos de ionización y efectos de vaporización de soluto. Normalmente estos efectos no son significantes con la técnica de ICP. Si se observa, éstas pueden ser minimizadas con una selección cuidadosa de las condiciones de operación (poder incidente, posición de observación, etc.), amortiguando la muestra, igualando la matriz y adición de estándar. Las interferencias químicas son altamente dependientes del tipo de la matriz y del elemento analito específico.

4.0 Aparatos y materiales

4.1 Espectrómetro de emisión con plasma de argón acoplado inductivamente.

4.1.1 Espectrómetro de emisión controlado por computadora con corrector de fondo.

4.1.2 Generador de radiofrecuencia.

4.1.3 Suministro de argón: Argón líquido de 99,99% de pureza.

4.2 Condiciones de operación: El analista debe seguir las instrucciones proporcionadas por el proveedor. Para la operación con solventes orgánicos se recomienda el uso de una entrada de argón auxiliar, tubo resistente a los solventes, flujo de argón de plasma aumentado, flujo de nebulizador disminuido y poder de radiofrecuencia aumentado para obtener operación estable y mediciones precisas. Sensibilidad, límite de detección instrumental, precisión, rango dinámico lineal, y efectos de interferencia deben ser establecidos para cada línea individual del analito y para cada instrumento en particular. Todas las mediciones deben ser dentro del intervalo lineal donde los factores de corrección de interferencias espectrales son válidos. El analista debe: (1) verificar que la configuración y condiciones de operación satisface los requerimientos analíticos y (2) mantener datos de control de calidad que confirmen el desempeño del instrumento y los resultados analíticos.

4.3 Matrices volumétricos clase A.

4.4 Pipetas volumétricas clase A.

4.5 Balanza analítica-capaz de medir con exactitud 4 cifras significativas.

5.0 Reactivos

5.1 Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado. Los ácidos se deben analizar para determinar los niveles de impurezas. Si un blanco del método realizado es menor al límite de detección el ácido puede ser utilizado. En su defecto, se recomienda utilizar ácidos con niveles traza de metales, con el fin de minimizar las interferencias en el blanco.

5.2 Agua reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

5.3 Acido Clorhídrico (conc.), HCl.

5.4 Acido Clorhídrico (1:1), HCl. Adicionar 500 mL de HCl concentrado a 400 mL de agua y diluir a un litro.

5.5 Acido Nítrico (conc.), HNO_3 .

5.6 Acido Nítrico (1:1), HNO_3 . Adicionar 500 mL de HNO_3 concentrado a 400 mL de agua y diluir a un litro.

5.7 Las soluciones estándares pueden ser adquiridas o preparadas a partir de químicos o metales de ultra alta pureza (99,99 a 99,999 de pureza). Todas las sales deben ser secadas por una hora a 105°C , a menos que se especifique otra cosa.

PRECAUCION: Muchas sales metálicas son extremadamente tóxicas si son inhaladas o ingeridas. Lavar las manos minuciosamente después de manipularlas.

El procedimiento típico de preparación de la solución patrón es el siguiente: las concentraciones son calculadas basándose en el peso de metal puro adicionada, o con el uso de fracción molar y el peso de la sal metálica adicionada.

Metal

$$\text{Concentración (ppm)} = \frac{\text{Peso (mg)}}{\text{Volumen (L)}}$$

Sal Metálica

$$\text{Concentración (ppm)} = \frac{\text{Peso(mg)} \times \text{fracción molar}}{\text{Volumen (L)}}$$

5.3.1 Solución de Arsénico, Patrón, 1 mL = 1 000 μg As: Disolver 1,30 g de As_2O_3 (fracción molar As = 0,7574), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en 100 mL de agua conteniendo 0,4 g NaOH. Acidificar la solución con 2 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.2 Solución de Bario, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Ba: Disolver 1,50 g de BaCl (fracción molar Ba = 0,6595), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y acidificar la solución con 10 mL de HCl (1:1) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.3 Solución de Berilio, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Be: No secar. Disolver 19,7 g de $\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (fracción molar Be = 0,0509), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua, agregar 10,0 mL HNO_3 concentrado, y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.4 Solución de Cadmio, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Cd: Disolver 1,10 g de CdO (fracción molar Cd = 0,8754), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HNO_3 (1:1) calentar para incrementar la velocidad de disolución. Agregar 10,0 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.6 Solución de Plata, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Ag: Disolver 1,60 g de AgNO (fracción molar Ag = 0,6350), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y acidificar la solución con 10 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.8 Solución de Plomo, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Pb: Disolver 1,60 g de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (fracción molar Pb = 0,6256), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas en una mínima cantidad de (1:1) HNO_3 . Agregar 10 mL de HNO_3 (1:1) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.5 Solución de Níquel, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Ni: Disolver 1,00 g de níquel metálico, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en 10,0 mL de HNO_3 concentrado caliente, enfriar, y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.6 Solución de Selenio, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Se: No secar. Disolver 1,70 g de H_2SeO_3 (fracción molar Se = 0,6123), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.7 Solución de Talio, Patrón, 1 mL = 1 000 μg Tl: Disolver 1,30 g de TlNO_3 (fracción molar Tl = 0,7672) pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua. Agregar 10,0 mL HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.3.8 Solución de Vanadio, Patrón, 1 mL = 1 000 μg V: Disolver 2,30 g de NH_4VO_3 (fracción molar V = 0,4356) pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HNO_3 concentrado. Calentar para aumentar la velocidad de disolución. Agregar 10,0 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1 000 mL con agua.

5.4 Mezcla de soluciones estándares de calibración: Preparar soluciones combinadas de calibración agregando volúmenes apropiados de las soluciones patrón en matraces volumétricos. Igualar la matriz con los ácidos apropiados y diluir a 100 mL con agua. Antes de preparar los estándares mezclados, analizar cada solución por separado para determinar posibles interferencias espectrales o la presencia de impurezas. Tomar precaución cuando se preparan los estándares mixtos para asegurar que los elementos son compatibles y estables en forma conjunta. Transferir la solución estándar mixta a botellas de FEP fluorocarbono o en botellas de polietileno o polipropileno. Preparar soluciones frescas de los estándares mixtos cada vez que se necesita, ya que la concentración puede cambiar con el envejecimiento. Las soluciones estándares deben ser verificadas inicialmente, usando una muestra de control de calidad (ver paso 5.7), y monitorearla semanalmente para ver su estabilidad. La mezcla de estándares se puede realizar siempre y cuando se verifique que no existe precipitación de los mismos durante la preparación de la solución multielemental.

5.5 Se debe seguir el mismo protocolo de control de calidad explicado en el documento maestro de AA numeral 7.0 (sección B.3).

5.6 Preparar una solución de revisión de interferencias con concentraciones conocidas de elementos interferentes esperados los cuales proporcionarán factores de corrección adecuados.

5.7 La muestra de control de calidad debe ser preparada en la misma matriz ácida que los estándares de calibración a 10 veces el límite de detección instrumental y de acuerdo con las instrucciones proporcionadas por el proveedor.

6.0 Procedimiento

6.1 Es necesario un tratamiento preliminar para la mayoría de las matrices debido a la complejidad y variabilidad de las matrices de las muestras. La solubilización y procedimiento de digestión de las muestras de suelo se deben de realizar de acuerdo a los métodos descritos en la sección B.2 de este Apéndice.

6.2 Inicializar el instrumento con los parámetros de operación apropiados establecidos en el numeral 4.2. Se debe permitir al instrumento llegar a una estabilidad térmica antes de comenzar (usualmente requiere de al menos 30 minutos de operación previo a la calibración).

6.3 Perfilar y calibrar el instrumento de acuerdo a las recomendaciones del fabricante del equipo, usando la solución mixta típica descrita en el numeral 5.4. Lavar el sistema con la solución de blanco de calibración entre cada estándar o como el fabricante lo recomiende. (Use la intensidad promedio de múltiples exposiciones de ambos análisis de la muestra y de estandarización, para reducir los errores aleatorios). La curva de calibración debe consistir en un blanco y tres estándares como mínimo.

6.4 Antes de comenzar a correr la muestra, reanalizar el estándar de mayor concentración como si fuera una muestra. Los valores de concentración obtenidos no deben estar desviados de los valores obtenidos anteriormente por más del 5% (o el límite de control establecido, cualquiera que sea menor). Si esto ocurre, seguir las recomendaciones del fabricante del instrumento para corregir esta condición.

6.5 Lavar el sistema con la solución del blanco de calibración por al menos 1 minuto antes del análisis de cada muestra. Analizar la solución de revisión del instrumento (Paso 5.6) y el blanco de calibración después de cada 10 muestras.

7.0 Control de calidad.

7.1 Todos los datos de control de calidad deben mantenerse disponibles como una referencia sencilla o para inspección. Ver numeral 7.0 del documento maestro de AA (sección B.3).

7.1.1 Adición de estándar post digestión: Un analito de adición estándar es agregado a una porción de muestra preparada o su dilución debe ser recuperada dentro del rango de 75% a 125% del valor conocido. La muestra estándar adicionada debe producir un nivel mínimo de 10 veces y un máximo de 100 veces el límite de detección del instrumento. Si la muestra estándar adicionada no se recupera dentro de los rangos especificados, se debe sospechar de un efecto de matriz.

PRECAUCION: si se sospecha de superposición espectral, use una compensación computarizada, una longitud de onda alternativa o comparación con un método alternativo recomendado.

7.2 Revisar la estandarización del instrumento analizando de acuerdo a los estándares de revisión, como se indica a continuación.

7.3 Verificar la calibración cada 10 muestras y al terminar la corrida analítica, utilizando un blanco y un estándar de revisión (numeral 5.6).

7.4 El resultado del estándar de revisión debe estar dentro del intervalo del 10% del valor esperado; si no es así terminar el análisis, corregir el problema y reanalizar las 10 muestras previas.

7.5 Los resultados del blanco de calibración deben concordar con 3 desviaciones estándar del valor medio del blanco. Si no es así, repetir el análisis dos o más veces y promediar los resultados. Si el promedio no está dentro de las tres desviaciones estándar del promedio del fondo, terminar el análisis, corregir el análisis, corregir el problema, recalibrar, y reanalizar las 10 muestras previas.

7.6 Verificar los factores de corrección de fondo e interelemento al comienzo y al final de una corrida analítica o dos veces cada 8 horas de trabajo. Cualquiera de las dos es correcta. Se realiza analizando una solución de revisión de interferencia (numeral 5.7). Los resultados deben estar dentro del rango de $\pm 20\%$ del valor real obtenido en el numeral 7.4.

7.6.3 Se deben analizar las muestras estándar adicionadas duplicadas con una frecuencia del 10% o por lote analítico, cualquiera de las dos es correcta.

7.6.3.1 Calcular la diferencia porcentual relativa entre las determinaciones de las réplicas.

Para muestras con valores mayores que 10 veces el límite de detección del instrumento se acepta un límite de control de $\pm 20\%$ RPD.

7.6.3.2 La recuperación de la muestra duplicada de la matriz estándar adicionada debe estar dentro del intervalo de $\pm 20\%$ del valor verdadero.

B.5 Determinación colorimétrica de cromo VI.

1.0 Alcance y campo de aplicación

Este procedimiento es utilizado para determinar la concentración de cromo hexavalente disuelto, previo tratamiento de la muestra (digestión, extracción). Aplica para analizar muestras que contengan de 0,5 a 50 mg/L de Cr (VI).

2.0 Resumen del método

El cromo hexavalente disuelto, en ausencia de interferencias debidas a molibdeno, vanadio y mercurio, es determinado colorimétricamente por reacción con difenilcarbazida en solución ácida. Una coloración rojo-violeta se desarrolla en las muestras y se mide su absorbancia fotométricamente a 540 nm.

3.0 Interferencias

3.1 La reacción del cromo con difenilcarbazida se produce generalmente sin interferencias. Sin embargo, ciertas sustancias pueden interferir cuando la concentración de cromo es relativamente baja. Las sales de mercurio y molibdeno hexavalente pueden reaccionar con el reactivo y formar el color rojo-violeta; sin embargo las intensidades de este color son mucho más bajas que aquellas que logra formar el cromo al pH especificado. Concentraciones mayores a 200 mg/L de molibdeno y mercurio pueden ser toleradas. El vanadio puede interferir en gran medida, pero no ocasiona problemas en concentraciones hasta 10 veces el valor del cromo.

3.2 Concentraciones de hierro mayores a 1 mg/L pueden producir un color amarillo, pero el color del hierro férrico no es muy fuerte y generalmente éste no interfiere si la absorbancia es medida fotométricamente en la longitud de onda adecuada.

3.3 No utilizar mezcla crómica para el lavado de material para evitar contaminación cruzada.

4.0 Material y equipo

4.1 Material

4.1.1 Todo el material utilizado debe ser clase A o estar calibrado.

4.1.2 Pipetas volumétricas de 2 mL.

4.1.3 Matraces volumétricos de 100 mL.

4.2 Equipo

4.2.1 Balanza analítica calibrada, con sensibilidad de 0,1 mg.

4.2.2 Estufa de calentamiento de 100-110°C.

4.2.3 Espectrofotómetro con un paso de luz de 1 cm o más, equipado con filtro amarillo –verde turquesa para obtener la máxima transmitancia cercana a 540 nm.

5.0 Reactivos

Todos los reactivos utilizados deben ser grado analítico a menos que se indique otro grado.

5.1 Agua Reactivo: agua destilada y desionizada, libre de interferencias. Todas las menciones a agua se refieren a este tipo.

5.2 Acido sulfúrico concentrado.

5.2.1 Acido Sulfúrico, 10% (v/v): Diluir 10 mL de ácido sulfúrico H_2SO_4 , a 100 mL con agua.

5.3 1,5 Difenilcarbazona.

5.3.1 Solución de difenilcarbazona: Pesar y disolver 250 mg de 1,5- difenilcarbazona en 50 mL de acetona. Mantener almacenado en una botella ámbar. Descartar cuando la solución se decolore.

5.4 Acetona.

5.5 Dicromato de potasio grado estándar primario o un material de referencia trazable a un organismo autorizado.

5.6 Solución Madre de dicromato de Potasio (Secar a 110°C por una hora) Pesar 141,4 mg de dicromato de potasio seco y disolver en agua. Diluir en un matraz volumétrico (1 mL = 50 µg Cr) o utilizar una solución estándar trazable a un organismo autorizado.

5.7 Solución estándar de dicromato de Potasio: Diluir 10 mL de solución Madre de dicromato de potasio con agua a 100 mL en matraz volumétrico (1 mL = 5µg Cr) o un volumen adecuado del material de referencia.

6.0 Medidas de seguridad

6.1 Utilizar equipo de seguridad como bata, guantes, mascarilla para vapores y lentes de seguridad.

6.2 Trabajar en campana de extracción.

7.0 Preservación y almacenamiento de muestras

7.1 Refrigerar las muestras a una temperatura de 4°C para retardar la actividad química del Cr VI, analizar lo más pronto posible.

7.2 El tiempo máximo de espera previo al análisis de las muestras o extractos es de 24 h.

7.3 Las 24 h comienzan después de la extracción.

8.0 Control de calidad

8.1 La curva de calibración debe de cumplir con los siguientes criterios:

a) Debe tener como mínimo 5 puntos de concentración incluyendo el blanco.

b) El intervalo de trabajo de la curva de calibración deberá corresponder a los intervalos lineales establecidos en la validación.

c) El coeficiente de correlación deberá cumplir con el mínimo establecido de 0,995.

8.2 Preparar un blanco de método con agua y los reactivos procesando igual que las muestras.

8.3 Preparar la muestra adicionada y adicionada duplicada adicionando una concentración conocida de cromo hexavalente y procesar igual que las muestras.

8.4 Preparar un blanco adicionado o muestra control de laboratorio, con agua y una concentración conocida de cromo hexavalente, procesar igual que las muestras.

8.5 Preparar el blanco de reactivos con agua y los reactivos que se adicionan a la muestra pero sin procesar.

9.0 Procedimiento

9.1 Preparación de la curva de calibración:

9.1.1 Preparación de los estándares para la curva de calibración en concentraciones de 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 y 1.0 mg/L a partir de la solución patrón de Cromo VI de 5 mg/L (Tabla 1).

Ejemplo: Solución estándar de 0.5 mg/L a partir de la solución de 5 mg/L.

$$V_1 = \frac{100\text{mL} \times 0.50 \text{ (mg/L)}}{5,0 \text{ (mg/L)}} = 10 \text{ mL}$$

Repetir el mismo cálculo para las diferentes concentraciones.

9.1.2 Preparar un blanco de reactivos con agua adicionando los mismos reactivos que los estándares.

Tabla 1. Curva de calibración

No. de estándar	Volumen alícuota estándar (mL)	Volumen de aforo final (mL)	Concentración final (mg/L)
Blanco de reactivos	0,0	100	0,00
1	1,0	100	0,05
2	2,0	100	0,10
3	5,0	100	0,25
4	10,0	100	0,50
5	20,0	100	1,00

9.2 Desarrollo de color.

9.2.1 Encender el espectrofotómetro y colocar la longitud de onda a 540 nm. Utilizar una celda de 1 cm de paso de luz. Dejar calentar el equipo de acuerdo al instructivo del mismo.

9.2.2 Adicionar 2,0 mL de solución de difenilcarbazida y mezclar, agregar 2 mL de la solución 10% de ácido sulfúrico (o más) para obtener un pH de 2 aforar a 100 mL con agua y mezclar muy bien.

9.2.3 Esperar 10 minutos para el desarrollo del color y transferir una porción de la solución coloreada a la celda de 1 cm de paso de luz, medir la absorción de cada uno de los estándares.

9.3 Análisis de las muestras:

9.3.1 Transferir 95 mL de la muestra previamente tratada a un matraz volumétrico de 100 mL. Añadir 2.0 mL de solución de difenilcarbazida y mezclar. Agregar solución de H₂SO₄ al 10 % hasta alcanzar un pH de 2 ± 0.5 (generalmente con 2 mL es suficiente), homogeneizar muy bien y dejar reposar de 5 a 10 minutos para desarrollar completamente el color. Transferir una porción adecuada de la solución a una celda de absorción de 1 cm y medir la absorbancia a 540 nm.

Nota: Si la solución presenta turbidez después de la dilución a 100 mL tomar una lectura de la absorbancia de la muestra sin la adición de difenilcarbazida y corregir la lectura de absorbancia de la solución final coloreada.

10.0 Cálculos

10.1 El equipo calcula la concentración de Cr (VI) en mg/L o una unidad equivalente directamente de la curva de calibración, sólo hacer la corrección correspondiente en caso de haber hecho dilución.

10.2 Para el caso de muestras con digestión alcalina el cálculo es el siguiente:

mg/kg Cr(VI) en base húmeda = mg/L Cr (VI) leídos en la curva de calibración X volumen de aforo (0.100 L)/ Peso muestra (Kg) utilizada en la digestión alcalina.

10.3 Expresar el resultado final de Cr (VI) en base seca, para ello determinar la humedad de la muestra (apartado B.6).

$$\text{mg/Kg Cr(VI) en base seca} = \frac{\text{mg/L Cr (VI) en base húmeda} \times 100\%}{(100\% - \% \text{ Humedad de la muestra})}$$

10.4 En caso de no contar con un equipo que haga los cálculos, utilizar la siguiente fórmula para calcular las concentraciones.

$$y = m \times x + b$$

Donde:

y = Absorbancia dependiente de la concentración.

m = Pendiente de la curva.

b = Ordenada al origen.

x = Concentración en mg Cr +6 / L

B.6 Determinación de humedad.**1.0 Material**

1.1 Cápsulas de porcelana de 100 mL aprox.

1.2 Desecador con indicador de sílica gel.

1.3 Pinzas para crisol.

2.0 Equipo

2.1 Balanza analítica con precisión de 0.1 mg.

2.2 Estufa calentamiento.

3.0 Procedimiento

3.1 Poner a peso constante las cápsulas de porcelana.

3.1.1 Colocar las cápsulas en la estufa a 105°C por una hora. Posteriormente pasar al desecador y dejar enfriar por una hora. Pesar y registrar datos.

3.1.2 Repetir el procedimiento anterior, hasta alcanzar un peso constante de la cápsula (variaciones menores de 0.5 mg).

3.1.3 Pesar la cápsula y registrar el peso.

3.2 Pesar aproximadamente 5 g de la muestra en la cápsula y registrar el peso.

3.3 Colocar la cápsula con la muestra a la estufa por dos horas a 105°C.

3.4 Sacar la cápsula de la estufa, pasar al desecador y dejar enfriar por una hora.

3.5 Pesar la cápsula con la muestra y registrar el peso.

4.0 Cálculos.

4.1 Calcular el % humedad utilizando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Humedad de la muestra (\%H)} = \frac{A - B}{A} \times 100$$

Donde:

A = Peso de la muestra con humedad de campo (g).

B = Peso de la muestra seca (g).

4.2 Reportar el % de Humedad.

APENDICE NORMATIVO C: METODO ANALITICO PARA DETERMINAR LA BIOACCESIBILIDAD DEL PLOMO**1. Procedimiento**

Este método describe el procedimiento de laboratorio *in vitro* para determinar la bioaccesibilidad del plomo de suelos y residuos sólidos. Así mismo, se proporciona un programa de aseguramiento de calidad que deberá seguirse para el desarrollo del procedimiento de extracción.

2. Preparación de la muestra

Todas las muestras de suelo/material deberán estar preparadas por secado en estufa (<40°C) y tamizadas a < 250 µm. Se usa la fracción del tamaño de < 250 µm porque ese tamaño de partícula es representativo de la que se adhiere en las manos de los niños. Se deberán obtener submuestras para probar este procedimiento, utilizando un separador de muestra.

3. Materiales y aparatos**3.1 Equipo**

La pieza clave del equipo requerido para este método consiste en un motor extractor para el Procedimiento para Caracterizar la Toxicidad del Lixiviado (TCLP; por sus siglas en inglés), el cual ha sido modificado con un volante de transmisión. Este volante maneja un bloque de Plexiglass situado a un costado del baño de agua con temperatura controlada. El bloque de Plexiglass contiene 10 hoyos de 5 cm con tornillos a presión de acero inoxidable, cada uno de los cuales está diseñado para sostener un frasco de boca ancha de polietileno de alta densidad (HDPE) (ver figura 1). El baño de agua deberá ser llenado de tal forma que los frascos de la extracción estén sumergidos. La temperatura en el baño de agua se mantiene a 37±2°C usando un calentador de inmersión de recirculación (por ejemplo, Fisher Scientific Modelo 730). Equipo adicional para este método se encuentra en cualquier laboratorio, los suministros y reactivos serán descritos en las siguientes secciones.

Los frascos de 125 mL HDPE deberán tener un tapón de sello hermético (por ejemplo, Fisher Scientific 125 mL HDPE boca ancha Cat. No. 02-893-5C), y se debe tener cuidado en asegurar que los frascos no tengan fugas durante el procedimiento de extracción.

3.2 Estándares y reactivos

El procedimiento de lixiviado para este método usa una extracción de una solución amortiguada a un pH de 1,5.

La solución de extracción deberá ser preparada utilizando agua destilada (DI) ASTM Tipo II. En 1,9 L de agua destilada, agregar 60,06 g de glicina (base libre, Ultra Sigma o equivalente). Poner la mezcla en un baño de agua a 37°C hasta que el fluido de extracción alcance 37°C. Estandarizar el pHmetro usando compensación de temperatura a 37°C o manteniendo la buffer a 37°C en el baño de agua. Agregar HCl (12,1N) hasta que la solución alcance un valor de $1,50 \pm 0,05$ (aproximadamente 120 mL). Llevar la solución a volumen final de 2 L (0,4 M glicina).

La limpieza de todos los reactivos y equipos usados para preparar y/o guardar el fluido de extracción es esencial. Todos los materiales de vidrio y equipos usados para preparar estándares y reactivos deben ser propiamente limpiados, lavados con ácido y finalmente enjuagados con agua DI, antes de usar. Todos los reactivos deberán estar libres de los analitos a analizar Pb y el fluido final deberá ser probado para comprobar que la concentración de Pb es menor que 25 µg/L.

4. Procedimiento de lixiviación

Medir $100 \pm 0,5$ mL de la solución de extracción, usando una probeta graduada y transferir a un frasco de boca ancha HDPE de 125 mL. Agregar $1,00 \pm 0,05$ g de la prueba de sustrato (<250µm) al frasco, asegurándose de que no hay electricidad estática ya que causa que las partículas se adhieran a la boca o al enroscado del bote. Si es necesario, usar una brocha anti-estática para eliminar la electricidad estática antes de agregar la muestra. Registrar el volumen de la solución y la masa del suelo agregado al bote en la hoja de prueba de la extracción. Sostenga cada parte superior de las botellas, e invierta/mezcle para asegurarse de que no halla escurrimiento y que la tierra no esté apelmazada en el fondo de la botella.

Ponga el frasco en el extractor modificado TCLP, compruebe que cada frasco esté seguro y las tapas bien cerradas. Llene el extractor con frascos de 125 mL que contengan los materiales de prueba o muestras con control de calidad.

La temperatura del baño de agua debe ser de $37 \pm 2^\circ\text{C}$. Registre la temperatura del baño de agua al comienzo y al final de cada extracción batch en la lista de prueba de extracción apropiada. (ver detalle A).

Rote el extractor con vueltas completas de 30 ± 2 rpm por una hora. Registre el tiempo de inicio de la rotación.

Cuando la extracción (rotación) esté completa, remueva inmediatamente las botellas, séquelas, y póngalas volteadas en la parte superior del banco.

Tomar directamente el extracto del recipiente de reacción en una jeringa de 20 mL desechable con dispositivo para filtrar. Colóquelo un portafiltros redondo con filtros de acetato de celulosa de 0.45-µm (25 mm de diámetro) a la jeringa y filtre el extracto a un tubo de centrifugado de polipropileno limpio de 15 mL o a otro frasco apropiado para muestras de análisis. Guarde las muestras filtradas en un refrigerador a 4°C hasta que se analicen.

Registre el tiempo cuando el extracto se halla filtrado (cuando se pare la extracción). Si el tiempo total transcurrido es mayor de una hora con treinta minutos, la prueba se debe de repetir.

Mida y registre el pH del fluido que queda en el frasco de extracción. Si el pH de la solución no está dentro de $\pm 0,5$ unidades de pH del inicial, la prueba debe de ser descartada y la muestra reanalizada como prosigue.

Si el pH ha bajado más de 0,5 unidades de pH, la prueba se volverá a correr en forma idéntica. Si la segunda prueba también tiene como resultado una disminución de pH de más de 0,5 unidades, se registrará el pH, y el extracto se filtrará para su análisis. Si el pH ha aumentado en un 0,5 o más unidades, la prueba se debe de repetir deteniendo el extractor a los 5, 10, 15, 30 y 60 minutos de extracción y el pH ajustado manualmente por debajo de 1,5 unidades de pH, adicionando unas gotas de HCl concentrado. Las muestras con valores aumentados de pH se deben correr en una extracción separada, y no se deberán combinar con las muestras extraídas con el método estándar (extracción continua).

Los extractos se deben analizar usando procedimientos analíticos mencionados en esta norma.

5. Cálculo del Valor de Bioaccesibilidad

Se debe de analizar la concentración total de plomo a una muestra de cada material sólido (<250 µm) que ha sido sometido a este procedimiento de extracción usando los procedimientos analíticos mencionados en esta norma.

La bioaccesibilidad se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Valor de la bioaccesibilidad} = \frac{\text{Concentración del extracto in vitro, mg/L} \times 0,1 \text{ L}}{\text{Concentración en sólido, mg/kg} \times 0,001 \text{ kg}}$$

Se deberá incluir toda la memoria de cálculo.

6. Cadena de Custodia/Buenas Prácticas de Laboratorio

Todos los laboratorios que usan este método deben de recibir los materiales de prueba por documentación en cadena de custodia. Cuando se reciban los materiales, cada laboratorio mantendrá y registrará custodia de las muestras todo el tiempo. Todos los laboratorios que hagan este procedimiento deben seguir buenas prácticas de laboratorio.

7. Datos de Manejo y Verificación

Todas las muestras y los cálculos de preparaciones de fluidos y operaciones se deben de registrar en cuadernos de laboratorio numerados y engargolados, y en hojas con lista de chequeo de pruebas de extracción. Cada página debe de tener la fecha y las iniciales de la persona que realice cualquier operación. Los tiempos de extracción y filtración deben de registrarse, junto con las mediciones de pH, ajustes y preparación de la solución amortiguadora. Las copias de las listas de las pruebas de extracción deben de incluirse en el paquete de datos.

8. Procedimientos de Control de Calidad

8.1 Elementos de Aseguramiento de Calidad y Control de Calidad (QA/QC)

Un método estándar para la extracción *in vitro* de suelos/materiales de suelo, y el cálculo de un valor de bioaccesibilidad asociado, se especifican abajo. Los procedimientos QC asociados para asegurar una producción de datos de alta calidad están a continuación (ver tabla 1 resumen de los procedimientos de QC, frecuencia y límites de control):

- Blanco reactivo- fluido de extracción analizado una vez por corrida.
- Blanco frasco- el fluido de extracción corrido solamente por el procedimiento de extracción a una frecuencia de no menos de 1 por 20 muestras o una por corrida, cualquiera que sea más frecuente.
- Placebo cargado- el fluido de extracción con un placebo de 10 mg/L de plomo y corrido por el procedimiento de extracción a una frecuencia de no menos de cada veinte muestras o una por extracción, cualquiera que sea más frecuente. Los placebos cargados deben de estar preparados usando de plomo estándar con una concentración de 1,000-mg/L rastreable en ácido nítrico al 2 por ciento.
- Duplicado- se requieren duplicados de extracciones a una frecuencia de una por cada 10 muestras. Al menos se debe de hacer un duplicado en cada día de que en que se conduzcan las extracciones.
- Material de Referencia Estándar del Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) como muestra de control de laboratorio.

Los límites de control para estas muestras QC se delinean en la tabla 1 y en la siguiente discusión.

8.2 Procedimientos (QA/QC)

Los pasos de la QC y los procedimientos específicos de laboratorio se describen en los métodos analíticos citados en la sección 3 de este apéndice normativo y se deben de usar cuando se utilice este PEO.

8.2.1 Muestra de Control de Laboratorio

El estándar NIST SRM 2711 debe de usarse como muestra de control de laboratorio para el procedimiento de extracción *in vitro*.

8.2.2 Blancos reactivos/blancos frascos/blancos spikes

Los blancos reactivos no deben contener más de 25 µg/L de plomo. Los blancos frascos no deben de contener concentraciones de plomo mayores de 50 µg/L. Si el blanco reactivo o el frasco del blanco frasco exceden estos valores, se debe de sospechar de una contaminación de reactivos, agua o equipo. En este caso, el laboratorio debe investigar las fuentes de contaminación posibles y mitigar el problema antes de continuar con el análisis de muestras. Los placebos cargados deben de estar dentro de un 15% de su verdadero valor. Si la recuperación de cualquier placebo cargado está fuera de este rango, se deben de sospechar de posibles errores en la preparación, contaminación o problemas de instrumentos. En el caso de los límites externos especificados del blanco spike, el problema se debe de investigar y corregir antes de continuar el análisis de la muestra.

Tabla 1. Sumario de muestras QC, frecuencia de análisis y límites de control

Muestra QC	Frecuencia mínima de Análisis	Límites de control
Blanco reactivo	una vez por corrida (min. 5%)	<25 µg/L de plomo
Blanco frasco	una vez por corrida (min. 5%)	<50 µg/L de plomo
Placebo cargado	una vez por corrida (min. 5%)	85-115% de recuperación
Duplicado	10%	±20% RPD
SRM (NIST 2711)	2%	9.22 ± 1.50 mg/L de Pb

Detalle A:**1.1 Hojas de las listas de las pruebas de extracción****Preparación del Fluido de Extracción**

Fecha de la preparación del Fluido de extracción: Preparado por: Fluido de extracción lote No.:

Componente	Núm. de lote	Preparación de fluido		Rango de aceptación	Calidad Actual	Comentarios
		1L	2L			
Agua desionizada		0,95 L (Aprox.)	1,9 L (Aprox.)	----		
Glicina		30,03±0,05 g	60,06±0,05 g	----		
HCl		60 mL (Aprox.)	120 mL (Aprox.)	----		
Volumen Final	----	1 L (Clase A, vol)	2 L (Clase A, vol)	----		
Fluido de extracción Valor de pH (37°C)	----	1,50±0,05	1,50±0,05	1,45-1,55		

Procedimientos Analíticos**Requerimientos QC:**

Muestra QC	Frecuencia mínima de análisis	Límites de control	Acción correctiva ^a
Blanco reactivo	Una vez por corrida (min. 5%)	<25 µg/L Pb	Investigar las posibles fuentes. Mitigar el problema de la contaminación antes de continuar al análisis.
Blanco frasco	Una vez por corrida (min. 5%)	<50 µg/L Pb	Investigar las posibles fuentes. Mitigar el problema de la contaminación antes de continuar al análisis.

Placebo cargado	Una vez por corrida (min. 5%)	85-115%	Re-extraer y re-analizar la corrida muestra
Duplicado	10% (min. una vez por día)	$\pm 20\%$ RPD	Re-homogenizar, re-extraer y re-analizar

RPD- Diferencia relativa de porcentaje

a.- Acción requerida si los límites de control no se cumplen

Bibliografía

Casteel, S.W., R.P. Cowart, C.P. Weis, G.M. Henningsen, E. Hoffman, et al. 1997a. Bioavailability of lead in soil from the Smuggler Mountain site of Aspen, Colorado. *Fund. Appl. Toxicol.* 36:177-187.

Casteel, S.W., L.D. Brown, M.E. Dunsmore, C.P. Weis, G.M. Henningsen, E. Hoffman, W.J. Brattin, and T.L. Hammon. 1997b. Relative bioavailability of arsenic in mining waste. U.S. Environmental Protection Agency, Region VIII, Denver, CO.

Imber, B.D. 1993. Development of a physiologically relevant extraction procedure. Prepared for BC

Ministry of Environment, Lands and Parks, Environmental Protection Division, Victoria, BC. CB Research International Corporation, Sidney, BC.

Medlin, E.A. 1997. An *in vitro* method for estimating the relative bioavailability of lead in humans.

Master's thesis. Department of Geological Sciences, University of Colorado, Boulder.

Rodriguez, R.R., N.T. Basta, S.W. Casteel, and L.W. Pace. 1999. An *in vitro* gastrointestinal method to estimate bioavailable arsenic in contaminated soils and solid media. *Environ. Sci. Technol.* 33(4):642-649.

Ruby, M.W., A. Davis, T.E. Link, R. Schoof, R.L. Chaney, G.B. Freeman, and P. Bergstrom. 1993.

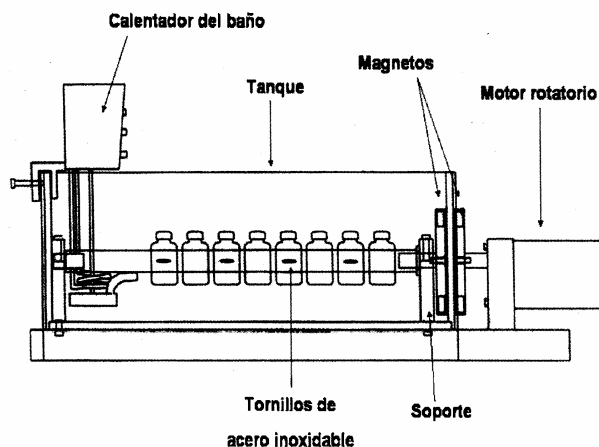
Development of an *in vitro* screening test to evaluate the *in vivo* bioaccessibility of ingested mine-waste lead. *Environ. Sci. Technol.* 27(13):2870-2877.

Ruby, M.W., A. Davis, R. Schoof, S. Eberle, and C.M. Sellstone. 1996. Estimation of lead and arsenic bioavailability using a physiologically based extraction test. *Environ. Sci. Technol.* 30(2):422-430.

Weis, C.P., and J.M. LaVelle. 1991. Characteristics to consider when choosing an animal model for the study of lead bioavailability. In: *Proceedings of the International Symposium on the Bioavailability and Dietary Uptake of Lead*. *Sci. Technol. Let.* 3:113-119.

Weis, C.P., R.H. Poppenga, B.J. Thacker, and G.M. Henningsen. 1994. Design of pharmacokinetic and bioavailability studies of lead in an immature swine model. In: *Lead in paint, soil, and dust: Health risks, exposure studies, control measures, measurement methods, and quality assurance*, ASTM STP 1226, M.E. Beard and S.A. Iske (Eds.). American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 19103-1187.

Figura 1. Aparato de extracción.



Parámetros requeridos:

Volumen de fluido de extracción: = 100 ± 0.5 ml

Masa del sustrato a analizar (M) = 1.00 ± 0.05 g

Temperatura del baño de agua = $37 \pm 2^\circ\text{C}$

Tiempo de extracción = 60 ± 5 min

Fecha de extracción:

Lote del fluido de extracción: _____

Extraído por: _____

Velocidad de rotación del extractor = 30 ± 2 rpm

Tiempo máximo entre la extracción y la filtración = 90 minutos

Máxima diferencia de pH al inicio y al final de la prueba (ΔpH)

= 0.5 unidades de pH

Concentraciones de las soluciones cargadas: Pb = 10 mg/L

Lote de la solución

cargadas de Pb

Hoja de control:

Identificación de la muestra	Preparación de la muestra		Extracción								Filtración	
	V (ml)	M (g)	Tiempo de inicio ^a	Tiempo al término ^a	Duración de la prueba (min)	pH Inicial	pH final	□ pH	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Final (°C)	Tiempo ^a	Tiempo entre extracción y filtración (min)
Rango de aceptación	(95.5-100.5)	(0.95-1.05)	----	----	(55-65 min)	----	----	(Máx = 0.5)	(35-39)	(35-39)		(Máx = 0.5)
Botella blanco												
Duplicado												
Placebo cargado												

^a Tiempo en escala de 24

