

SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES

PROYECTO de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-157-SEMARNAT-2009, Que establece los elementos y procedimientos para instrumentar planes de manejo de residuos mineros.

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

SANDRA DENISSE HERRERA FLORES, Subsecretaria de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Presidenta del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, con fundamento en lo dispuesto en los artículos 32 Bis fracciones I, III, IV y V de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 2 fracciones III, VI y IX; 7 fracción III; 17, 27 fracciones I, II y V, y 32 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos; 38 fracción II; 40 fracciones I y X; 43, 47 fracción I; 73 y 74 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 33, 34 y 40, último párrafo del Reglamento de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos; 1 y 8 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, y 33 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

CONSIDERANDOS

Que el presente Proyecto de Norma Oficial Mexicana se sometió a consideración y fue aprobado por el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales en su Primera Sesión Ordinaria del día 1 de septiembre de 2009, para su publicación en el Diario Oficial de la Federación, con el propósito de someterla a consulta pública, de conformidad con el artículo 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, y a efecto de que los interesados, dentro de los sesenta días naturales, contados a partir de la fecha de su publicación en el Diario Oficial de la Federación, presenten sus comentarios ante el citado Comité, sito en Boulevard Adolfo Ruiz Cortines número 4209, cuarto piso, Fraccionamiento Jardines de la Montaña, Delegación Tlalpan, código postal 14210, Distrito Federal, o en los correos electrónicos olga.briseno@semarnat.gob.mx, gabriela.milan@semarnat.gob.mx.

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

Por lo expuesto y fundado he tenido a bien expedir para consulta pública el siguiente:

PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA PROY-NOM-157-SEMARNAT-2009, QUE ESTABLECE LOS ELEMENTOS Y PROCEDIMIENTOS PARA INSTRUMENTAR PLANES DE MANEJO DE RESIDUOS MINEROS

INDICE

0. Introducción
1. Objetivo
2. Campo de aplicación
3. Referencias
4. Definiciones
5. Especificaciones
 - 5.1 Clasificación de los residuos mineros
 - 5.2 Elementos y procedimientos a considerar al formular planes de manejo de los residuos mineros
 - 5.3 Criterios generales para el manejo integral de residuos mineros
 - 5.4 Criterios generales para la valorización de residuos
 - 5.5 Criterios para el almacenamiento y disposición final de residuos
6. Procedimiento para la 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 la Norma

Anexo Normativo 1: Método de Prueba- Procedimiento de Lixiviación de Precipitación Sintética

Anexo Normativo 2: Método Estándar de Prueba para la Intemperización Acelerada de Materiales Sólidos Utilizando una Celda Húmeda Modificada

Anexo Normativo 3: Prueba de extracción de constituyentes tóxicos

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:

Asociación de Ingenieros de Minas, Metalurgistas y Geólogos de México, A.C.

Cámara Minera de México, A.C.

Cámara Nacional de la Industria del Hierro y del Acero

Instituto Nacional de Ecología

- Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental

Procuraduría Federal de Protección al Ambiente

- 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
- Dirección General Adjunta de Política y Regulación Ambiental

Universidad Autónoma de San Luis Potosí

- Centro de Estudios, Asesoría y Servicios en Sistemas Ambientales (CEASSA)

Universidad Nacional Autónoma de México

- Instituto de Geografía

- Instituto de Geología

0. Introducción

El sector minero produce un gran volumen de residuos. En operaciones de minado a cielo abierto es común que se alcancen volúmenes de generación de residuos superiores a 10 veces por unidad de mineral procesado, los que pueden contener elementos potencialmente peligrosos o ser peligrosos, y representar un alto riesgo a la población, al ambiente o a los recursos naturales.

La composición de los residuos puede variar de acuerdo con la mineralogía del yacimiento y el proceso de beneficio utilizado, por lo que es necesario caracterizarlos para identificar su peligrosidad, de tal manera que en el manejo se considere cualquier elemento que pudiera generar un riesgo a la salud de las poblaciones aledañas, así como al ecosistema.

Con objeto de lograr el manejo integral de los residuos mineros, debe considerarse su alto volumen, su capacidad de valorización y recuperación energética, y como última opción su disposición final. Es decir, los planes de manejo constituyen un instrumento que promueve la valorización de los residuos mediante su aprovechamiento como insumos en las actividades productivas y limitando la disposición final para aquéllos cuya valorización o tratamiento no sea económicamente viable, tecnológicamente factible y ambientalmente adecuada.

En este sentido, en esta Norma se establecen especificaciones en materia ambiental que promuevan el manejo integral de residuos y conlleven, cuando sea viable, a la implementación de prácticas que minimicen la generación y busquen la valorización de dichos residuos.

1. Objetivo

La presente Norma Oficial Mexicana establece los elementos y procedimientos que se deben considerar al formular y aplicar los planes de manejo de residuos mineros, con el propósito de promover la prevención de la generación y la valorización de los residuos, así como alentar su manejo integral a través de nuevos procesos, métodos y tecnologías que sean económica, técnica y ambientalmente factibles.

2. Campo de aplicación

Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria para todas aquellas personas físicas y morales que generen residuos peligrosos y no peligrosos, provenientes de actividades mineras.

Se excluyen de la aplicación de esta Norma los residuos provenientes de los procesos metalúrgicos establecidos en el Artículo 32 del Reglamento de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos.

3. Referencias

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

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.

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, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de marzo de 2007.

Norma Mexicana NMX-AA-025-SCFI-1984, Protección al ambiente-Contaminación del suelo-Residuos sólidos-Determinación del pH- Método potenciométrico, publicada el 10 de diciembre de 1984.

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, y sus Reglamentos, así como las definiciones contenidas en las Normas Oficiales Mexicanas del inciso 3, Referencias y las siguientes:

4.1 Beneficio.- Los trabajos para preparación, tratamiento, fundición de primera mano y refinación de productos minerales, en cualquiera de sus fases, con el propósito de recuperar u obtener minerales o sustancias, al igual que de elevar la concentración y pureza de sus contenidos.

4.2 Concentración gravimétrica.- Proceso físico en el cual sólo se utiliza agua para contener el o los minerales; la separación es por la diferencia entre pesos específicos, hundiendo por gravedad el mineral o material más pesado y colectando en superficie el más ligero.

4.3 Concentración total.- Masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del residuo en estudio, expresada en kg, base seca, extraído del residuo por digestión (ácida o alcalina).

4.4 Descapote.- Material estéril que cubre una estructura mineralizada y que para su minado a cielo abierto se tiene que desalojar.

4.5 Drenaje ácido.- Lixiviado, efluente o drenaje contaminante que ha sido afectado por la oxidación natural de minerales sulfurosos contenidos en rocas o residuos expuestos al aire, agua y/o microorganismos promotores de la oxidación de sulfuros.

4.6 Elementos normados.- Los elementos químicos regulados en esta Norma Oficial Mexicana que son antimonio, arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo, mercurio, plata, plomo, selenio.

4.7 Escorias.- Material formado en las operaciones de fundición por la acción química y la fusión a través de la combinación de fundentes (carbonatos y silicatos) con la ganga o porción sin valor del mineral.

4.8 Explotación.- Las obras y trabajos destinados a la preparación y desarrollo del área que comprende el depósito mineral, así como los encaminados a desprender y extraer los productos minerales o sustancias existentes en el mismo.

4.9 Flotación.- Proceso físico químico de concentración de minerales, basado en la modificación de las propiedades superficiales de los minerales, suspendidas en agua.

4.10 Jarosita, Goetita o Hematita.- Compuestos de hierro (hidroxisulfato, oxihidróxido u óxido, respectivamente), obtenidos a partir de la precipitación de hierro disuelto en el proceso hidrometalúrgico de concentrados o calcinas de zinc, que puede contener otros elementos.

4.11 Minado.- Conjunto de obras realizadas para iniciar la extracción del mineral con valor económico del yacimiento. Pueden ser actividades de minado a cielo abierto y subterráneas.

4.12 PA.- Potencial de acidez.

4.13 PECT.- Procedimiento de Extracción de Constituyentes Tóxicos.

4.14 PN.- Potencial de neutralización.

4.15 PROFEPA.- La Procuraduría Federal de Protección al Ambiente

4.16 Reglamento.- Se refiere al Reglamento de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos.

4.17 Residuos mineros.- Son aquellos provenientes de las actividades de la explotación y beneficio de minerales o sustancias.

4.18 Restauración.- Conjunto de actividades tendientes a la recuperación y restablecimiento de las condiciones que propician la evolución y continuidad de los procesos naturales.

4.19 Secretaría.- La Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

4.20 Separación magnética.- Proceso físico que utiliza las características magnéticas del mineral para que se adhiera a los tambores o superficies magnetizadas. No se modifica el mineral.

4.21 Subproducto.- Material que habiendo sido identificado como residuo, puede ser utilizado como insumo o materia prima en otro proceso productivo, siempre y cuando la transmisión de propiedad (a título oneroso o gratuito) se encuentre documentada e incluida en el plan de manejo que se haya registrado ante la Secretaría.

4.22 Tepetateras.- Apilamiento de material mineral, sin valor económico. Incluye al descapote.

4.23 Terreros.- Apilamiento de material mineral de baja ley.

4.24 Tratamiento.- Procedimientos físicos, químicos, biológicos o térmicos, mediante los cuales se cambian las características de los residuos y se reducen su volumen o peligrosidad.

4.25 Tratamiento de minerales.- Operaciones para la concentración de los minerales.

5. Especificaciones

5.1 Clasificación de los residuos mineros

El generador identificará sus residuos en función del proceso que los genera, conforme a la siguiente clasificación:

5.1.1 Residuos provenientes del minado

5.1.1.1 Terreros

5.1.1.2 Tepetates

5.1.2 Residuos provenientes del beneficio de minerales

5.1.2.1 Residuos de la concentración de minerales

5.1.2.1.1 Residuos del beneficio físico

a) Jales de la separación magnética o electrostática

b) Jales de la concentración gravimétrica

5.1.2.1.2. Residuos del beneficio físico-químico

a) Jales de flotación

b) Reactivos gastados de los procesos de flotación

5.1.2.1.3. Residuos del beneficio de minerales por procesos químicos o bioquímicos

a) Jales cianurados

b) Mineral gastado de sistemas de lixiviación en montones.

5.1.2.2 Residuos de los procesos pirometalúrgicos

a) Escorias vitrificadas

b) Escorias carbonatadas

c) Catalizador gastado

d) Lodos de la limpieza de gases incluyendo lonas filtrantes deterioradas

e) Lodos del tratamiento del ácido débil

f) Lodos del almacenamiento de ácido sulfúrico

g) Lodos de las purgas de las plantas de ácido

h) Polvos de los hornos de calcinación

i) Otros residuos

5.1.2.3 Residuos de los procesos hidrometalúrgicos

a) Yesos (de la neutralización de purgas ácidas)

b) Lodos de la precipitación del hierro (goetita, jarosita o hematita) incluyendo lonas filtrantes deterioradas

c) Lodos de la lixiviación en tanques

d) Lodos del ánodo electrolítico

e) Carbón activado gastado

f) Lodos de la extracción por disolventes

g) Azufre elemental proveniente de la lixiviación directa de concentrados de zinc

h) Otros residuos

5.2. Elementos y procedimientos a considerar al formular planes de manejo de los residuos mineros.

Los elementos de los planes de manejo son las partes integrantes de los mismos, los cuales se clasificarán en: elementos generales que contendrán los criterios, especificaciones y directrices estructurales que los conformen y, en elementos particulares, en los que se establece el o los residuos objeto del plan de manejo, las cantidades y volúmenes de los mismos, los procedimientos para su minimización, su valorización o aprovechamiento, los mecanismos de evaluación y mejora del plan, y técnicas de manejo integral y administrativas de los residuos mineros.

Los procedimientos de los planes de manejo son las etapas que se deberán seguir para integrar en el plan las actividades para el manejo integral de los residuos mineros, así como para su evaluación, mejora y actualización.

5.2.1 Elementos generales del plan de manejo.

5.2.1.1 Propósito de los planes de manejo

5.2.1.1.1 Definir las medidas necesarias que aseguren el manejo integral de los residuos mineros, reduciendo los costos de su administración, facilitando y haciendo más efectivos, desde la perspectiva ambiental, tecnológica, económica y social, los procedimientos para su manejo.

5.2.1.1.2 Establecer modalidades de manejo que respondan a las particularidades de los residuos y de los materiales que los constituyan, como es el caso de los residuos generados por la industria minera.

5.2.1.1.3 Alentar la innovación de procesos, métodos y tecnologías, para lograr un manejo integral.

5.2.1.2 Contenido de los planes de manejo.- Deben incluir:

5.2.1.2.1 Información del Generador

- Nombre, denominación o razón social de los responsables de la ejecución del plan de manejo
- Domicilio (incluir croquis con coordenadas geográficas)
- Giro o actividad preponderante del solicitante
- Nombre de su representante legal

5.2.1.2.2 Modalidad del Plan de Manejo

Los planes de manejo de los residuos mineros, se podrán presentar conforme a las modalidades establecidas en el Artículo 16 del Reglamento y se podrá elaborar un plan de manejo por residuo o por un conjunto de residuos.

5.2.1.2.3 Objetivos del plan de manejo

Deben señalarse el o los objetivos específicos del plan de manejo, con el fin de prevenir la generación de residuos a partir de la reducción en la fuente, promover su valorización y aprovechamiento, y como última opción, asegurar el manejo ambiental de los residuos en caso de disposición final.

5.2.2 Elementos particulares de los planes de manejo

5.2.2.1 Descripción de los residuos mineros objeto del plan de manejo, que incluya:

- a) El listado por corriente de residuos
- b) Los procesos que los generan. Se podrá incluir un diagrama del proceso de manejo de los residuos
- c) La generación anual estimada por tipo de residuo
- d) La identificación de los residuos sujetos a valorización y/o a disposición, así como aquéllos que serán tratados como subproductos
- e) La determinación de la peligrosidad, conforme a las Normas Oficiales Mexicanas aplicables a los residuos mineros, o en su caso, a partir de los métodos de prueba establecidos en las Normas Mexicanas correspondientes.

5.2.2.2 El periodo de vigencia del plan

5.2.2.3 Línea base de generación

Con objeto de definir los objetivos, acciones y metas para la prevención, minimización y aprovechamiento de residuos, los generadores deberán establecer la línea base de generación de manera previa a la formulación del plan correspondiente.

La línea base de generación se refiere a la información del tipo y volumen generado de residuos con la cual se iniciará la formulación del plan de manejo. Contempla todos los residuos objeto del mismo, así como sus respectivos volúmenes o las cantidades que de ellos se generan. Los datos se deberán establecer a partir de un estimado de generación; en el caso de los residuos peligrosos, se podrá establecer la línea base a partir de los volúmenes registrados en la Cédula de Operación Anual remitida a la Secretaría, incluyendo las actividades de manejo de cada uno de ellos. Para los demás residuos, se establecerá la línea base a partir de la generación anual estimada conforme al numeral 5.2.2.1 c).

Una vez establecida la línea base, el generador formulará los objetivos y metas para el manejo integral.

5.2.3 Procedimiento para la formulación de los planes de manejo

5.2.3.1 Manejo integral de residuos

La gestión integral tiene como propósito establecer las actividades para el manejo integral de residuos, con objeto de lograr su prevención, minimización y valorización. En el plan de manejo se deberán describir los procesos bajo los cuales se desarrollarán dichas actividades, entre las cuales, se encuentran las siguientes:

- a)** Reducción en la fuente.- Deben señalarse las acciones en la fuente (innovación de procesos, nuevas tecnologías, sustitución de materias primas), para una menor generación de residuos o residuos de menor peligrosidad.
- b)** Separación.- Deben describirse las actividades, medidas, procedimientos, equipos, instalaciones y/o señalamientos para asegurar, cuando sea viable, el manejo separado de los residuos dadas sus características, peligrosidad e incompatibilidad. En el caso de residuos peligrosos se procederá de conformidad con el artículo 46 fracción II del Reglamento.
- c)** Valorización.- Deben describirse las acciones para el aprovechamiento de los residuos, indicando el sitio donde se realiza y el responsable del mismo. En el caso de residuos peligrosos el reciclaje se sujetará a lo dispuesto en el artículo 57 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos.
- d)** Tratamiento.- En el caso de que el residuo sea peligroso, deben describirse las medidas aplicadas para lograr lo establecido en el numeral 5.5.2.
- e)** Almacenamiento.- Deben indicarse bajo qué condiciones se realizará para evitar la liberación de contaminantes al ambiente.
- f)** Disposición final.- Deben señalarse las condiciones en que ésta se llevará a cabo con el fin de evitar la liberación de contaminantes al ambiente y sus posibles afectaciones a la salud de la población y al ambiente.

5.2.3.2 Los mecanismos de evaluación y mejora del plan de manejo

5.2.3.2.1 Debe describir los mecanismos de evaluación incluyendo uno o varios indicadores de desempeño, el procedimiento y periodicidad de su evaluación, y el registro de las conclusiones y mejoras correspondientes.

5.2.3.2.2 Debe conservarse registro de los programas que se realicen, así como de las evidencias de su cumplimiento y mejora.

5.2.3.3 Actualización del Plan de Manejo

5.2.3.3.1 Se deberá actualizar cuando se efectúen modificaciones de proceso o sustitución de materiales o por alguna otra situación establecida en la regulación vigente, en cuyo caso, deberán ser notificadas a la Secretaría.

5.3 Criterios generales para el manejo integral de residuos mineros

5.3.1 Muestreo para determinar la peligrosidad del residuo

Las pruebas para la caracterización deben efectuarse a partir de muestras del residuo a valorar.

5.3.1.1 Para la caracterización del residuo, las muestras deben ser obtenidas:

- a)** Antes del inicio de operaciones o cuando se modifiquen procesos, de las pruebas metalúrgicas realizadas en el laboratorio, y
- b)** Durante la operación, de las corrientes donde se generan los residuos o directamente de los depósitos de residuos.

5.3.1.2 El método empleado en el laboratorio debe simular el proceso de tratamiento y/o fundición o refinación que se realizará durante la operación.

5.3.1.3 En la etapa de operación se hará un compósito anual durante la vida útil del proyecto que sea representativo de las características del residuo.

5.3.1.4 A las muestras señaladas se les aplicarán las pruebas referidas en los incisos 5.3.2.3, 5.3.2.4, 5.3.2.5. y 5.3.2.6.

5.3.2 Caracterización del residuo

Cuando existan normas oficiales mexicanas específicas para la caracterización de un residuo, dicho proceso se realizará conforme a las especificaciones establecidas en ellas.

5.3.2.1. En el residuo, se determinará, según sea el caso:

- Las concentraciones totales (base seca) de los elementos incluidos en el Cuadro 2: antimonio, arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo, mercurio, plata, plomo y selenio
- La movilidad de los metales y metaloides presentes en el residuo, conforme a la determinación de las concentraciones totales, con base en los métodos de prueba aplicables (de acuerdo con la granulometría)
- El potencial de generación de drenaje ácido
- El pH de la disolución del residuo en agua

5.3.2.2 Las determinaciones que deberán realizarse dependen de la etapa del proceso minero en la que se genere el residuo, conforme al Cuadro 1.

Cuadro 1. Pruebas para determinar la peligrosidad del residuo

Etapa del proceso minero	Pruebas a realizar en el residuo
Minado y tratamiento de minerales	Concentración total
	Movilidad
	Potencial de generación de drenaje ácido
Producción de metales mediante procesos pirometalúrgicos o hidrometalúrgicos	Concentración total
	Movilidad
	pH de la disolución del residuo en agua

5.3.2.3. Determinación de las concentraciones totales (base seca)

Las concentraciones totales de los elementos señalados en el inciso 5.3.2.1 a) de esta norma presentes en el residuo, se determinan mediante los procedimientos descritos en el Apéndice Normativo B: Métodos Analíticos de la NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, numerales B3 Métodos por espectrofotometría de absorción atómica y B4 Método por espectrofotometría de emisión con plasma acoplado inductivamente.

5.3.2.4 Pruebas de Movilidad

5.3.2.4.1. Cuando la concentración total de los elementos normados sea mayor que el correspondiente límite máximo permisible base seca señalado en el Cuadro 2, se deberán realizar las pruebas de movilidad.

Cuadro 2. Límites máximos permisibles (LMP) para los constituyentes tóxicos en el extracto PECT y base seca

Contaminante	LMP (mg/L)	LMP (mg/kg)
	PECT	Base seca
Antimonio	0.53	10.6
Arsénico	5.00	100
Bario	100.0	2000
Berilio	1.22	24.4
Cadmio	1.00	20
Cromo	5.00	100
Mercurio	0.20	4
Plata	5.00	100
Plomo	5.00	100
Selenio	1.00	20

5.3.2.4.2. Se deberá seleccionar una de las siguientes pruebas de extracción de los constituyentes tóxicos:

- Lixiviación con agua en equilibrio con CO₂ (H₂O a pH = 5.50 ajustado con burbujeo de CO₂) (Anexo Normativo 5 fracción I, NOM-141-SEMARNAT-2003)
- Procedimiento de movilidad con agua meteórica (MWMP) (Anexo Normativo 3),
- Lixiviación de precipitación sintética con mezcla H₂SO₄/HNO₃ (Anexo Normativo 1)

5.3.2.4.3. Cuando la concentración en el extracto de uno o varios de los elementos listados en el Cuadro 2, sea superior a los límites permisibles PECT señalados en el mismo, se concluye que el residuo representado por la muestra es peligroso por la toxicidad asociada con la movilidad del elemento en cuestión.

5.3.2.5. Pruebas para determinar el pH

5.3.2.5.1. En los residuos de los procesos pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos, la generación potencial de acidez se determinará mediante la medición del pH.

5.3.2.5.2. El pH se determinará mediante el procedimiento indicado en la NMX-AA-025-SCFI-1984, Protección al ambiente-Contaminación del suelo residuos sólidos-determinación del pH-método potenciométrico.

5.3.2.5.3. Cuando el valor del pH sea menor o igual que 4 o mayor que 10, se considera que el residuo es peligroso por su corrosividad.

5.3.2.6. Pruebas para determinar el potencial de generación de drenaje ácido.

5.3.2.6.1 En los residuos de los procesos de minado y tratamiento de minerales, el potencial de generación de drenaje ácido se determina aplicando la prueba modificada de balance ácido-base (ABA por sus siglas en inglés).

5.3.2.6.2 Para determinar si el residuo es generador potencial de drenaje ácido, se debe de aplicar la prueba ABA establecida en los Anexos Normativos 1 y 5 (II) de la NOM-141-SEMARNAT-2003 y sujetarse a los límites establecidos en el Cuadro 3.

Cuadro 3. Límites para determinar la peligrosidad por el potencial de generación de drenaje ácido

Criterio	Calificación	Peligrosidad
PN/ PA \leq 3	Generador de drenaje ácido	Peligroso*/
PN/ PA $>$ 3	No generará drenaje ácido	No peligroso

*/ Si el valor de la relación PN/PA es mayor de 1 y menor o igual a 3, se considera generador de ácido. En este caso el generador podrá optar por realizar la prueba para la intemperización acelerada de materiales sólidos utilizando una celda húmeda modificada para determinar que el residuo no es peligroso (ver Anexo Normativo 2).

5.3.2.7 Debe tenerse la información de los procedimientos para la caracterización de los residuos, cuando se fueron generando, además de los procedimientos para estabilizar todos los residuos de procesos.

5.4 Criterios generales para la valorización de residuos

5.4.1 El aprovechamiento o valorización de los residuos, debe sujetarse al principio de eficiencia ambiental y desarrollarse de conformidad con las disposiciones legales en materia de impacto ambiental, riesgo, prevención de la contaminación del agua, aire y suelo y otras, que resulten aplicables.

5.4.2 Los procesos empleados para la valorización o el aprovechamiento no deben liberar contaminantes al ambiente ni constituir un riesgo para la salud, y habrán de promover el ahorro de energía y de materias primas.

5.4.3 En el caso de aprovechamiento o valorización de los residuos en la fuente que los generó, el plan de manejo deberá indicar:

5.4.3.1 Para reutilización: las características técnicas del material o residuo a reutilizar, los procesos productivos en los cuales serán utilizados, su capacidad anual de reutilización y su balance de materia.

5.4.3.2 Para reciclaje o co-procesamiento: los procedimientos, métodos o técnicas de reciclaje o co-procesamiento que se proponen, detallando todas sus etapas; las cargas de residuos peligrosos, emisiones, efluentes y generación de otros residuos, así como los parámetros de control de proceso.

5.4.3.3 Para aprovechamiento energético: el balance de energía, el poder calorífico del residuo y el proceso al cual será incorporado.

5.5 Criterios para el almacenamiento y disposición final de residuos

5.5.1 Se deben identificar los elementos del ambiente presentes en el sitio en que se depositarán los residuos, aquéllos que sean susceptibles de afectación por los impactos generados por la disposición de residuos, así como la capacidad del entorno para atenuar dichos impactos, conforme al estudio de la caracterización del sitio del numeral 5.3 de la NOM-141-SEMARNAT-2003.

5.5.2 Durante el proyecto, construcción, operación y cierre de los depósitos de almacenamiento y disposición final de residuos, se deberán contar con las especificaciones de ingeniería y mantenimiento que aseguren su estabilidad física.

5.5.2.1. En el caso de los terreros, tepetateras y demás depósitos de residuos mineros no sujetos a una Norma Oficial Mexicana específica, se deben establecer medidas de control para:

- a) Evitar procesos de erosión eólica e hídrica, así como los arrastres mecánicos
- b) Impedir la dispersión en el ambiente de drenaje ácido, lixiviados y escurrimientos, en su caso.

5.5.2.2. Para los depósitos de residuos provenientes de procesos pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos, se debe cumplir además de lo establecido en el numeral 5.5.2.1, con lo siguiente:

- a) Depositar únicamente residuos sólidos de naturaleza inorgánica y compatibles entre sí
- b) Asegurar el aislamiento adecuado del depósito para impedir el contacto de los residuos con cuerpos de agua, así como para evitar su transporte por viento o arrastres
- c) Contar con un sistema de captación y canalización del agua pluvial, acorde a las condiciones climáticas locales

5.5.3. Durante las etapas de operación y postoperación, todo depósito deberá monitorear los cuerpos de agua vulnerables.

5.5.4. En el caso de los depósitos abiertos, se deberá proceder a la restauración de las partes que vayan quedando fuera de operación conforme al paisaje original del sitio, incluyendo la revegetación.

6. Procedimiento para la evaluación de la conformidad

6.1. Para efectos de este procedimiento, se deben considerar las definiciones contenidas en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento.

6.2. La Evaluación de la Conformidad de la presente Norma Oficial Mexicana, se podrá realizar por la PROFEPA o por las unidades de verificación acreditadas y aprobadas en los términos establecidos por la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y su Reglamento.

6.3. Para que la evaluación se lleve a cabo, el promovente lo solicitará por escrito a la PROFEPA o, en su caso, a las unidades de verificación acreditadas y aprobadas.

6.4. En caso de que el promovente desee que la evaluación sea realizada por una unidad de verificación, éste deberá contratar los servicios de alguna de las unidades de verificación acreditadas y aprobadas por la Secretaría.

6.5. La evaluación de la conformidad se realizará para la caracterización del residuo, y para verificar el cumplimiento de los criterios de valorización y almacenamiento y disposición final de residuos. Habrá de verificarse la existencia y registro del plan de manejo conforme lo establece el artículo 33 del Reglamento.

6.6. Tanto la unidad de verificación como la PROFEPA, podrán llevar a cabo los muestreos, análisis de laboratorio y estudios de campo que consideren necesarios para determinar la conformidad de esta Norma Oficial Mexicana por lo que se refiere al muestreo y caracterización del residuo. Las metodologías a emplear deberán ser documentadas y acordadas con la instancia a evaluar.

6.7. Los dictámenes de las unidades de verificación serán reconocidos en los términos que determine la autoridad competente.

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

American Society for Testing and Materials, Método ASTM D 5744-96.

Bureau de Recherches Géologiques et Minières BRGM/RP-50319-fr.- Management of mining, quarrying and ore-processing waste in the European Union; Study made for DG Environment, European Commission Co-ordination by P. Charbonnier, December 2001

Bureau of Mining Regulation and Reclamation, Nevada Division of Environmental Protection, Meteoric Water Mobility Procedure.

Comisión de las Comunidades Europeas.- Propuesta de Directiva del Parlamento Europeo y del Consejo sobre la Gestión de los Residuos de las Industrias Extractivas. Bruselas, 2.6.2003 COM (2003) 319 final 2003/0107 (COD)

Diario Oficial de las Comunidades Europeas.- Anexo. Lista de residuos de conformidad con la letra a) del Artículo 1 de la Directiva 75/442/CEE sobre Residuos y con el Apartado 4 del Artículo 1 de la Directiva 91/689/CEE sobre Residuos Peligrosos

Diario Oficial de las Comunidades Europeas.- Directiva 2006/21/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 15 de marzo de 2006 sobre la Gestión de los Residuos de Industrias Extractivas y por la que se modifica la Directiva 2004/35/CE - Declaración del Parlamento Europeo, del Consejo y de la Comisión n° L 102 de 11/04/2006 p. 0015 – 0034.

Diario Oficial de la Unión Europea.- Directiva 2006/12/CE del Parlamento Europeo y del Consejo de 5 de abril de 2006 relativa a los Residuos

Environment Australia, Best Practice Environmental Management in Mining.- Managing Sulphidic Mine Wastes and Acid Drainage. 1997

Environmental Canada.- Guidance Document for Management of Wastes from the Base Metals Smelting Sector <http://www.ec.gc.ca/nopp/docs/rpt/mgmtWaste/en/toc.cfm>

Gobierno de España, Ministerio de Medio Ambiente.- Plan Nacional Integrado de Residuos (PNIR) 2008-2015 Versión Preliminar.

Gobierno de España, Ministerio de Medio Ambiente.- Anexo 10. I Plan Nacional de Residuos de Industrias Extractivas 2008-2015 (I PNIE)

Government of British Columbia, Ministry of Energy and Mines.- Guidelines For Metal Leaching and Acid Rock Drainage at Minesites in British Columbia, August 1998

Natural Resources Canada, CAMMET Mining and Mineral Sciences Laboratories.- List of Potential Information Requirements in Metal Leaching/Acid Rock Drainage Assessment and Mitigation Work. MEND Report 5.10 E, January 2005

República de Perú, Ministerio de Energía y Minas.- Guía Ambiental para el Manejo de Drenaje Acido de Minas

Secretary of State for Environment, Food and Rural Affairs by Command of Her Majesty.- Waste Strategy for England 2007 (Annex C4: Mining and quarrying wastes), May 2007

U.S. Environmental Protection Agency EPA/310-R-95-010.- EPA Office of Compliance Sector Notebook Project Profile of the Nonferrous Metals Industry September 1995

U.S. Environmental Protection Agency EPA/310-R-95-008.- EPA Office of Compliance Sector Notebook Project Profile of the Metal Mining Industry

U.S. Environmental Protection Agency EPA/530//R-95/043.- Technical Document Background for NEPA Reviewers: Non-coal mining operations

U.S. Environmental Protection Agency, Special Wastes, Identification and Description of Mineral Processing Sectors and Waste Streams, September 1995

<http://www.epa.gov/epaoswer/other/mining/minedock/id/index.htm>

U.S. Environmental Protection Agency Bevil Amendment Issues Training <http://www.epa.gov/epaoswer/other/mineral/bevilltraining.pdf>

U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste, EPA 530-R-94-036.- Technical Document, Acid Mine Drainage Prediction, December 1994

U.S. Environmental Protection Agency, Método 1312.

9. Observancia de la 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, cuyo personal realizará los trabajos de inspección y vigilancia que sean necesarios. Las violaciones a la misma se sancionarán en los términos de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos y los demás ordenamientos jurídicos que resulten aplicables.

TRANSITORIO

UNICO. Esta Norma Oficial Mexicana entrará en vigor a los 60 días naturales después de la fecha de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

México, Distrito Federal, a los veintinueve días del mes de octubre de dos mil nueve.- La Subsecretaria de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Presidenta del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, **Sandra Denisse Herrera Flores.**- Rúbrica.

Anexo Normativo 1

Procedimiento de lixiviación de precipitación sintética

1. Introducción

La toxicidad de los metales y metaloides (MM) en los residuos mineros no depende de su concentración total, sino de la concentración de la fracción extraíble bajo condiciones ambientales. La fracción es la que puede representar un riesgo ambiental, ya que es móvil en el ambiente. También se considera a esta fracción extraíble como una medida indirecta de la fracción biodisponible, ya que reacciona fácilmente dentro de los organismos vivos.

2. Objetivo

Este método se elaboró con base en el método EPA-1312, con el propósito de determinar la movilidad de analitos orgánicos e inorgánicos presentes en los residuos mineros por medio del procedimiento de lixiviación de precipitación sintética con mezcla de H_2SO_4/HNO_3 .

3. Resumen del método

3.1 Para muestras líquidas (que contienen menos de 0,5% de material sólido seco), la muestra, después de la filtración a través de un filtro de fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 μm , se define como el extracto 1312.

3.2 Para muestras que contienen 0,5% o más de sólidos, la fase líquida, si la hubiere, se separa de la fase sólida y se almacena para su posterior análisis; el tamaño de las partículas de la fase sólida se reduce en caso de ser necesario. La fase sólida se extrae con una cantidad de fluido (reactivo) de extracción igual a 20 veces el peso de la fase sólida. El fluido de extracción estará en función de la región del país en el que se localiza el sitio de la muestra si la muestra es un suelo. Si la muestra es un residuo o aguas residuales, el fluido de extracción empleado es una solución de un pH de 4.2. Se utiliza un recipiente extractor especial cuando se hacen pruebas de analitos volátiles (véase la Tabla 1 para la lista de compuestos volátiles). Después de la extracción, el extracto líquido se separa de la fase sólida a través de una filtración usando un filtro de fibra de vidrio de 0,6 a 0,8 μm .

3.3 Si son compatibles (es decir, al combinarse no forman fases múltiples), la fase líquida inicial de los residuos se añade al extracto líquido, y éstos se analizan conjuntamente. Si son incompatibles, los líquidos se analizan por separado y los resultados se combinan matemáticamente para obtener una concentración promedio en volumen.

4. Interferencias

Las posibles interferencias que pueden encontrarse durante el análisis se discuten en cada uno de los métodos analíticos.

5. Aparatos y materiales

5.1 Aparato de Agitación: El aparato de agitación debe ser capaz de rotar el recipiente de extracción de arriba para abajo (véase la figura 1) a 30 ± 2 rpm. Cualquier aparato que haga girar el recipiente de extracción de arriba abajo a 30 ± 2 rpm es aceptable.

5.2 Recipientes de Extracción

5.2.1 Recipientes de Extracción de Volumen Muerto Cero (VMC) [por su denominación en inglés, ZHE]. Este aparato únicamente se utiliza cuando la muestra está siendo analizada para la movilidad de los analitos volátiles (es decir, los que figuran en la Tabla 1). El VMC (mostrado en la Figura 2) permite la separación de líquido/sólido en el aparato y efectivamente impide el volumen muerto. Este tipo de recipiente permite la separación inicial, líquido/sólido, la extracción, y la filtración final sin necesidad de abrir el recipiente (ver el numeral 5.3.1). Estos recipientes deberán tener un volumen interno de 500-600 mL y deben estar equipados para instalar un filtro de 90-110 mm. Los aparatos contienen anillos O de VITON que se deben reemplazar con frecuencia.

Para que el VMC sea aceptable para su utilización, el pistón debe ser capaz de moverse con aproximadamente 15 psig o menos. Los anillos O del aparato deben ser reemplazados si se requiere más presión para mover el pistón. Si esto no soluciona el problema, el VMC no es aceptable para los análisis 1312 y se debe contactar al fabricante.

Revisar el VMC después de cada extracción e identificar fugas. Si el aparato contiene un manómetro, presurizar el aparato a 50 psig, permitir que permanezca sin vigilancia durante 1 hora, y revisar nuevamente la presión. Si el aparato no tiene dicho manómetro, presurizar el dispositivo a 50 psig, sumergir en agua, y verificar la presencia de burbujas de aire que estén escapando de cualquiera de los aditamentos. Si se pierde presión, revisar todos los aditamentos y de ser necesario, reemplazar los anillos O. Volver a probar el aparato.

Algunos VMC usan la presión del gas para accionar el pistón VMC, mientras que otros utilizan presión mecánica. Considerando que el procedimiento de volátiles (Ver numeral 8.3) se refiere a libras por pulgada cuadrada (psig), para el pistón accionado mecánicamente, la presión se mide en torsión-pulgadas libras. Consultar las instrucciones del fabricante para la correcta conversión.

5.2.2 Recipiente frasco de extracción. Cuando la muestra se está evaluando usando la extracción no volátil, se necesita un frasco con capacidad suficiente para contener la muestra y fluido de extracción. En este recipiente se permite el volumen cero.

Los frascos de extracción se pueden construir de diversos materiales, en función de los analitos y la naturaleza de los residuos (véase numeral 5.3.3). Se recomienda utilizar frascos de vidrio borosilicado en lugar de otros tipos de vidrio, sobre todo cuando involucra sustancias inorgánicas. Si se van a investigar orgánicos no se deben utilizar frascos de plástico, si son de plástico sólo podrán ser de politetrafluoroetileno. Los frascos se encuentran con proveedores de laboratorios. Cuando se usa este tipo de frasco, el aparato de filtración descrito en el numeral 5.3.2 se utiliza para la separación inicial líquido-sólido y para la filtración del extracto final.

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

5.3.1 Recipiente de Extracción Volumen Muerto Cero (VMC): Cuando la muestra se analiza para volátiles, se debe utilizar para la filtración el recipiente extracción de Volumen Muerto Cero descrito en el Paso 5.2.1. El aparato deberá ser capaz de soportar y mantener en su lugar el filtro de fibra de vidrio y de resistir la presión requerida para lograr la separación (50 psig).

NOTA: Cuando se sospecha que el filtro de fibra de vidrio se ha fracturado, se puede usar un filtro de fibra de vidrio en línea para filtrar el material dentro del VMC.

5.3.2 Porta Filtro: Cuando la muestra se analiza para cosas diferentes a los analitos no volátiles, se puede utilizar un porta filtro capaz de soportar un filtro de fibra de vidrio y de resistir la presión necesaria para lograr la separación. Los porta filtro adecuados van desde simples unidades de vacío a sistemas relativamente complejos capaces de ejercer presiones de hasta 50 psig o más. El tipo de porta filtro utilizado depende de las propiedades del material a ser filtrado (ver paso 5.3.3). Estos aparatos deberán tener un volumen mínimo interno de 300 mL y estar equipados para dar cabida a un filtro de tamaño mínimo de 47 mm (se recomiendan porta filtros que tengan una capacidad interna de 1.5 L o mayor, y equipados para albergar un filtro de 142 mm de diámetro). La filtración al vacío sólo puede ser utilizada para los residuos de bajo contenido de sólidos (<10%) y para los muy granulares, que contienen residuos líquidos. Todos los demás tipos de residuos deben ser filtrados con filtración de presión positiva. Cualquier aparato capaz de separar la fase líquida de la sólida es aceptable siempre y cuando sea compatible químicamente con el residuo y los componentes que se van a analizar. Se pueden usar aparatos de plástico (que no aparezcan en la lista) cuando sólo se van a analizar analitos inorgánicos. Se recomienda el porta filtros de 142 mm.

5.3.3 Materiales de construcción: Los recipientes de extracción y los dispositivos de filtrado deberán ser de materiales inertes que no lixivien ni absorban los componentes de la muestra de interés. Se puede utilizar vidrio, politetrafluoroetileno (PTFE), o equipo de acero inoxidable de tipo 316 en la evaluación de la movilidad de los componentes orgánicos e inorgánicos. Los dispositivos de polietileno de alta densidad (HDPE), polipropileno (PP), o de polivinilo de cloruro (PVC) sólo podrán utilizarse en la evaluación de la movilidad de los metales. Se recomienda utilizar frascos de vidrio de borosilicato sobre otros tipos de frascos de vidrio, especialmente cuando los analitos de interés son inorgánicos.

5.4 Filtros: Utilizar filtros de fibra de vidrio borosilicado, sin aglutinantes, con un tamaño efectivo de poro de 0,6 a 0,8 μm . No utilizar pre-filtros. Cuando se evalúe la movilidad de metales, someter los filtros a un lavado ácido antes de su uso con ácido nítrico 1N seguido por tres enjuagues con agua grado reactivo (se recomienda un mínimo de 1L por enjuague). Los filtros de fibra de vidrio son frágiles y deben manejarse con cuidado.

5.5. Medidores de pH: El medidor de pH debe tener una exactitud de $\pm 0,05$ unidades a 25°C.

5.6 Equipos de Recolección de Extracto VMC: Utilizar bolsas acero inoxidable o jeringas herméticas de vidrio o PTFE para coleccionar la fase inicial líquida y el extracto final cuando se utilice el aparato VMC. Estos equipos se recomiendan para uso bajo las siguientes condiciones:

5.6.1 Si un residuo contiene una fase líquida acuosa o si un residuo no contiene una cantidad significativa de líquido no acuoso (es decir, <1% del total de los residuos), utilizar una bolsa TEDLAR 600 mL o una jeringa para recoger y combinar el extracto líquido y sólido inicial.

5.6.2 Si un residuo contiene una cantidad significativa de líquido no acuoso en la fase líquida inicial (es decir, > 1% del total de residuos), utilizar la jeringa o la bolsa TEDLAR tanto para la separación inicial líquida/sólida y para la filtración de extracto. Sin embargo, los analistas deben utilizar una u otra, no ambas.

5.6.3 Si el residuo no contiene una fase inicial líquida (es 100% sólido) o no tiene fase significativa sólida (es <0.5% de sólidos), se pueden utilizar ya sea la bolsa TEDLAR o la jeringa. Si se utiliza la jeringa, se deben desechar los primeros 5 mL de líquido filtrado del dispositivo. El resto de las alícuotas se utilizan para el análisis.

5.7 Equipos de Transferencia de Extracción de Líquidos VMC: Cualquier equipo capaz de transferir el fluido de extracción al VMC sin cambiar la naturaleza del fluido de extracción es aceptable (por ejemplo, una bomba de desplazamiento positivo o peristáltica, una jeringa hermética, (ver numeral 5.3.2), u otros equipos VMC).

5.8 Balanza de Laboratorio: Cualquier balanza de laboratorio con precisión de ± 0.01 gramos puede ser utilizada (todas las medidas deben estar dentro de $\pm 0,1$ gramos).

5.9 Vaso de precipitado o Matraz Erlenmeyer de vidrio, 500 mL.

5.10 Vidrio de reloj, diámetro apropiado para cubrir el vaso de precipitado o Matraz Erlenmeyer.

5.11 Agitador magnético.

6. Reactivos

6.1 Utilizar reactivos grado analítico. Se debe tener la certeza de que los reactivos cuentan con la pureza suficiente para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación.

6.2 Agua Grado Reactivo. El Agua Grado Reactivo se define como el agua en el que no se observa un interferente en o por encima del límite de detección del método del analito (s) de interés. Para las extracciones no volátiles, el agua ASTM Tipo II o el equivalente logran la definición de agua grado reactivo.

6.2.1 El Agua Grado Reactivo para extracciones volátiles se puede producir al pasar el agua corriente a través de una cama de que contenga alrededor de 500 gramos de carbón activado.

6.2.2 También se puede utilizar un sistema de purificación de agua (Millipore Super-Q o equivalente) para generar agua grado reactivo para extracciones volátiles.

6.2.3 El agua grado reactivo para extracciones volátiles también se puede preparar hirviendo agua durante 15 minutos. Posteriormente, al tiempo que se mantiene la temperatura del agua a 90 ± 5 grados C, hierva un gas inerte libre de contaminantes (Por ejemplo, nitrógeno) en el agua durante 1 hora. Mientras esté aún caliente, transfiera el agua a un frasco de tapa de rosca de boca estrecha de volumen cero y selle con una membrana forrada de teflón y tape.

6.3 Acido sulfúrico/ácido nítrico (mezcla de peso de 60/40 por ciento) H_2SO_4/HNO_3 . Cuidadosamente mezcle 60 g de ácido sulfúrico concentrado con 40 g de ácido nítrico concentrado. Si se prefiere, una mezcla acida de H_2SO_4/HNO_3 puede prepararse y utilizarse en los numerales 5.4.1 y 5.4.2 lo que hace más fácil ajustar el pH de los fluidos de extracción.

6.4 Fluidos de Extracción.

6.4.1 Fluido de Extracción #1: Este fluido se hace mediante la adición de la mezcla de ácidos sulfúrico y nítrico en porcentaje en peso 60/40 (o una dilución adecuada) a el agua grado reactivo (Paso 5.2) hasta que el pH sea de $4,20 \pm 0,05$.

NOTA: Las soluciones no son estables y es posible que no se alcance el pH exacto.

6.4.2 Fluido de extracción # 2: Este fluido se hace mediante la adición de la mezcla de ácidos sulfúrico y nítrico de porcentaje de peso 60/40 (o una adecuada dilución) al agua grado reactivo (numeral 5.2) hasta que el pH sea de $5,00 \pm 0,05$. El fluido se utiliza para determinar la lixiviabilidad de los suelos de un sitio que está al oeste del Río Mississippi.

6.4.3 Fluido de extracción # 3: Este fluido es agua grado reactivo (numeral 5.2) y se utiliza para determinar la lixiviabilidad del cianuro y de compuestos volátiles.

NOTA: Estos fluidos de extracción deben vigilarse con frecuencia por las impurezas. El pH debe verificarse antes de su uso para garantizar que estos fluidos se integren con precisión. Si se encuentran impurezas o el pH no está dentro de las especificaciones anteriores, el fluido debe ser descartado y debe prepararse fluido de extracción fresco.

6.5 Preparar estándares de acuerdo al método analítico adecuado.

7. Recolección de muestra, preservación y manejo

7.1 Todas las muestras serán recolectadas conforme a lo indicado en esta norma oficial mexicana.

7.2 Puede haber requisitos sobre el tamaño mínimo de la muestra de campo dependiendo del estado o estados físicos de los residuos y de los analitos de interés. Se necesita una alícuota para las evaluaciones preliminares de los porcentos de sólidos y del tamaño de las partículas.

Puede ser necesaria una alícuota para llevar a cabo el procedimiento de extracción de analitos no volátiles. Si lo que es de interés son los orgánicos volátiles, puede ser necesaria otra alícuota. Las medidas de control de calidad pueden requerir alícuotas adicionales. Además, siempre es más prudente recoger más muestras en caso de que algo salga mal en el primer intento de llevar a cabo la prueba.

7.3 No adicionar sustancias para preservar la muestra antes de la extracción.

7.4 Refrigerar las muestras a menos que la refrigeración resulte en cambios físicos irreversibles de los residuos. Si se producen precipitaciones, toda la muestra (incluyendo el precipitado) debe ser extraída.

7.5 Cuando la muestra sea analizada para analitos volátiles, tener cuidado a fin de reducir al mínimo la pérdida de compuestos volátiles. Recoger las muestras y almacenar a manera de prevenir la pérdida de analitos volátiles (por ejemplo, recoger las muestras en frascos forrados de membranas de teflón cerrados y almacenados a 4°C. Abrir las muestras hasta antes de la extracción. Las muestras sólo deben abrirse inmediatamente antes de la extracción).

7.6 Preparar los extractos 1312 para su análisis y analizar a la brevedad posible después de la extracción. Acidificar los extractos o parte de los extractos para la determinación de analitos metálicos con ácido nítrico a un pH <2, a menos que se produzca la precipitación (si se produce la precipitación, ver numeral 8.2.14). Conservar los extractos para otros analitos de acuerdo a los métodos de análisis individual. Evitar que los extractos o parte de los extractos para las determinaciones de analitos orgánicos entren en contacto con la atmósfera (es decir, ningún volumen cero) para evitar pérdidas. Ver el numeral 9.0 (Control de Calidad) para tiempos aceptables de muestreo y extracción.

8. Procedimiento

8.1 Evaluaciones preliminares

Realizar las evaluaciones preliminares 1312 en una alícuota de la muestra del residuo en un mínimo de 100 gramos. Esta alícuota puede en realidad no experimentar la extracción 1312. Estas evaluaciones preliminares incluyen: (1) Determinar el porcentaje de sólidos (numeral 8.1.1), (2) determinar si los residuos contienen sólidos en cantidades insignificantes y, por lo tanto, después de la filtración es su propio extracto (numeral 8.1.2), y (3) Determinar si la porción sólida de los residuos exige reducción del tamaño de las partículas (numeral 8.1.3).

8.1.1 Determinación preliminar del porcentaje de sólidos: El porcentaje de sólidos se define como la fracción de la muestra de residuos (como porcentaje del total de la muestra) del que no se puede extraer líquido por una presión aplicada, tal como se describe a continuación.

8.1.1.1 Si la muestra no produce líquido cuando está sujeta a la presión de filtración (es decir, es 100% sólido), pese una submuestra representativa (100 g mínimo) y proceda conforme al numeral 8.1.3.

8.1.1.2 Si la muestra es líquida o de múltiples fases, se requiere la separación de sólido/líquido para hacer la determinación preliminar del porcentaje de sólidos. Esto involucra el equipo de filtración referido en el numeral 5.3.2, y se describe en los numerales 8.1.1.3 a 8.1.1.9.

8.1.1.3 Pesar el filtro y el recipiente que recibirá el filtrado.

8.1.1.4 Ensamblar el porta filtros y el filtro siguiendo las instrucciones del fabricante. Colocar el filtro en el soporte y asegurarlo

8.1.1.5 Pesar una submuestra de los residuos (100 gramos mínimo) y registrar su peso.

8.1.1.6 Permitir que los lodos sedimenten en la fase sólida. Las muestras que sedimenten lentamente pueden centrifugarse antes de la filtración. La centrifugación se usará solamente como ayuda de la filtración. Si se realiza la centrifugación, el líquido debe ser decantado y filtrado y después filtrar la parte sólida de los residuos a través del mismo sistema de filtración.

8.1.1.7 Transferir cuantitativamente la muestra al porta filtros (fases líquida y sólida). Distribuir la muestra de manera uniforme sobre la superficie del filtro. Si la filtración de los residuos a 4°C reduce la cantidad de líquido filtrado a más de lo que se debe filtrar a temperatura ambiente, entonces dejar que la muestra alcance la temperatura ambiente en el equipo antes de filtrar.

Aplicar gradualmente vacío o presión suave de 1-10 psig, hasta que el aire o el gas de presurización pase a través del filtro. Si no se alcanza este punto a menos de 10 psig, y en caso de que no haya pasado más líquido por el filtro en cualquier intervalo de 2 minutos, lentamente aumentar la presión en incrementos de 10 psig hasta un máximo de 50 psig. Después de cada incremento de 10 psig, si el gas de presurización no se ha movido a través del filtro, y en caso de que no haya pasado más líquido por el filtro en cualquier intervalo de 2 minutos, proceder al próximo incremento de 10 psig. Cuando el gas de presurización comienza a pasar por el filtro, o cuando cesa el flujo de líquido a 50 psig (es decir, la filtración no da lugar a ningún filtrado adicional dentro de cualquier período de 2 minutos), detener la filtración.

NOTA: Si el material de la muestra (> 1% del peso original de la muestra) se ha adherido al recipiente utilizado para transferir la muestra al aparato de filtración, determinar el peso de este residuo y réstelo del peso de la muestra determinado en el numeral 8.1.1.5 a fin de determinar el peso de la muestra que será filtrada.

NOTA: La aplicación instantánea de presión alta puede inutilizar el filtro de fibra de vidrio y puede causar un taponamiento prematuro.

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

NOTA: Algunas muestras, tales como los residuos aceitosos y algunos residuos de pintura, evidentemente contendrán algún material que parece ser un líquido, pero incluso después de aplicar el vacío o la presión de filtración, como se indica en el numeral 8.1.1.7, este material puede no filtrarse. Si este es el caso, el material en el dispositivo de filtración se define como un sólido. No reemplazar el filtro original con un nuevo filtro bajo ninguna circunstancia. Emplear únicamente un filtro.

8.1.1.9 Determinar el peso de la fase líquida, restando el peso del recipiente vacío (ver numeral 8.1.1.3), del peso total del recipiente con el filtrado. Determinar el peso de la fase sólida de la muestra restando el peso de la fase líquida del peso total de la muestra, según se determinó en el numeral 8.1.1.5 o 8.1.1.7.

Registrar el peso de las fases líquida y sólida. Calcular el porcentaje de sólidos de la siguiente manera:

$$\text{Porcentaje de sólidos} = \frac{\text{Peso de sólido (numeral 7.1.1.9)}}{\text{Peso total del Residuo (numeral 8.1.1.5 o 8.1.1.7)}} \times 100$$

8.1.2 Si el porcentaje de sólidos determinado en el numeral 8.1.1.9 es igual o superior a 0,5%, entonces proceder conforme al numeral 8.1.3 para determinar si el material sólido requiere reducción de tamaño de las partículas o al numeral 8.1.2.1, si se observó que el filtrado está húmedo. Si el porcentaje de sólidos determinado en el numeral 8.1.1.9 es inferior al 0,5%, proseguir con el numeral 8.2.9; si el análisis no volátil 1312 se va a llevar a cabo, y con el numeral 8.3 y con una nueva porción de los residuos volátiles si el análisis volátil 1312 se tiene que realizar.

8.1.2.1 Retirar la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.

8.1.2.2 Secar el filtro y la fase sólida a $100 \pm 20^\circ\text{C}$ hasta que dos pesajes sucesivos den el mismo valor dentro de $\pm 1\%$. Registrar el peso final.

Precaución: El horno de secado debe de desfogar a una campana u otro aparato adecuado para eliminar la posibilidad de que las emanaciones de la muestra se escapen al laboratorio. Verificar que la muestra no chispee o reaccione violentamente al calentarse.

8.1.2.3 Calcular el porcentaje de sólidos secos como sigue:

$$\text{Porcentaje de Sólidos secos} = \frac{\text{Peso de la muestra seca + filtro - peso de filtro}}{\text{Peso inicial de la muestra (numeral 8.1.1.5 o 8.1.1.7)}} \times 100$$

8.1.2.4 Si el porcentaje de sólidos secos es menor a 0,5%, proseguir con el numeral 8.2.9, si se va a realizar el análisis no volátil 1312, y con el numeral 8.3 si se va a realizar el análisis de volátiles 1312. Si el porcentaje de sólidos secos es mayor o igual a 0,5%, y si se tiene que llevar a cabo el análisis de no volátiles 1312, regresar al inicio de esta etapa (8.1) y, con una nueva porción de la muestra determinar si la reducción de partículas es necesaria (numeral 8.1.3).

8.1.3 Determinar si el residuo requiere reducción de tamaño de la partícula (reducir el tamaño de la partícula en este paso): Utilizar la parte sólida, calcular el sólido para el tamaño de la partícula. Reducir el tamaño de las partículas, si el sólido tiene una superficie por gramo de material igual o superior a 3.1 cm^2 , o sea inferior a 1 cm en su dimensión más estrecha (es decir, es capaz de pasar a través de un tamiz estándar de 9,5 mm (0,375 pulgadas)). Si la superficie es menor o el tamaño de la partícula es mayor a lo descrito, preparar la porción de sólidos de la muestra para extracción por medio de trituración, corte o molido de los residuos a una superficie o tamaño de las partículas como se ha descrito. Si los sólidos se preparan para una extracción de compuestos volátiles orgánicos, tomar precauciones especiales (Ver numeral 8.3.6).

NOTA: Los criterios para las de superficie son para materiales de residuos filamentosos (por ejemplo, papel, tela, y otros similares). La medición de la superficie no es necesaria, ni es recomendable. Para materiales que obviamente no cumplen los criterios, se necesitaría desarrollar y emplear métodos específicos de la muestra para medir el área superficial. Esa metodología no está disponible actualmente.

8.1.4 Determinación del fluido de extracción apropiado:

8.1.4.1 Para residuos y aguas residuales, utilizar el fluido de extracción # 1.

8.1.4.2 Para residuos y/o suelos que contengan residuos de cianuro, utilizar el fluido de extracción # 3 (agua grado reactivo) ya que el lixiviado que contiene muestras de cianuro en condiciones ácidas puede dar lugar a la formación de cianuro de hidrógeno gaseoso.

8.1.5 Si se determinó en el numeral 8.1.1.1 que la alícuota de la muestra utilizada para la evaluación preliminar (numerales 8.1.1 - 8.1.4) es sólido 100%, entonces utilizar para la extracción del numeral 8.2 (suponiendo de que queden cuando menos 100 gramos), y para la extracción del numeral 8.3 (suponiendo que queden cuando menos 25 gramos). Si la alícuota fue sometida al procedimiento del numeral 8.1.1.7, utilizar otra alícuota para el procedimiento de extracción de volátiles en el numeral 8.3. La alícuota de los residuos sometidos al procedimiento en el numeral 8.1.1.7 podría ser apropiada para usarse para la extracción del numeral 8.2 si se obtuvo una cantidad adecuada de sólidos (según lo determinado por el numeral 8.1.1.9).

La cantidad de sólidos necesaria dependerá de si se produce una cantidad suficiente de extracto para apoyar el análisis. Si queda una cantidad adecuada de los sólidos, proseguir con numeral 8.2.10 de extracción de no volátiles 1312.

8.2 Procedimiento cuando no se determinan volátiles

Se recomienda un tamaño mínimo de muestra de 100 gramos (sólidos y líquidos). En algunos casos, puede ser apropiada una muestra de mayor tamaño en función del contenido de sólidos de la muestra de residuos (porcentaje de sólidos, ver numeral 8.1.1); si la fase líquida inicial de los residuos es miscible con el extracto acuoso del sólido; y si las sustancias inorgánicas, sustancias inorgánicas semi volátiles, pesticidas y herbicidas son analitos de interés. Generar suficientes sólidos para la extracción de manera que el volumen del extracto 1312 sea suficiente para llevar a cabo todos los análisis necesarios. Si la cantidad de extracto generado por una única extracción 1312 no es suficiente para llevar a cabo todos los análisis, se puede llevar a cabo más de una extracción y combinar los extractos de cada uno para su análisis.

8.2.1 Si la muestra no produce líquido cuando es sometida a la presión de la filtración (es decir, es 100% sólido, ver numeral 8.1.1), pesar una submuestra de la muestra (100 gramos mínimo) y prosiga con el numeral 8.2.9.

8.2.2 Si la muestra es líquida o de fases múltiples, efectuar una separación líquido/sólido. Utilizar el dispositivo de filtración referido en el numeral 5.3.2 y descrito en los numerales 8.2.3 a 8.2.8.

8.2.3 Pesar previamente el recipiente que recibirá el filtrado.

8.2.4 Ensamblar el porta filtro y el filtro de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Colocar y asegurar el filtro en el soporte. Si se está evaluando la movilidad de los metales lave el filtro con ácido (ver el numeral 5.4).

NOTA: Los filtros lavados con ácido se pueden utilizar para todas las extracciones no volátiles, incluso cuando los metales no son de interés.

8.2.5 Pesar una submuestra de la muestra (100 gramos mínimo) y registrar el peso. Si el residuo contiene <0,5% de sólidos secos (numeral 8.1.2), la porción líquida del residuo después de la filtración, se define como el Extracto 1312. Por lo tanto, filtrar suficiente muestra, para que la cantidad de líquido filtrado alcance para realizar todos los análisis requeridos del extracto 1312. Para los residuos que contienen > 0,5% de sólidos secos (numerales 8.1.1 o 8.1.2), utilizar la información de porcentaje de sólidos obtenida en el numeral 8.1.1 para determinar el tamaño óptimo de la muestra (mínimo 100 gramos) para la filtración. Se deben producir suficientes sólidos por la filtración para alcanzar los análisis a realizarse en la extracción 1312.

8.2.6 Dejar reposar los lodos para permitir que se asiente la fase sólida. Las muestras que se asientan lentamente pueden ser centrifugadas antes de la filtración. Utilizar la centrifugación sólo como una ayuda a la filtración. Si la muestra es centrifugada, el líquido debe ser decantado y filtrado, seguido por la filtración de la parte sólida del residuo a través del mismo sistema de filtración.

8.2.7 Transferir cuantitativamente la muestra (fases líquida y sólida) al porta filtro (ver numeral 5.3.2). Distribuir la muestra de residuo de manera uniforme sobre la superficie del filtro. Si la filtración del residuo a 4°C reduce la cantidad de líquido filtrado más de lo que se filtraría a temperatura ambiente, entonces dejar que la muestra alcance la temperatura ambiente en el dispositivo antes de filtrar.

Aplicar vacío gradualmente o presión de 1-10 psig, hasta que el aire o gas de presurización pase a través del filtro. Si no se llega a éste a menos de 10 psig, y si no pasa líquido a través del filtro en intervalos de 2 minutos, aumentar lentamente la presión en incrementos de 10 psig hasta un máximo de 50 psig. Si después de cada incremento de 10 psig, el gas de presurización no ha pasado a través del filtro, y no ha pasado líquido adicional a través del filtro en cualquier intervalo de 2 minutos, proceder con el próximo incremento de 10 psig. Cuando el gas de presurización comienza a pasar por el filtro, o cuando cesa el flujo de líquido a 50 psig (es decir, la filtración no da lugar a ningún filtrado adicional en un período de 2 minutos), detener la filtración.

NOTA: Si el material de residuo (> 1% del peso de la muestra inicial) se ha adherido al recipiente usado para transferirla al aparato de filtración, determinar el peso de este residuo y restar del peso de la muestra determinada en el numeral 7.2.5, para conocer el peso de la muestra del residuo que será filtrado.

NOTA: La aplicación instantánea de alta presión puede inutilizar el filtro de fibra de vidrio y puede causar taponamiento prematuro.

8.2.8 El material retenido en el porta filtro se define como la fase sólida de la muestra, y el filtrado se define como la fase líquida. Pesarse el filtrado. La fase líquida puede ahora ser analizada (ver numeral 8.2.12) o almacenada a 4°C hasta el momento del análisis.

NOTA: Algunos residuos, como los aceitosos y de pintura, contienen material que tiene la apariencia de un líquido. Incluso después de aplicar el vacío o la presión de filtración, como se indica en el numeral 8.2.7, este material puede no filtrar. Si este es el caso, el material en el dispositivo de filtración se define como un sólido, y se lleva a través de la extracción como un sólido. Bajo ninguna circunstancia vaya a reemplazar el filtro original por un filtro nuevo. Utilizar sólo un filtro.

8.2.9 Si la muestra contiene <0,5% de sólidos secos (ver numeral 8.1.2), proseguir con el numeral 8.2.13. Si la muestra contiene > 0.5% de sólidos secos (véase numeral 8.1.1 o 8.1.2) y, en caso de que haya sido necesaria la reducción del tamaño de las partículas del sólido en el numeral 8.1.3, proseguir con el numeral 8.2.10. Si la muestra recibida pasa por un tamiz de 9,5 mm, transferir cuantitativamente el material sólido al frasco extractor junto con el filtro usado para separar el líquido inicial de la fase sólida, y proseguir con el numeral 8.2.11.

8.2.10 Preparar la porción sólida de la muestra para la extracción moliendo, recortando o triturando los residuos a una área o tamaño de partícula tal y como se describe en el Paso 8.1.3. Cuando la superficie o el tamaño de partículas han sido alterados adecuadamente, transferir cuantitativamente el material sólido al frasco de extracción. Incluir el filtro usado para separar el líquido inicial de la fase sólida.

NOTA: Normalmente no se requiere el tamizado de los residuos. Los requisitos del área superficial son para materiales de residuo filamentosos (por ejemplo, papel, tela) y similares. No se recomienda la medición efectiva de la superficie. Si el tamizado es necesario, utilizar un tamiz con revestimiento de teflón para evitar la contaminación de la muestra.

8.2.11 Determinar la cantidad de fluido de extracción para añadir al recipiente extractor de la siguiente manera:

$$\text{Peso del Fluido de Extracción} = \frac{20 \times \% \text{ de sólidos (Paso 7.1.1) } \times \text{ peso de los residuos filtrados (numeral 7.2.5 o 7.2.7)}}{100}$$

Añadir poco a poco la cantidad adecuada de fluido de extracción (ver Numeral 8.1.4) al recipiente de extracción. Cerrar el frasco del extractor perfectamente (es recomendable utilizar cinta de teflón para asegurar un sellado hermético), asegurar en el dispositivo extractor rotatorio, y rotar a 30 ± 2 rpm durante 18 ± 2 horas. La temperatura ambiente (es decir, la temperatura de la habitación en la que la extracción toma lugar) se mantendrá a un nivel de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ durante el período de extracción.

NOTA: Mientras la agitación continúa, la presión se puede acumular dentro del recipiente extractor en algunos tipos de muestra (por ejemplo, muestras que contengan cal o carbonato de calcio pueden desarrollar gases como el dióxido de carbono). Para aliviar el exceso de presión, abrir periódicamente el frasco extractor (por ejemplo, después de 15 minutos, 30 minutos, y 1 hora) y desfogar en una campana de ventilación.

8.2.12 Después de las 18 +/- 2 horas de extracción separar el material en el recipiente de extracción, en sus componentes líquido y sólido por medio de filtración a través de un nuevo filtro de fibra de vidrio, tal como se indica en el numeral 8.2. Para la filtración final del extracto 1312, de ser necesario, se puede cambiar el filtro de fibra de vidrio para facilitar la filtración. Los filtros serán lavados en ácido (ver numeral 5.4), si se está evaluando la movilidad de los metales.

8.2.13 Preparar el extracto 1312 de la siguiente manera:

8.2.13.1 Si el residuo no contiene fase líquida inicial, el líquido filtrado obtenido del numeral 8.2.12 se define como el extracto 1312. Proseguir con el numeral 8.2.14.

8.2.13.2 Si los líquidos son compatibles (por ejemplo, no resultaran fases múltiples de la combinación), combinar el líquido filtrado resultante del numeral 8.2.12 con la fase líquida inicial de la muestra obtenida en el numeral 8.2.7. Este líquido combinado se define como el extracto 1312. Proseguir con el numeral 8.2.14.

8.2.13.3 Si la fase líquida inicial de los residuos, obtenida del numeral 8.2.7, no es o no puede ser compatible con el líquido filtrado resultante del numeral 8.2.12, no combinar estos líquidos. Analizar estos líquidos, definidos de manera colectiva como el extracto 1312, y combinar los resultados matemáticamente, como se describe en el numeral 8.2.14.

8.2.14 Después de colectar el extracto 1312, registrar el pH del extracto. Inmediatamente tomar una alícuota y guardar el extracto para su análisis. Acidificar las alícuotas para análisis de metales con ácido nítrico a un pH < 2. Si se observa precipitación en la adición de ácido nítrico a una pequeña alícuota del extracto, entonces no acidificar el resto del extracto para análisis de metales y analizar el extracto lo antes posible. Conservar las demás alícuotas en refrigeración (4°C) hasta su análisis. Preparar y analizar el extracto 1312 de acuerdo a los métodos analíticos apropiados. Digerir los extractos 1312 para metales con ácido, salvo en los casos donde la digestión cause la pérdida de analitos metálicos. Si un análisis del extracto sin digerir muestra que la concentración de cualquier analito metálico regulado excede el nivel regulatorio, entonces se trata de un residuo peligroso y la digestión del extracto no es necesaria. Sin embargo, los datos sobre los extractos no digeridos por sí solos no pueden ser utilizados para demostrar que los residuos no son peligrosos. Si cada una de las fases se analizaran por separado, determine el volumen de las fases individuales ($a \pm 0.5\%$), haga los análisis apropiados y combine los resultados matemáticamente mediante un promedio volumen-peso:

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

donde:

V_1 = El volumen de la primera fase (L).

C_1 = La concentración del analito de interés en la primera fase (mg/L).

V_2 = El volumen de la segunda fase (L).

C_2 = La concentración del analito de interés en la segunda fase (mg/L).

8.2.15 Comparar las concentraciones de analito en el extracto 1312 con los niveles señalados en las disposiciones reglamentarias correspondientes. Consulte la Sección 9.0 para los requisitos de garantía de calidad.

8.3 Procedimiento para determinar los constituyentes volátiles.

Utilizar el dispositivo VMC para obtener el extracto 1312 para el análisis de compuestos volátiles únicamente. No utilizar el extracto resultante para evaluar la movilidad de analitos no volátiles (por ejemplo, metales, pesticidas, etc.).

El dispositivo VMC cuenta con una capacidad interna de aproximadamente 500 mL. El VMC puede por lo tanto, servir para un máximo de 25 gramos de sólidos (definido como la fracción de una muestra en la cual ningún líquido adicional puede ser forzado a salir aplicando una presión aplicada de 50 psig), debido a la necesidad de agregar una cantidad de fluido extractante igual a 20 veces el peso de la fase sólida.

Cargar el VMC una sola vez con la muestra y no abrir hasta que el extracto final (del sólido) haya sido colectado. No deben permitirse llenados repetitivos del VMC para obtener 25 gramos de sólidos.

No permitir que la muestra inicial, la fase líquida inicial, o el extracto sean expuestos a la atmósfera por más tiempo del absolutamente necesario. Efectuar cualquier manipulación de estos materiales en frío (4°C) para minimizar la pérdida de compuestos volátiles.

8.3.1 Pesar el contenedor del colector de filtrados (evacuado) (Ver numeral 5.6). Si utiliza una bolsa Tedlar pasar todo el líquido del dispositivo VMC en la bolsa, ya sea para la separación inicial o final del líquido/sólido, y tomar una alícuota del líquido en la bolsa para análisis. Los contenedores que figuran en el numeral 5.6 se recomiendan para uso en las condiciones definidas en los numerales 5.6.1-5.6.3.

8.3.2 Colocar el pistón VMC dentro del cuerpo del VMC (humedecer ligeramente los anillos O del pistón con el fluido de extracción). Ajustar el pistón dentro del cuerpo del aparato a una altura que minimice la distancia a la que el pistón tendrá que moverse una vez que sea cargado con la muestra (basado en los requerimientos del tamaño de la muestra determinados por los numerales 8.3, 8.1.1 y/o 8.1.2). Asegurar la brida del fondo (entrada y salida del gas) en el cuerpo del VMC de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Asegurar el filtro de fibra de vidrio entre las dos mallas del soporte y colocar aparte. Colocar aparte la brida de entrada y salida del gas (brida superior).

8.3.3 Si la muestra es 100% sólido (ver numeral 8.1.1), pesar una submuestra (25 gramos como máximo) de los residuos, registrar el peso, y proceder al numeral 8.3.5.

8.3.4 Si la muestra contiene <0,5% de sólidos secos (numeral 8.1.2), la porción líquida, después de la filtración, se define como el extracto 1312. Filtrar suficiente muestra de modo que la cantidad de líquido filtrado sea la necesaria para realizar todos los análisis de constituyentes volátiles requeridos. Para muestras que tienen 0,5 % de sólidos secos o más (numerales 8.1.1 y/o 8.1.2), usar la información obtenida en el numeral 8.1.1 del por ciento de sólidos para determinar el tamaño de muestra óptima a ser cargado en el VMC. El tamaño de muestra recomendado es el siguiente:

8.3.4.1 Para muestras que contienen <5% de los sólidos (ver numeral 8.1.1), pesar una submuestra de 500 gramos de residuos y registrar el peso.

8.3.4.2 Para residuos que contengan >5% de los sólidos (ver numeral 8.1.1), determinar la cantidad de residuos a cargar al VMC de la siguiente manera:

$$\text{Peso de los residuos a cargar al VMC} = \frac{25}{\text{Por ciento de sólidos (numeral 7.1.1)}} \times 100$$

8.3.4.3 Pesar una submuestra de los residuos del tamaño apropiado y registrar el peso.

8.3.5 Si se requirió la reducción del tamaño de la partícula de la parte sólida de la muestra en el numeral 8.1.3, prosiga con el numeral 8.3.6. Si no se requirió la reducción del tamaño de la partícula en el numeral 8.1.3, proseguir con el numeral 8.3.7.

8.3.6 Preparar la muestra para la extracción triturando, cortando o moliendo la porción sólida de los residuos a una superficie o tamaño de las partículas tal y como se describe en el numeral 8.1.3.1. Los residuos y el equipo de reducción adecuado deben mantenerse en refrigeración. Si es posible, a 4°C previo a la reducción de las partículas. Los medios utilizados para la reducción del tamaño de las partículas no deben generar calor en sí y por sí mismos. Si la reducción de la fase sólida de los residuos es necesaria, evitar la exposición de los residuos a la atmósfera en la medida de lo posible.

NOTA: No se recomienda el tamizado de los residuos debido a la posibilidad de que los compuestos volátiles pueden perderse. Como alternativa se recomienda el uso de una regla graduada. Los requisitos del área superficial son para residuos filamentosos (Por ejemplo, papel, tela) y materiales similares. No se recomienda la medición del área superficial.

Cuando el área superficial o tamaño de las partículas ha sido apropiadamente alterada, proseguir con el numeral 8.3.7.

8.3.7 Los residuos lodosos no deben asentarse; no se debe centrifugar la muestra antes de la filtración.

8.3.8 Transferir cuantitativamente la muestra (fase líquida y sólida) rápidamente a la VMC. Asegurar el filtro y las mallas de soporte en la brida superior del equipo y asegurar esta brida al cuerpo de la VMC de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Apretar todos los aditamentos de la VMC y colocar el equipo en la posición vertical (con la brida de entrada y salida de gases en el fondo). No adherir el aparato de colección de la extracción a la placa superior.

Nota: Si más del 1% del peso de la muestra original se adhirió al recipiente usado para transferirla a la VMC, determinar el peso de este residuo y restar del peso de la muestra determinada según el numeral 8.3.4 para calcular el peso efectivo de la muestra que va a ser filtrada.

Conectar una línea de gas a la válvula de entrada y salida de gases (brida inferior) y con la válvula de entrada y salida de líquidos (brida superior) abierta, comenzar a aplicar presión suavemente de 1-10 psig (o más si es necesario) para lentamente eliminar el volumen muerto del aparato VMC hacia la campana. Al aparecer líquido en la válvula de entrada y salida de líquidos, cerrar rápidamente la válvula y quitar la presión. Si la filtración del residuo a 4°C reduce la cantidad de líquido filtrado comparada con la que se obtendría filtrada a temperatura ambiente, permitir que la muestra alcance la temperatura ambiente en el equipo antes de efectuar la filtración.

Si los residuos son 100% sólidos (ver numeral 8.1.1), incrementar lentamente la presión a un máximo de 50 psig para forzar la salida del volumen muerto del aparato y prosiga con el numeral 8.3.12.

8.3.9 Unir el recipiente de recolección de filtrado, previamente pesado a la válvula de entrada y salida de líquidos y abrir la válvula. Comenzar aplicando presión suave de 1-10 psig para pasar la fase líquida al recipiente recolector. Si no ha pasado líquido adicional por el filtro en intervalos de 2 minutos, lentamente incremente la presión en incrementos de 10-psig hasta un máximo de 50 psig. Después de cada incremento de 10 psig, si no ha pasado líquido adicional por el filtro en algún intervalo de 2 minutos, proceder al siguiente incremento de 10 psig. Cuando ha parado el flujo de líquido al grado de que la presión continua de 50 psig no resultan en filtrados adicionales dentro de los periodos de 2 minutos, detenga la filtración. Cerrar la válvula de entrada y salida de líquidos, elimine la presión al pistón, desconecte y pese el recipiente de recolección de filtrado.

NOTA: La aplicación instantánea de presión puede fracturar el filtro de fibra de vidrio y causar un taponamiento prematuro.

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

NOTA: Algunos residuos, como los residuos grasos y algunos residuos de pintura, contienen algún material que aparenta ser líquido. Incluso después de aplicar la presión de filtración, este material no filtrará. Si este es el caso, el material en el dispositivo de filtración se define como un sólido, y se lleva a través de la extracción 1312 como un sólido.

Si el residuo original contenía menos de 0.5% de sólidos secos (ver numeral 8.1.2), este filtrado se define como extracto 1312 y es analizado directamente. Proseguir al numeral 8.3.15.

8.3.11 Analizar La fase líquida inmediatamente (Véanse numerales 8.3.13 a 8.3.15) o almacenar a 4°C bajo condiciones mínimas de volumen muerto hasta el momento del análisis. Determinar el peso del fluido de extracción número 3 a adicionar al VMC como sigue:

$$\text{Peso del fluido de extracción} = \frac{20 \times \% \text{ sólidos (paso 7.1.1) } \times \text{peso de residuos filtrados (Paso 7.3.4 o 7.3.8)}}{100}$$

8.3.12 Los siguientes numerales describen cómo añadir la adecuada cantidad de fluido de extracción al material sólido dentro del VMC y la agitación del vaso VMC. El fluido de extracción número 3 se utiliza en todos los casos (Ver numeral 6.4.3).

8.3.12.1 Con el VMC en posición vertical, conectar una línea del depósito del fluido de extracción a la válvula de entrada y salida de líquidos. Llenar la línea con el fluido de extracción fresco y enjuagado previamente con fluido para eliminar las burbujas de aire en la línea. Liberar la presión de gas en el pistón VMC (por medio de la válvula de entrada y salida de gas), abrir la válvula de entrada y salida de líquidos y comenzar a transferir el fluido de extracción (por bombeo o métodos similares) al VMC. Continuar presionando el fluido de extracción, hasta que la cantidad apropiada haya sido introducida al equipo.

8.3.12.2 Después de añadir el fluido de extracción, cerrar inmediatamente la válvula de entrada y salida de líquidos y desconectar la línea del fluido de extracción. Revisar el VMC para asegurarse que todas las válvulas están cerradas. Girar el equipo manualmente de arriba a abajo 2 o 3 veces. Regresar el VMC a la posición vertical con la válvula de entrada y salida de líquidos en la parte de arriba. Presurizar el VMC a 5-10 psig (si es necesario) y abrir lentamente la válvula de entrada y salida de líquidos para desplazar cualquier volumen muerto que pueda haber sido introducido al agregar el fluido de extracción. Este sangrado debe hacerse repetidamente y detenerse en cuanto aparezca líquido en la válvula. Represurizar el VMC con 5-10 psig y verificar todos los aditamentos del VMC para asegurarse que estén cerrados.

8.3.12.3 Colocar el VMC en el aparato de agitación rotatorio (si no está ya ahí) y rotar a 30 ± 2 rpm durante 18 ± 2 horas. La temperatura ambiente (es decir, la temperatura del cuarto en que ocurre la extracción) debe mantenerse a $22 \pm 3^\circ\text{C}$ durante la agitación.

8.3.13 Después de las 18 ± 2 horas de rotación, comprobar la presión en el pistón del VMC abriendo y cerrando rápidamente la válvula de entrada y salida de gases y observando el escape de gas. Si la presión no se ha mantenido (es decir, no se observa escape de gas) el equipo tiene fugas. Revisar el VMC por fugas como se especifica en el numeral 5.2.1 y repetir la extracción con una nueva muestra de residuos. Si la presión dentro del equipo se mantuvo, el material en el recipiente de extracción separar de nuevo en sus componentes líquido y sólido. Si el residuo contenía una fase líquida inicial, el líquido puede filtrarse directamente en el mismo recipiente de recolección de filtrados (por ejemplo, la bolsa TEDLAR) que contiene la fase líquida inicial del residuo. Se debe usar un recipiente de recolección de filtrado separado, si combinándolos se formarían fases múltiples o si no tiene suficiente volumen dentro del recipiente de colección del filtrado. Filtrar a través de filtro de fibra de vidrio usando el aparato VMC utilizando el aparato VMC como se describe en el numeral 8.3. Todos los extractos deberán filtrarse y colectarse si se utilizan bolsas TEDLAR, si el extracto es de fases múltiples, o si el residuo contenía una fase líquida inicial (ver numerales 5.6 y 8.3.1).

NOTA: usar un filtro de fibra de vidrio en línea para filtrar el material dentro del VMC si se sospecha que el filtro está fracturado.

8.3.14 Si la muestra original no contiene ninguna fase líquida inicial, el material líquido filtrado obtenido conforme al numeral 8.3.13, se define como extracto 1312. Si la muestra contenía una fase líquida inicial, el material líquido filtrado obtenido del numeral 8.3.13 y la fase líquida inicial (numeral 8.3.9) se definen en conjunto como extracto 1312.

8.3.15 Después de la recolección del extracto 1312, preparar inmediatamente para análisis a preservar con volumen muerto mínimo a 4°C hasta que se vaya a analizar. Efectuar el análisis de acuerdo a los métodos analíticos apropiados. Si las fases individuales se van a analizar separadamente (es decir, no son miscibles), determinar el volumen de las fases individuales (a 0,5%), realizar los análisis apropiados y combine los resultados matemáticamente, usando un simple promedio volumen-peso:

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

En donde:

V_1 = El volumen de las primeras fases (L)

C_1 = La concentración del analito de interés en la primera fase (mg/L).

V_2 = El volumen de la segunda fase (L)

C_2 = La concentración del analito de interés en la segunda fase (mg/L).

8.3.16 Comparar la concentración del extracto 1312 con los niveles identificados como permisibles señalados en las normas. Consultar el numeral 9.0 para los requisitos de garantía de calidad.

9. Control de calidad

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

9.2 Preparar una matriz adicionada para cada tipo de residuo (por ejemplo; lodos del tratamiento de aguas residuales, suelos contaminados, etc., excepto cuando el resultado exceda el nivel permitido y los datos se emplean únicamente para demostrar que las propiedades del residuo exceden el nivel permitido. Analizar una matriz adicionada por cada lote analítico. Seguir las indicaciones proporcionadas por cada método analítico sobre las adiciones a la matriz.

9.2.1 Adicionar la matriz después de la filtración del extracto 1312 y antes de su conservación. No adicionar antes de la extracción 1312 de la muestra.

9.2.2 Adicionar la matriz en una concentración equivalente a la del nivel permisible. Si la concentración del analito es menor que la mitad del nivel permitido, la concentración adicionada puede ser tan baja como la mitad de la concentración del analito, pero no debe ser menor que 5 veces el límite de detección del método. A fin de evitar diferencias debidas al efecto de la matriz, adicionar la matriz a un volumen nominal igual al del extracto 1312 que se analizó para la matriz sin adición.

9.2.3 El propósito de la matriz adicionada es dar seguimiento a la aplicación de los métodos usados y determinar cuando existe una interferencia debido a la matriz. El uso de otros métodos de calibración internos, modificaciones a los métodos analíticos o el uso de métodos analíticos alternativos pueden ser necesarios para medir con precisión la concentración de analitos en el extracto 1312 cuando la recuperación del testigo es menor al desempeño esperado del método analítico.

9.2.4 La recuperación a partir de una muestra adicionada se calcula mediante la siguiente fórmula:

$(X_s - X_u)$

$$\% R (\% \text{ de recuperación}) = 100\% (X_s - X_u) / K$$

donde:

X_s = valor determinado para la matriz adicionada

X_u = valor determinado para la matriz sin adición, y

K = valor conocido de adición en la matriz

9.3 Se deben seguir todas las medidas de control descritas en el método analítico.

9.4 El uso de métodos de calibración interna se emplearán para un contaminante metálico si: (1) la recuperación del contaminante del extracto 1312 no es al menos de un 50% y la concentración no exceda el nivel permisible, y (2) La concentración del contaminante medido en el extracto está dentro del 20% del nivel permisible.

9.4.1. Se deberá usar el método de adiciones estándar como método de calibración interna para cada uno de los metales contaminantes.

9.4.2 El método de adición estándar requiere preparar estándares de calibración con la matriz normal de calibración y un blanco de reactivos. Tomar cuatro alícuotas idénticas de solución y adicionar cantidades conocidas de estándar normas a tres de estas alícuotas. La cuarta alícuota es la desconocida. Preferiblemente, se debe preparar la primera adición a manera que la concentración resultante sea de aproximadamente el 50% de la concentración esperada de la muestra. Preparar la segunda y tercera adición a manera de que las concentraciones sean de aproximadamente el 100% y 150% de la concentración esperada de la muestra. Aforar las cuatro alícuotas val volumen con agua grado reactivo o una solución blanco, y diluir en caso de ser necesario para mantener las señales en el rango lineal de la técnica instrumental. Analizar las cuatro alícuotas.

9.4.3 Preparar una gráfica con los datos, o calcular la regresión lineal, de las señales del instrumento o de las concentraciones derivadas de calibraciones externas como la variable dependiente (eje- y) frente a las concentraciones de las adiciones estándar como la variable independiente (eje -x). Resuelva para la intersección de la abscisa (la variable independiente, eje -x) que es la concentración desconocida.

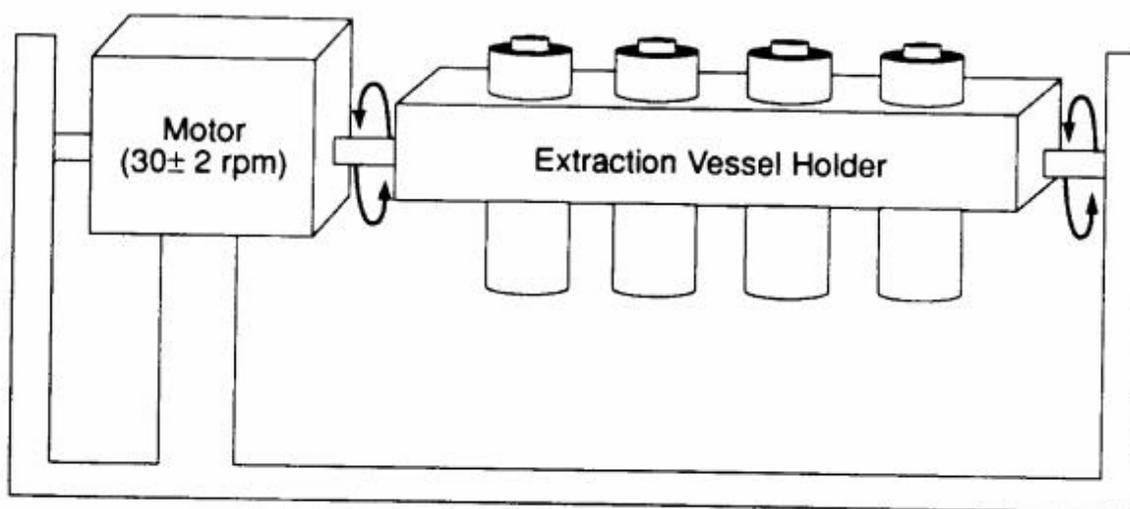
9.4.4 Restar la señal instrumental o concentración derivada de la calibración externa de la muestra desconocida (sin adición de las señales instrumentales o concentraciones derivadas de calibraciones externas de las normas adicionadas. Graficar o calcular la regresión lineal de las señales instrumentales corregidas o las concentraciones derivadas de calibraciones externas corregidas como la variable dependiente frente a la variable independiente. Obtener la concentración desconocida con la curva de calibración interna como si fuera una curva de calibración externa.

9.5 Tratar las muestras para la extracción 1312 dentro de los siguientes plazos:

TIEMPOS MAXIMOS PARA RETENCION DE MUESTRAS (días)

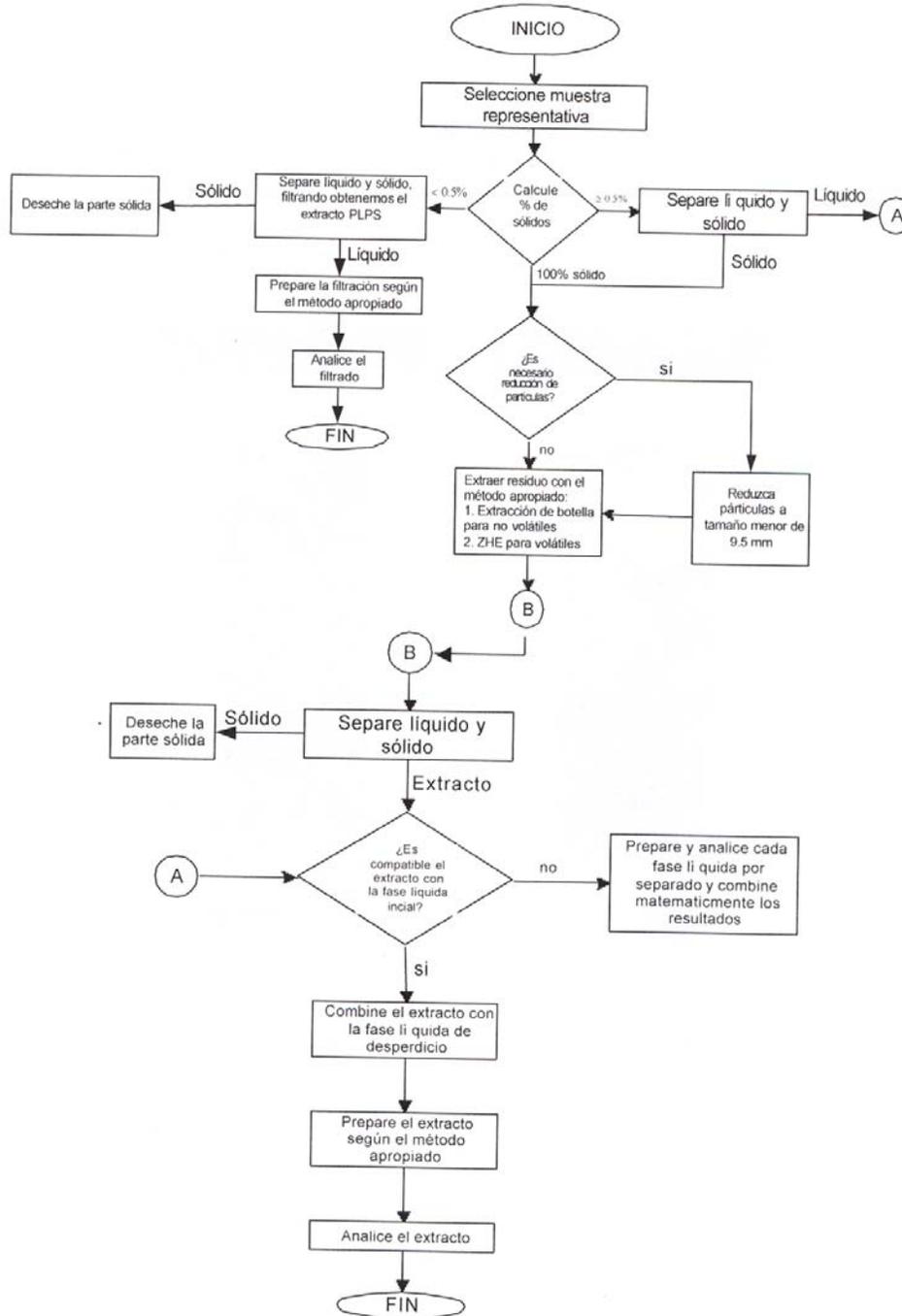
	De: La recolección en campo A: Extracción 1312	De: La extracción 1312 A: La preparación para la extracción	De: La preparación para la extracción A: La determinación analítica	Total de Tiempo Transcurrido
Volátiles	14	NA	14	28
Semivolátiles	14	7	40	61
Mercurio	28	NA	28	56
Metales excepto mercurio	180	NA	180	360
NA = No aplica				

Si se exceden los tiempos de retención, los valores obtenidos se consideraran como concentraciones mínimas. No es aceptable exceder el tiempo de retención para establecer que un residuo no excede el nivel permisible. El tiempo de retención excedido no invalidará la caracterización si el residuo excede el nivel permisible.



APARATO ROTATORIO DE AGITACION

METODO 1312
PROCEDIMIENTO DE LIXIVIACION DE PRECIPITACION SINTETICA



Anexo Normativo 2

Método Estándar de Prueba para la Intemperización Acelerada de Materiales Sólidos Utilizando una Celda Húmeda Modificada

1. Introducción

Este método de intemperización acelerada está diseñado para aumentar la velocidad de intemperismo geoquímico de 1,000 gramos de muestra de material sólido y generar un efluente semanal que puede ser caracterizado para productos intemperizados solubilizados.

2. Objetivo

2.1. Este método está basado en el método ASTM D 5744-96¹, con el propósito de determinar la peligrosidad de los residuos mineros a través de un procedimiento que acelera la velocidad de intemperización natural de una muestra de material sólido a fin de que los productos de diagnóstico de intemperización puedan producirse, recolectarse y cuantificarse.

2.2. Puede no ser adecuado para algunos materiales que contienen plásticos, polímeros o metales refinados. Estos materiales pueden ser resistentes a los métodos tradicionales de reducción del tamaño de las partículas. No ha sido probado para su aplicabilidad en sustancias orgánicas y materias volátiles.

2.3. Este método de prueba requiere de una lixiviación semanal de 1000 g de muestra de material sólido, con agua de una determinada pureza, y la recolección y caracterización química de los lixiviados resultantes durante un periodo mínimo de 20 semanas.

2.4. Este método de prueba no pretende producir lixiviados idénticos a los lixiviados reales generados a partir de un material sólido en el campo o para producir lixiviados que se utilizarán como base única del diseño de ingeniería.

3. Definiciones

Para efectos de este método se considerarán las siguientes definiciones:

3.1. Agua intersticial- el agua residual que queda en los espacios de los poros en la muestra al completarse la lixiviación de volumen fijo semanal.

3.2. Carga – el producto de una concentración semanal de un constituyente de interés y el peso de la solución recolectada que puede ser interpretada para los impactos de calidad del agua.

3.3. Jales- residuos mineros finamente molidos (comúnmente pasan un tamiz de 150- μm (malla de 100) resultante del procesamiento del molino del mineral).

3.4. Lixiviar- una adición semanal de agua a material sólido que se lleva a cabo ya sea por goteo o por inundación durante un determinado periodo de tiempo.

3.5. Potencial de acidez (PA)_n – el potencial de una muestra de material sólido para generar drenaje ácido, basado en un porcentaje de sulfuro contenido en esa muestra como mineral de sulfuro de hierro (por ejemplo pirita o pirrotita). El PA comúnmente se define como la cantidad de carbonato de calcio requerida para neutralizar la cantidad resultante de drenaje ácido producido por la oxidación de minerales que contienen sulfuro de hierro; se expresa como toneladas equivalentes de carbonato de calcio por 1,000 toneladas de material sólido. El PA entonces se calcula al multiplicar el porcentaje de sulfuro contenido en el material por un factor estequiométrico de 31.25.

3.6. Potencial de neutralización (PN)– el potencial de una muestra de material sólido para neutralizar el drenaje ácido producido por la oxidación de minerales de sulfuro de hierro, basado en la cantidad de carbonato presente en la muestra. El PN también se presenta en términos de toneladas de carbonato de calcio equivalente por 1,000 toneladas de material sólido. Se calcula al digerir el material sólido con un exceso de ácido estandarizado y vuelto a valorizar con una base estandarizada para medir y convertir el consumo de ácido a equivalentes de carbonato de calcio.

El PA y el PN son específicamente aplicables a la determinación de PA de residuos mineros constituidos de minerales de sulfuros de hierro y carbonatados. Estos términos pueden ser aplicables a cualquier material sólido que contenga sulfuro de hierro y minerales carbonatados.

3.7. Producción en bruto– su uso en este método de prueba se refiere a mineral y residuo de roca producido por la excavación (con tamaños de partículas variables) de operaciones de minas a tajo abierto o subterráneas.

3.8. Residuo de roca– roca producida por la operación de excavación de un mina a tajo abierto o subterránea cuyo contenido de mineral económico es menor que un valor económico límite especificado.

¹Este método de prueba está bajo la jurisdicción de Comité ASTM D34 Sobre Manejo de Residuos y es responsabilidad directa del Subcomité D34.01.04 sobre Técnicas de Lixiviación de Residuos. Edición actual aprobada en marzo 10, 1996, publicada en mayo 1996.

4. Resumen del Método de Prueba

4.1 Este método de prueba es realizado en cada muestra en una celda cilíndrica. Se pueden acomodar en paralelo celdas múltiples; esta configuración permite pruebas simultáneas de diferentes muestras de materiales sólidos. Este procedimiento de prueba requiere de ciclos semanales compuestos de tres días de aire seco (menos de 10% de humedad relativa) y tres días de aire saturado de agua (aproximadamente 95% de humedad relativa) bombeado a través de la muestra, seguido de una lixiviación con agua en el 7o. día. Se recomienda una duración de prueba de 20 semanas.

5. Aparatos

5.1 Celda húmeda – Una columna modificada construida de materiales adecuados a la naturaleza del análisis a realizarse (ver Prácticas D 3370 como guía). Para llevar a cabo la intemperización acelerada de diferentes tipos de materiales sólidos, es posible acondicionar varias celdas húmedas. Se utilizan dos juegos de celdas de dimensiones diferentes para acomodar las partículas con tamaños diferentes.

5.1.1 Las celdas con dimensión sugerida de 10.2 cm (4.0 pulgadas) de diámetro interior (DI) por 20.3 cm (8.0 pulgadas) de altura pueden ser usadas para acomodar muestras de material sólido que ya han sido tamizadas o trituradas a 100% para pasar a través de 6.3 mm (¼ pulgada).

5.1.2 Las celdas con dimensión sugerida de 20.3 cm (8.0 pulgadas) DI por 10,2 cm (4.0 pulgadas) altura se pueden usar para acomodar muestras de material sólido que pasan por una malla de 150 -µm (malla de 100) (ejemplos serían jales procesados del molino o ceniza suelta).

5.2. Disco perforado (hecho de materiales adecuados para la naturaleza de los análisis a realizar) de 3,15 mm (1/8 pulgada) de grueso, con un diámetro exterior de (DE) adecuado al recipiente sugerido DI (6.1.1 y 6.1.2) se eleva aproximadamente 12.5 mm (1/2 pulgada) sobre el fondo de la celda para soportar la muestra de material sólido.

5.3 Humidificador cilíndrico, con dimensiones sugeridas de 12,1 cm (4,75 pulgadas) DI por 134,6 cm (53,0 pulgadas) de largo.

5.4 Calentador controlado termostáticamente para mantener la temperatura del agua a 30°C durante el ciclo de aire húmedo.

5.5. Aireador (similar al equipo de aire de las peceras) o cilindros vidriados de dispersión de gas o discos para bombear burbujas de aire al agua humidificadora.

5.6 Flujómetro, capaz de suministrar aire a cada celda húmeda a una velocidad de aproximadamente 1 a 10 L/min/celda.

5.7 Trampa de aceite/agua, 0.01 µm para su inclusión en la línea de suministro de aire.

5.8 BK Tubo de Filtro para Bacterias, para incluir en la línea suministradora de aire, que debe ser capaz de retener 99.99% de partículas de 0.1 µm.

5.9 Burbujeador con puerto de salida de aire – un matraz Erlenmeyer de 500 ml con tapón que tenga ventilación y un tubo de entrada de aire. El burbujeador se conecta al puerto de salida de aire en la tapa de la celda húmeda con manguera flexible. Esto ayuda a mantener presión de aire positiva a través de todas las celdas húmedas.

5.10 Una conexión rápida de 2 piezas de manguera flexible colocada a la mitad del puerto de salida del aire para que el sifón pueda ser desconectado de la celda húmeda para facilitar la medición del flujo de aire y humedad relativa.

5.11 Estante de embudos de separación, capaz de sostener embudos de separación de 500 mL o 1L sobre las celdas húmedas.

5.12 Columnas desecantes, 5.1 cm. (2 pulgadas) de diámetro interno DI por 50.8 cm. (20 pulgadas) de largo, de plástico o cilindro de vidrio tapados en ambos lados (una tapa deber ser removible para reposición del desecante) con una entrada de aire en el fondo y una salida de aire en la parte superior.

5.13 Colector múltiple de aire seco- Una línea de manguera de plástico saliendo de la columna desecante y que contenga múltiples conectores "T" espaciados regularmente para suministrar aire a cada celda húmeda.

5.14 Medios de filtración, tales como tela de polipropileno de 12 oz/yd² con filamentos de diámetro de 22 µm (0.0009 pulgadas). El medio deber ser capaz de transmitir aire seco a un flujo de 20 a 30 pies cúbicos por minuto, cfm (ver métodos de prueba D 276 y D 737 como guías).

Nota 1. Se debe tener cuidado al seleccionar los materiales para los medios de filtración ya que pueden afectar el pH y la química del efluente. Tanto la lana Pyrex como la de cuarzo retienen hasta 10 a 15 g de agua por g de lana (el agua retenida tiende a rehumidificar el ciclo de aire seco hasta el 85% de humedad relativa). Además la lana pyrex causa que el pH natural del efluente se incremente hasta 2 unidades pH debido a la lixiviación de la lana. Además, pyrex (borosilicato) puede aportar boro si es un constituyente de interés.

5.15 Dos separadores de rejillas, con canales anchos de 0.63 cm. (0.25 pulgadas) y 2.5 cm. (1.0 pulgadas), respectivamente; el separador es un aparato utilizado comúnmente para obtener fragmentos representativos de materiales granulares de flujo libre.

5.16 Balanza de Laboratorio, con exactitud de 0.1g.

5.17 Balanza Analítica con exactitud de 1.0 mg.

5.18 Tamiz, 6.3 mm (¼ pulgada)

5.19 Tamiz, 150 µm (malla de 100).

5.20 Horno de secado con temperatura controlada de 50 ± 2°C.

5.21 Medidor de pH con lectura de 0.01 unidades y una precisión de ±0.05 unidades a 25°C; es deseable una operación de dos canales (esto es, pH y Eh).

5.22 Medidor de conductividad, capaz de leer en micromohs (microseimens); calibrado a 25°C.

5.23 Embudo de separación, de 500 mL o 1 L, uno por cada celda húmeda.

5.24 Matraz Erlenmeyer, de 500 mL o 1 L uno por cada celda húmeda.

5.25 Matraz Volumétrico, de 500 mL o 1 L.

5.26 Higrómetro/termómetro Digital, con un rango de humedad relativa de 5 a 95%, y un rango de temperatura de -40 a 104°C (-40 hasta 220°F).

6. Reactivos

6.1 Pureza de Reactivos- Se utilizarán reactivos de grado químico en todas las pruebas. A no ser que se indique otra cosa, se pretende que todos los reactivos se ajusten a las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la American Chemical Society, en donde estas especificaciones estén disponibles.²

6.2 Pureza del agua. A no ser que se indique otra cosa, las referencias al agua se entenderán como que significan agua reactiva Tipo III a 10 a 27°C. El método por el cual el agua se prepara, esto es, destilación, intercambio iónico, ósmosis inversa, electrodiálisis, o alguna combinación de ellas, deberá permanecer constante en el transcurso de las pruebas.

6.3 Pureza del aire. La línea de alimentación de aire deberá contener una trampa de aceite/agua de 0.01-µm y un filtro tubo de bacteria grado BK antes del medidor de flujo.

7. Muestreo

7.1 La toma y composición de las muestras se llevará a cabo conforme a lo especificado en el numeral 5.3.1 de esta norma oficial mexicana.

7.2 La cantidad de material a ser enviado al laboratorio deberá ser suficiente para proveer 8 a 10 Kg de muestra para partir y analizar.

7.3 Para prevenir la contaminación de la muestra o pérdida de constituyentes antes del análisis, guarde las muestras en envases cerrados que sean adecuados al tipo de muestra y análisis deseado.

7.4 Se debe minimizar el tiempo transcurrido entre la recolección de las muestras y el análisis de las mismas para reducir su pre oxidación. Reporte el periodo de tiempo entre la recolección de la muestra y el análisis.

8. Preparación de la Muestra

8.1 Al momento en que se reciben, secar las muestras de materiales sólidos con aire o en el horno a una temperatura máxima de 50± 2°C por 24 horas o hasta que llegue a peso constante, a fin de evitar la oxidación de minerales reactivos o compuestos.

8.2 Documentar el secado de la muestra y los procedimientos de preparación utilizados durante el programa de perforación de muestras a fin de poder interpretar correctamente los resultados.

8.3 Evaluar los efectos de la temperatura de secado en la volatilización de metales (por ejemplo, el mercurio en cinabrio se evapora a temperaturas que exceden los 80 a 90°C) y la morfología mineral y las modificaciones químicas (por ejemplo, al calentar a temperaturas que exceden 100°C, la calcosina cambia la forma de cristal y se oxida subsecuentemente de Cu₂S a CuO, CuSO₄ y SO₂). Considerar los efectos de los cambios en la distribución del tamaño de las partículas resultantes de la muestra más finamente triturada en la interpretación (es decir, el potencial de aumento de liberación de minerales productores de ácido y consumidores de ácido con un consiguiente aumento de la superficie mineral).

8.3.1. En evaluaciones de residuos mineros, el tamaño de las partículas de los jales del molino serán significativamente más finos (comúnmente menos de malla 100, 150 µm) que la distribución de tamaño de las partículas del mineral y residuos de roca. Utilizar jales piloto si no se dispone de jales de molino.

8.4 Filtrar las muestras secadas con aire a través de una malla de 6.3 mm (¼ pulgada) de acuerdo al Método de Prueba E 276. Triturar cualquier material demasiado grande, de manera que el 100% pase por la malla.

Nota 2. Precaución: Estudios recientes de intemperización acelerada de residuo de roca de extraídos de minas metálicas demuestra que triturar una muestra a fin de que pase una malla de 6.3 mm (¼ pulgada) puede cambiar el carácter de la muestra al aumentar la liberación y las áreas de superficie de minerales generadores y consumidores de ácido contenidos en el material de +6.3 mm (¼ pulgada). Segregar la fracción -6.3 mm (¼ pulgada) por medio de tamizado en vez de triturar, y probar esa fracción de acuerdo al protocolo y equipo descrito en este método de prueba.

²Químicos Reactivos. Especificaciones de la American Chemical Society. American Chemical Society, Washington, D.C. Para sugerencias en el análisis de reactivos no enumerados por la American Chemical Society, ver Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., y la United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

El material de 6.3 mm ($\frac{1}{4}$ pulgada) se puede probar separadamente. Las muestras y los recortes de perforación también presentan problemas del tamaño de material que deben de ser tomados en cuenta cuando se interprete la información de intemperización acelerada de las muestras y recortes de perforación. Los testigos de perforación deben de ser triturados a 6.3 mm ($\frac{1}{4}$ pulgada) para que puedan ser introducidos en la celda descrita en este método de prueba. La distribución del tamaño resultante para la trituración será diferente de la extraída de la mina debido a la diferencia en patrones de fractura inherentes a procedimientos de explosión que producen el material extraído de la mina. En contraste, los tamaños de las fracciones de los recortes de perforación comúnmente son menores a 6.3 mm ($\frac{1}{4}$ pulgada) debido a la naturaleza de obtención de muestra por rotación y percusión.

8.5 Mezclar la muestra para obtener una unidad de prueba representativa con un peso en el rango de 8 a 10 kg, utilizando un cuarteador/separador de rendijas con canales de 1 pulgada (2.54 cm). Divida la muestra en ocho de 1 kg. Coloque cada parte en una bolsa sellada para evitar humedad.

Nota 3. Mezclar la muestra seca en el separador al menos una vez antes de hacer cualquier división, vuelva a combinar las divisiones resultantes del ejercicio de mezclado de la muestra, ya sea vertiendo las divisiones individuales sobre cada cual o de nuevo, a través del separador. Una vez que se ha hecho la división, volver a mezclar (de acuerdo al procedimiento anterior) antes de hacer la nueva división.

8.6 Seleccionar una muestra al azar y determinar el contenido de humedad pesando y secando a peso constante a $80 \pm 5^\circ\text{C}$.

8.7 Triturar la muestra secada para que al menos el 95% pase un tamiz de 1.7 mm (malla 10), de acuerdo al Método de Prueba E 276.

8.8 Dividir la muestra triturada en dos, utilizar un separador de rendijas con conductos de 6.35 mm ($\frac{1}{4}$ pulgada) y seleccionar una submuestra al azar de $\frac{1}{4}$.

8.9 Transferir la submuestra seleccionada a un molino y moler a un 95% nominal, pasar por un tamiz de 150 μm (malla 100). Utilizar la submuestra para caracterizaciones químicas y mineralógicas de la unidad de prueba.

8.10 Seleccionar una muestra de la prueba al azar y determinar la distribución del tamaño de las partículas de acuerdo con el Método de Prueba E 276.

8.11 Seleccionar una muestra de la prueba al azar para utilizar en el método de prueba de intemperización acelerada. Dividir la muestra en cuatro submuestras de 250 g utilizando el separador de rendijas con conductos de 25,4 mm, etiquetar y guardar en bolsas selladas hasta el momento de cargar las celdas húmedas.

8.12 Reservar las muestras remanentes para pruebas duplicadas o para resolver diferencias de resultados.

9. Ensamble de Aparatos

9.1 Instalar las celdas húmedas en una mesa a una altura suficiente para colocar el humidificador y el matraz Erlenmeyer para la recolección de efluentes del fondo de cada celda. Durante los periodos de saturación de agua y aire seco de cada ciclo semanal, el flujo de aire se mide en el fondo de cada celda a la velocidad seleccionada (1 a 10L/min). La alimentación de aire durante el periodo de tres días de aire seco, pasa primero a través de una columna secante y después a cada una de las celdas por medio del tubo múltiple de aire seco. La alimentación de aire para el periodo de agua saturada se canaliza a través de un humidificador lleno de agua por medio de piedras aireadoras o discos /cilindros de dispersión de aire y luego a cada celda húmeda. Fijar un recipiente de burbujeo de agua en cada tapa de salida de aire de las celdas de humedad para prevenir que se corte el flujo de aire a través de las celdas que contienen más muestra de material permeable. Si el lixiviado de agua se aplica por goteo (regadera) semanalmente, se instala un estante con embudos de separación en la mesa que contiene las celdas. Se mantienen embudos de separación múltiples (uno por cada celda) en el estante durante la lixiviación por goteo que se lleva a cabo el séptimo día de cada ciclo semanal. El embudo de separación se puede utilizar para medir el volumen del agua que cae lentamente en los lados de la pared de la celda hasta que la muestra se inunde, si el lixiviado semanal es un lixiviado inundado.

10. Procedimiento

10.1 Carga de celdas:

10.1.1 Si se utiliza más de una celda húmeda, etiquetar cada una con un número secuencial y utilizar el mismo número para el recipiente recolector que le corresponde (Matraz Erlenmeyer).

10.1.2 Pesar cada celda húmeda (sin la tapa) y cada recipiente recolector; registrar el peso de cada uno al 0.1 g más cercano.

10.1.3 Cortar el filtro (como el de 12/oz/yd² de polipropileno descrito en el 5.11) a las dimensiones del diámetro interior de la celda húmeda a fin de que quede plano en el soporte perforado.

10.1.4 Volver a pesar la celda húmeda y registre el peso resultante al 0,1 g más cercano; el peso original de la celda (10.1.2) menos el nuevo peso de la celda es el peso del filtro.

10.1.5 Transferir el contenido de cada una de las cuatro bolsas que contienen las muestras de 250 g (9.6) a las celdas húmedas. Antes de transferirlas, mezclar el contenido de cada bolsa enrollándolas cuidadosamente para eliminar una posible estratificación que pudiera haber ocurrido durante el almacenamiento de la muestra.

10.1.6 Volver a pesar la celda cargada y registrar el peso resultante al 0,1 g más cercano; el peso de la celda cargada menos el peso combinado de la celda y el filtro es el peso de la muestra cargada

10.2 Primer Lixiviado

10.2.1 El primer lixiviado (ya sea por goteo o por inundación), identificado como lixiviado Semana 0, da inicio a la prueba de celdas húmedas de 20 semanas y establece la características iniciales del lixiviado. Usar un volumen de agua de 500 mL o de 1 L para los lixiviados semanales, dependiendo del volumen de poro que se desee o de la cantidad de solución requerida para propósitos analíticos; sin embargo una vez que se ha seleccionado un volumen, el volumen semanal debe permanecer constante durante el período de prueba de las 20 semanas. Se puede usar un cultivo de *Thiobacillus ferrooxidans* en el primer lixiviado a fin de garantizar que las óptimas condiciones para la intemperización acelerada están presentes al inicio de la prueba (ver apéndice X para la preparación de una suspensión de celda húmeda con *Thiobacillus ferrooxidans*).

Nota 4. En las pruebas de residuos mineros, usualmente el catión (incluyendo metales y restos de metal) y aniones en el lixiviado de la Semana 0 son altos debido a la dilución de sales solubles preexistentes en la muestra previo a la recolección de las muestras. El número promedio de ciclos semanales de intemperización acelerada requeridos para lavar esas sales preexistentes va de 3 a 5 semanas. Los productos oxidados observados durante estas 3 a 5 semanas son principalmente de sales pre existentes, mientras que aquellos productos observados después de este período se consideran ser sólo una función del procedimiento de intemperización acelerada.

10.2.2 Llenar un embudo separador por cada celda con agua desionizada utilizando un frasco volumétrico: Si el lixiviado se va a hacer usando el método de goteo, coloque cada embudo separador encima de su celda correspondiente y ajuste la proporción de goteo (aproximadamente 3 a 4 mL/min) a fin de que la muestra de materia sólida se empape pero no se inunde.

10.2.3 Se requiere, por lo general, de un mínimo de 2 a 3 h para completar el lixiviado por goteo.

10.2.4 Si el lixiviado se va a hacer por inundación, el embudo separador se puede utilizar para medir el volumen de agua seleccionado lentamente a los lados de la pared de la celda hasta que la muestra esté anegada. Este método de aplicación reduce la agitación hidráulica de la superficie de la muestra comúnmente causada al verter líquido de un frasco de boca abierta. Alternativamente, la anegación se puede lograr mediante cualquier aparato de aplicación (por ejemplo una bomba peristáltica) que suministra el volumen seleccionado de lixivante a una velocidad razonable sin causar agitación y suspensión de las fracciones más finas contenidas en la carga de la muestra.

10.2.4.1 Permitir que la celda inundada se asiente por un periodo de 1 h antes de drenar el lixiviado en el matraz de recolección Erlenmeyer. El tiempo de 1 h de lixiviación comienza después de que todo el lixivante ha sido colocado en la celda. La muestra de material sólido deberá ser saturada y cubierta con lixivante a una suficiente profundidad para mantener la saturación de la muestra. En pruebas de residuos mineros, la profundidad de lixivante observado, la cubierta de una inundación de lixiviado por inundación realizada en celdas de identificación de 0,2 cm (4.0 pulgadas) es de aproximadamente 2.5 cm (1.0 pulgadas).

10.2.5 Una vez que el proceso de lixiviación se ha completado, realizar lo siguiente: para reducir los efectos de la evaporación, y para evitar la contaminación de cada celda por contaminantes aerotransportados, colocar las tapas en sus celdas correspondientes y dejar que las celdas completen el proceso de drenaje de lixiviados por el resto del día y durante la noche.

10.2.6 Desconectar las celdas al día siguiente de la lixiviación, y pese y registrar el peso de cada celda y matraz de recolección Erlenmeyer. Colocar aparte cada matraz de recolección para análisis del lixiviado. (Los procedimientos de mediciones de pH y Eh y la preservación de las muestras deben realizarse lo antes posible después de la recolección de los lixiviados.) Regresar cada celda, reponga los frascos de recolección con matraces Erlenmeyer limpios, pesados, hacer todas las conexiones y empezar el ciclo de aire seco.

10.3 Ciclo de Aire Seco:

10.3.1 El inicio del periodo de los tres días de aire seco marca el inicio de cada nuevo ciclo semanal de la prueba de intemperización acelerada de las celdas de humedad, la primera semana completa del ciclo después de la primera lixiviación se designa Semana 1; la subsiguiente semana (comenzando con el segundo periodo de aire seco) se designan como la Semana 2, Semana 3... Semana N, etc.

10.3.2 Para llevar a cabo el ciclo de aire seco, medir la alimentación de aire en la celda húmeda con un flujómetro (ver 6.3) fijado a una proporción en el rango de 1 a 10 L/min. Por celda, en función de los objetivos de las pruebas. Revisar el flujo de aire diariamente y ajustarse al valor objetivo ± 0.5 L/min.

10.3.3 Canalizar la alimentación de aire primero a través de una columna desecante y luego a cada celda a través de un colector de aire seco. El aire que sale de la columna desecante debe tener una humedad relativa de menos de 10% medido con un higrómetro (ver 6.23).

10.3.4 Para mantener presión de aire positiva similar en las celdas, adjuntar un frasco burbujeante a cada salida de aire de las celdas de humedad saliendo de la tapa de la celda húmeda. Un frasco Erlenmeyer de 50 mL con un tapón de hule que tenga un respiradero y un tubo de entrada de aire sirve como un sifón simple y eficiente.

10.3.5 Pasar el aire seco por cada celda húmeda durante tres días. Monitorear el flujo de aire de cada celda, registrar y ajustar diariamente si es necesario. Ver nota 5.

10.4 Ciclo de Aire Húmedo.

10.4.1 El periodo de tres días de aire húmedo comienza el cuarto día de cada ciclo semanal.

10.4.2 Para efectuar el ciclo de aire húmedo del método, canalizar la alimentación de aire a través de un humidificador lleno de agua a través de piedras aireadoras o cilindros/discos de dispersión de gas y después a cada celda húmeda.

10.4.3 La temperatura del agua en el humidificador se mantiene a $30 \pm 2^\circ\text{C}$ para asegurar que el aire rociado mantiene una humedad relativa de aproximadamente 95% tal como se mide con un higrómetro (ver 5.23) de una de las líneas de salida del humidificador. El flujo de aire en cada celda debe diariamente ser monitoreado, registrado y ajustado si es necesario.

Nota 5. Es una buena práctica medir las velocidades de flujo de aire y humedad relativa del aire saliente de cada celda húmeda cada día durante los periodos seco y aire húmedo de tres días; las mediciones deben ser hechas a la misma hora todos los días del puerto de salida de aire de la celda húmeda; estas mediciones se pueden hacer mediante la instalación de un adaptador de desconexión rápida en el tubo que conecta el puerto de salida de aire al sifón.

Nota 6. Usualmente en los estados del este de los Estados Unidos de Norteamérica, los residuos de carbón están saturados. Se sugiere la siguiente programación alternativa de control geográfica del aire seco versus aire saturado:

(1) Muestras de estados del este – seis días de aire saturado (versus tres días seco/tres días húmedo), y

(2) Muestras de estados del oeste – Tres días seco/tres días húmedo.

10.5 Lixiviados semanales subsecuentes:

10.5.1 Se colecta un segundo lixiviado con agua en el día siguiente al final del periodo de tres días de aire húmedo (esto es, el día siete del primer ciclo semanal). Este lixiviado marca el final del primer ciclo semanal y se designa como Lixiviado Semana 1.

10.5.2 Los lixiviados subsecuentes se designan como Semana 2, Semana 3, Semana n, y marcan el fin del ciclo semanal para esa semana numerada. Colecte cada lixiviado semanal como se describe en 11.2.2 -11.2.5. Es opcional pesar las celdas de prueba.

10.6 Se recomienda que los ciclos de intemperización acelerada semanales descritos en 10.2, 10.3, 10.4, 10.5 se lleven a cabo durante un mínimo de 20 semanas.

Nota 7. Se pueden requerir semanas adicionales de intemperización acelerada para demostrar la naturaleza del material, dependiendo de la composición química del material sólido. Para algún residuo metálico de mina, algunos investigadores han demostrado que se pueden requerir datos de 60 a 120 semanas de intemperización acelerada para demostrar las características totales de intemperización de una muestra en particular (8.12). El criterio para poner fin a la prueba puede ser específica al sitio y debe ser prevista antes de iniciar la prueba.

10.7 Análisis del lixiviado

10.7.1 Analizar el lixiviado para componentes o propiedades específicos, o utilizarlos para procedimientos de pruebas biológicas, usando (1) métodos de pruebas ASTM adecuadas o (2) métodos aceptados para el sitio en donde ocurrirá la disposición. En donde no existan métodos ASTM apropiados, se pueden usar otros métodos y registrarse en el reporte, siempre y cuando sean los suficientemente sensibles para evaluar los impactos potenciales en la calidad del agua en el sitio de disposición propuesto. Los análisis semanales sugeridos deben incluir pH, Eh, conductividad y concentración de iones-sulfuros; la acidez, alcalinidad y metales seleccionados pueden ser analizados menos frecuentemente (por ejemplo, en las Semanas 0, 1, 2, 4, 8, 12, 16 y 20), especialmente si los cambios en la química del lixiviado son lentos. Sea que ocurra o no ocurra la fase de separación visible durante el almacenamiento del lixiviado, la mezcla adecuada debe usarse para asegurar la homogeneidad de los lixiviados antes de su uso en dichos análisis o pruebas.

10.7.2 La tabla 1 es un ejemplo de un formato utilizado para registrar las 20 semanas de datos analíticos de lixiviados.

10.7.3 La figura 1 es un ejemplo de un método utilizado para esquematizar la variación temporal (por semana) del pH del lixiviado, carga de sulfatos, y carga acumulada de sulfatos de 21 semanas de intemperización acelerada (ver 11.9 para el cálculo de carga acumulada y velocidades de liberación).

10.8 Análisis de Material Sólido Intemperizado

10.8.1 Pesar la celda húmeda después de la recolección del efluente final y del fin del periodo de tres días de aire seco.

10.8.2 Transferir el residuo intemperizado y el filtro a un horno de secado, y seque a peso constante a $50 \pm ^\circ\text{C}$. Registrar el peso final.

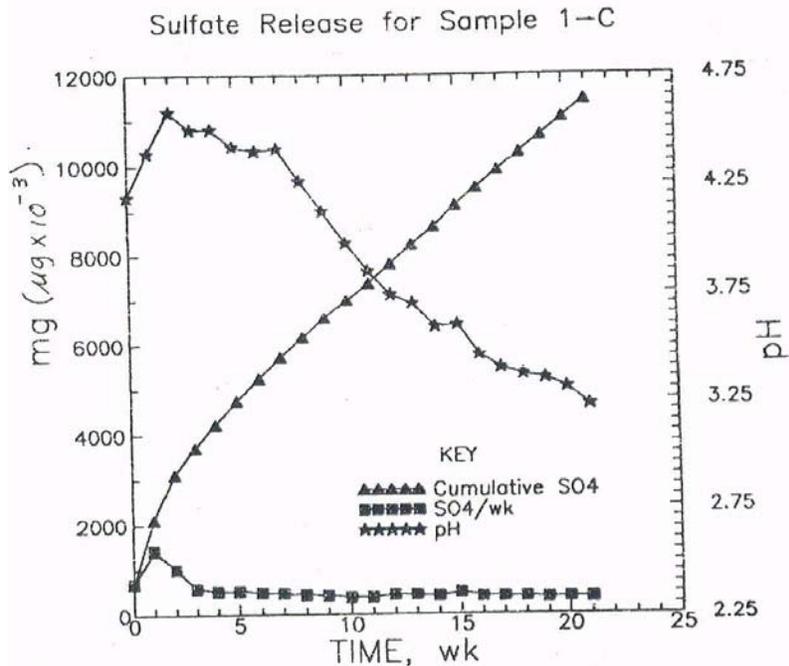


Figura 1.

Nota 8. Llevar a cabo cualquier examen de muestra en bruto por ejemplo textura de la muestra y caracterización mineralógica de intemperización) deseada para los residuos intemperizados previo a la pulverización. Para facilitar dicho examen, vacíe cuidadosamente el contenido de la celda húmeda en una plancha seca limpia, empujando suavemente en el fondo del plato perforado con una clavija de madera hasta que la muestra salga por la boca de la celda. El acceso al plato perforado es a través de la salida de drenaje de la celda húmeda.

10.8.3 Identificar y marque la parte superior versus el fondo de la muestra para propósitos de muestreo en bruto. En las muestras de sulfuros de hierro es común la formación de masas cementadas de muestras llamadas de "ferricrete" que resultan del proceso de intemperización acelerado. Dependiendo en la mineralogía de la muestra, el grado de cementación de "ferricrete" puede variar verticalmente dentro de la muestra y el investigador puede desear segregar la muestra en tercios superiores, medios y bajos para documentar y caracterizar dichos cambios.

10.8.4 Después de secar al peso constante y previo a dividirla, utilizar un instrumento como un rodillo para romper las masas cementadas en la muestra (si las masas cementadas no se pueden reducir suficientemente para pasar por los conductos del separador de rejilla, remuévala, registre y pese por separado).

10.8.4.1 Partir la muestra en mitades usando un separador de rejilla con conductos de 2.54 cm (1 pulgada), y guardar la mitad para determinar la distribución del tamaño de la partícula de acuerdo con el Método de Prueba E 276.

10.8.4.2 Partir la mitad de la muestra sobrante en dos cuartos utilizando un separador de rejilla con conductos de 2.54 cm (1 pulgada), y someta un cuarto a caracterización mineralógica; pulverice el otro cuarto en un molino de disco a 95% pasando por una malla de 150 µm (malla 100) de acuerdo al Método de prueba E 276.

10.8.5 Mezclar el residuo pulverizado en una mezcladora o en una tela. Use el residuo preparado para caracterización química y para comparación con la muestra de material sólido previo a la intemperización.

11. Cálculo

11.1 Calcule la masa, en g, del medio de filtración:

$$M_f = M_{nf} - M_h \quad (1)$$

donde:

M_f = masa del medio de filtración, g

M_{hf} = masa de la celda de humedad y el medio de filtración, g y

M_h = masa de la celda húmeda, g

11.2 Calcule la masa, en g del material sólido seco dentro de la celda húmeda:

$$M_{sd} = M_{hfsd} - M_{hf} \quad (2)$$

donde:

M_{sd} = masa del material sólido seco, g

M_{hfsd} = masa de la celda húmeda, filtro y material sólido, g y

M_{hf} = masa de la celda húmeda y medio de filtración, g

11.3 Calcule la masa, en g, del lixiviante residual intersticial contenido en el material sólido al completar la lixiviación:

$$M_i = M_{hfsw} - M_{hfsd} \quad (3)$$

donde:

M_i = masa del lixiviante intersticial residual contenido en el material, g.

M_{hfsw} = masa de la celda húmeda, filtro y material sólido después del lixiviado, g, y

M_{hfsd} = masa de la celda húmeda, filtro y material sólido seco, g.

TABLA 1 FORMATO DE EJEMPLO PARA REGISTRAR DATOS DE LIXIVIACION DE 20 SEMANAS											
Celda 6.8 C Semana	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Concentración (µg/g)											
*Cu	9.190	0.103	0.051	0.078	0.064	0.062	0.058	0.074	0.003	0.130	0.60
*Zn	8.30	0.42	0.22	0.62	0.20	0.12	0.13	0.11	0.10	0.19	0.34
SO ₄	43361	2 568	1737	1763	1616	1635	1843	1424	1790	1540	1200
Peso Líquido (g)	387.7	454.8	424.7	399.4	413.0	391.1	423.0	398.5	434.3	403.9	394.5
Cargas (µg X 10 ^{A-3})											
*Cu	3.56	0.05	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02	0.03	0.00	0.05	0.02
*Zn	3 22	0.19	0.09	0.25	0.08	0.05	0.05	0.04	0.04	0.08	0.13
S0 ₄	1691	1168	738	704	667	639	780	567	777	622	473
Cum (µg X 10 ^{A-3})											
SO ₄	1690.8	2858.7	3596.4	4300.5	4967.9	5607.4	6387.1	(954.5	7731.9	8353.0	8827.3
Condición	4960	3900	2500	2290	2420	2530	2,360	2300	2810	1987	1822
pH	3.160	5.020	4.730	4.5	5.030	4.560	4.76	3.97	4.137	4.28	4.32
Eh	586.9	613	582.2	597.3	521	553.3	504.7	555.8	610.7	590.3	549.3
Semanas	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
Concentración (µg/g)											
*Cu	0.146	0.108	0.174	0.240	0.250	0.260	0.450	0.640	0.830	1.020	
*Zn	0.31	0.13	0.20	0.28	0.32	0.37	0.48	0.59	0.70	0.81	
SO ₄	1220	1239	1117.5	996	1040	1084	1175	1266	1357	1448	
Peso Líquido (g)	392.4	407.6	419.0	412.9	382.3	426.7	392.5	406.8	421.4	399.3	
Cargas (µg X 10 ^{A-3})											
*Cu	0.06	0.0	0.1	0.10	0.1	0.11	0.2	0.3	0.3	0.41	
*Zn	0.12	0.1	0.1	0.11	0.1	0.16	0.2	0.2	0.3	0.32	
S0 ₄	478.5	505.0	468.2	411.2	397.6	462.5	461.2	515.0	571.8	578.2	
Cum (µg X 10 ^{A-3})											
SO ₄	9306	9811	10279	10690	11088	11550	12012	12527	13099	13677	
Condición	1872	1980	1823	1570	1905	2010	1636	2050	1751	2040	
pH	3.84	4.05	4.23	3.81	3.47	4	3.4	3.37	3.21	3.02	
Eh	552.2	551.3	570.1	561.6	556.1	579.8	567.5	565.2	583.1	578.2	

*Algunos de estos bloques no tenían información y fueron llenados por interpolación lineal, o estos valores se afectaron por interpolación lineal.

11.4 Calcule la masa, en g, del efluente recolectados semanalmente:

$$M_e = M_{ef} - M_{ef} \quad (4)$$

donde:

M_e = Masa de efluente recolectado, g

M_{ef} = Masa de frasco recolector y efluente recolectado, g y

M_{ef} = masa de matraz de recolección pesada, g.

11.5 Calcular la carga semanal, en μg , de los constituyentes de interés:

$$L_e = C_e \times M_e \quad (5)$$

Donde:

L_e = carga del constituyente de interés en el efluente, μg .

C_e = concentración del constituyente en el efluente, $\mu\text{g/g}$, y

M_e = masa del efluente recolectado semanalmente, g.

11.5.1 Si un analito no se mide durante una semana en particular, se puede estimar mediante interpolación lineal entre los puntos de los datos. Los valores debajo de los límites de detección para el método analítico tienen valor cero para la semana en cuestión.

11.6 Calcular la carga final de residuos de los componentes de interés en μg :

$$L_r = C_r \times M_r \quad (6)$$

donde:

L_r = carga del componente en el residuo, μg ,

C_r = concentración del componente en el residuo, $\mu\text{g/g}$, y

M_r = masa del residuo seco erosionado y filtro, g

11.7 Calcular la mayor concentración de los componentes de interés:

$$C_h = (L_{e0} + L_{e1} + L_{e2} \dots + L_{ef} + L_r) / M_{sd} \quad (7)$$

donde:

L_{e0} = Carga del componente en la Semana 0, μg ,

L_{e1} = Carga del componente en la Semana 1, μg ,

L_{e2} = Carga del componente en la Semana 2, μg ,

L_{ef} = Carga del componente en la Semana 3, μg ,

M_{sd} = masa del material seco sólido el inicio de la prueba, g.

11.8 Calcular la diferencia entre el análisis químico inicial y la calculada para los componentes de interés. Se recomienda que si difieren por más de 10%, los procedimientos de aseguramiento de calidad pueden revisarse, cualquier deficiencia corregida subsecuentemente, y repetir el análisis.

Nota 9. Aunque es deseable una concordancia dentro del 10%, varios ensayos deben sumarse para determinar la carga total que incrementa el potencial de error. Más aún, determinar la concentración puede ser difícil ya que típicamente se analizan volúmenes pequeños. La normalización de las cargas semanales basado en los análisis de residuos al inicio o al final.

Nota 10. Las Tablas 2 y 3 son ejemplos de los formatos de registro usados para registrar datos semanales de las celdas de humedad y de los matraces recolectores.

11.9 Las velocidades de liberación de los componentes de interés (cationes y aniones de diagnóstico) se calculan en dos pasos:

Tabla 2 Hoja de datos de la celda húmeda

Celda húmeda No. _____ Masa Seca, g (al 0.1 g más cercano)			
Celda húmeda vacía (M_n):			
Celda húmeda + medio de filtración (M_{nf}):			
Medio de filtración (M_f):			
Celda húmeda + filtro + muestra (M_{nfsd}):			
Carga de muestra (M_{sd}):			
Matraz recolector Erlenmeyer (M_{sf}):			
Celda húmeda No. _____ Masa Semanal, g (al 0.1 g más cercano)			
Celda húmeda + Filtro + Muestra a:			
Semana No.	_____		
	Final 3 días seco	Final 3 días húmedo	Final lixiviado
Semana 0	N/A	N/A	X
Semana 1	X	X	X
Semana 2	X	X	X
Semana ...	X	X	X
Semana 20	X	X	X

Tabla 3 Hoja de Datos del matraz Recolector

Matraz Recolector No. ^ _ : Masa semanal, g (al 0.1 g más cercano)			
Semana No.	Frasco + Efluente	Peso Frasco	Efluente
	(M_{ef})	(M_{ef})	(M_e)
Semana 0	X	X	X
Semana 1	X	X	X
Semana 2	X	X	X
Semana ...	X	X	X
Semana 20	X	X	X
Matraz Recolector No. ^ _____ : Parámetros de efluente semanal			
Semana No. ____	Conductividad	Eh, mV	pH
	mohs		_____
			Acidez Alcalinidad
Semana 0			
Semana 1			
Semana 2			
Semana ...			
Semana 20			

^El número del matraz corresponde al número de celda húmeda

11.9.1 Las cargas semanales se determinan multiplicando las concentraciones de los componentes (determinadas por análisis semanales de lixiviados) por la masa de lixiviado recuperado; posteriormente las cargas acumuladas de componentes se determinan al sumar las cargas semanales respectivas (por ejemplo, la carga acumulada de la Semana 1 es la suma de las cargas de las semanas 0 y 1, y la carga acumulada de la Semana 3 es la suma de las cargas de las semanas 0, 1, 2 y 3, etc.):

$$L_n = \sum_{i=0}^n (C_i \times M_i) \quad (8)$$

donde:

L_n = carga acumulada del componente de n semanas, μg .

n = Número total de semanas

i = i^{th} semana

C = concentración de efluente para la i^{th} semana, $\mu\text{g/g}$, y

M_i = Masa efluente de la i^{th} semana, g.

11.9.2 Las cargas acumuladas se grafican contra el número de semanas que comprende la prueba, y se identifican puntos de inflexión en el diagrama acumulativo (ver Fig. 1). La pendiente del diagrama de la carga acumulada entre cada inflexión se calcula y representa la velocidad de liberación como μg Constituyentes/g muestra/semana de las semanas entre e incluyendo los puntos de inflexión. La Fig. 1 muestra que el primer punto de inflexión en el diagrama de sulfato acumulado durante la Semana 2. Note que las velocidades de liberación de las Semanas 0 a 2 y Semanas 2 a 21 pueden ser calculadas usando (Eq. 9); los resultados se resumen en la Tabla 4:

$$R_n = \frac{(L_{n2} - L_{n1})}{(n_2 - n_1)} \quad (9)$$

Donde:

R_n = Velocidad de liberación del componente por n semanas entre e incluyendo los puntos de inflexión, $\mu\text{g/g/semana}$.

L_{n2} = carga acumulada del componente, la semana final de n semanas entre e incluyendo los puntos de inflexión, μg ,

L_{n1} = carga acumulada del componente, la semana inicial de n semanas entre e incluyendo los puntos de inflexión, μg ,

n_2 = semana final de n semanas entre e incluyendo los puntos de inflexión, y

n_1 = semana inicial de n semanas entre e incluyendo los puntos de inflexión.

APENDICE

(Información no obligatoria)

X. Preparación de una suspensión de célula lavada de *Thiobacillus Ferrooxidans* para las pruebas en la celda húmeda

X.1.1 Suspensión de célula – Preparar un cultivo de hierro de *T. ferrooxidans* con una densidad de célula de 10^6 a $10^7/\text{mL}$.

X.1.2 Procedimiento de lavado de cultivo:

X.1.2.1 Dividir 500 mL de cultivo de hierro en dos muestras de 250 mL, y colocar cada una en diferente recipiente para centrifuga. Balancear las dos botellas llenas y centrifugar a 12000rpm (fuerza centrífuga relativa /FCR) 19140) por 15 min. El cultivo debe de separarse en una cápsula concentrada y en una fase acuosa nutriente y cargada de residuos (sobrenadante) después de centrifugarse. Cuidadosamente decantar y desechar el sobrenadante restante. Repetir este paso para aumentar la densidad de la célula.

X.1.2.2 Suspender cada célula comprimida en 5 a 10 mL de agua desionizada que ha sido ajustada a un pH de 3.0 usando H_2SO_4 . Combinar ambas cápsulas suspendidas en un solo tubo centrifugador de 50 mL. Colocar el tubo de 50 mL que contiene ambas cápsulas de células en la centrifugadora y balancéela con un tubo equivalente, lleno de agua. Centrifugar a 20000rpm (FCR 36590) por 15 minutos. Decantar y desechar el sobrenadante.

X.1.2.3 Suspender la cápsula restante con 20 mL de agua desionizada que ha sido ajustada a un pH de 3,0 y agite hasta que quede una suspensión. Ajustar la suspensión de la célula resultante de 20 mL a un volumen final de 100 mL usando agua desionizada ajustada a un pH de 3,0.

X.1.3 Inoculación de una célula de humedad- Obtener una alícuota de 10 mL del volumen de suspensión lavada de célula descrita en X.1.2.3 y elevar a un volumen de 500 o 1000 mL (dependiendo del volumen de lixiviado seleccionado en el 11.2.1) con 490 o 990 mL de agua desionizada. Usar este volumen inmediatamente para inocular la muestra de material sólido durante el primer ciclo de lixiviación.

Nota. Se recomienda la preparación de un inóculo tal como se describe en X.1.3; denominar como un "inóculo blanco" y analizar en todos los parámetros junto con el lixiviado del primer ciclo.

Anexo Normativo 3
Prueba de extracción de constituyentes tóxicos
Procedimiento de Movilidad con Agua Meteórica (MWMP)

1. Alcance

El propósito del procedimiento de movilidad con agua meteórica (MWMP, por las siglas en inglés de Meteoric Water Mobility Procedure) es evaluar el potencial para la disolución y la movilidad de ciertos componentes de una muestra de mineral con agua meteórica. El procedimiento consiste en hacer pasar un fluido de extracción (efluente) a través de una columna con una muestra de mineral, por un periodo de 24 horas y con una relación del fluido de extracción/mineral de 1:1. El fluido de extracción es agua tipo II grado reactivo.

2. Material y equipo

2.1. Dispositivo de extracción: consiste en una columna de PVC con las siguientes características:

- Diámetro interno de 15 cm (6 in.)
- Altura suficiente para contener un mínimo de 5 kg de muestra
- Tamaño máximo de partícula de 5 cm (2 in.)
- Altura suficiente para la saturación de la muestra con el líquido de extracción. (Aproximadamente 8 kg de muestra con un tamaño de partícula máximo de 5 cm por 30.5 cm. de altura de la columna).

Para 5 kg de muestra se recomienda que la columna sea de 15 cm de diámetro interno por 45 cm de altura. Se requerirá una altura adicional de la columna para muestras mayores a 5 kg. El fondo de la columna se debe sellar y colocar un conducto de descarga para la solución lixivante sobre el fondo sellado de la columna y por debajo de la placa de secado. Ver figura 1.

2.2. Filtros de lana de vidrio (inerte). Se coloca un fieltro sobre la placa de secado, antes de la carga del mineral en la columna, para reducir al mínimo la migración y, otro fieltro sobre la tapa del mineral, después de la carga de la columna, para ayudar a la distribución uniforme del líquido de extracción.

2.3. Una bomba dosificadora o dispositivo para asegurar el flujo constante del líquido de extracción.

2.4. Contenedores para el líquido lixivante o de extracción. Los contenedores deben ser de la medida correcta para recuperar el volumen total del líquido de extracción durante la prueba y se deben cubrir para evitar una posible contaminación de fuentes externas al dispositivo de la prueba.

2.5. Una balanza, capaz de pesar un 1.0 g.

2.6. Charolas para determinar el contenido de humedad de la muestra.

2.7. Un pH metro con una legibilidad de 0.01 unidades y una exactitud ± 0.05 unidades en 25°C.

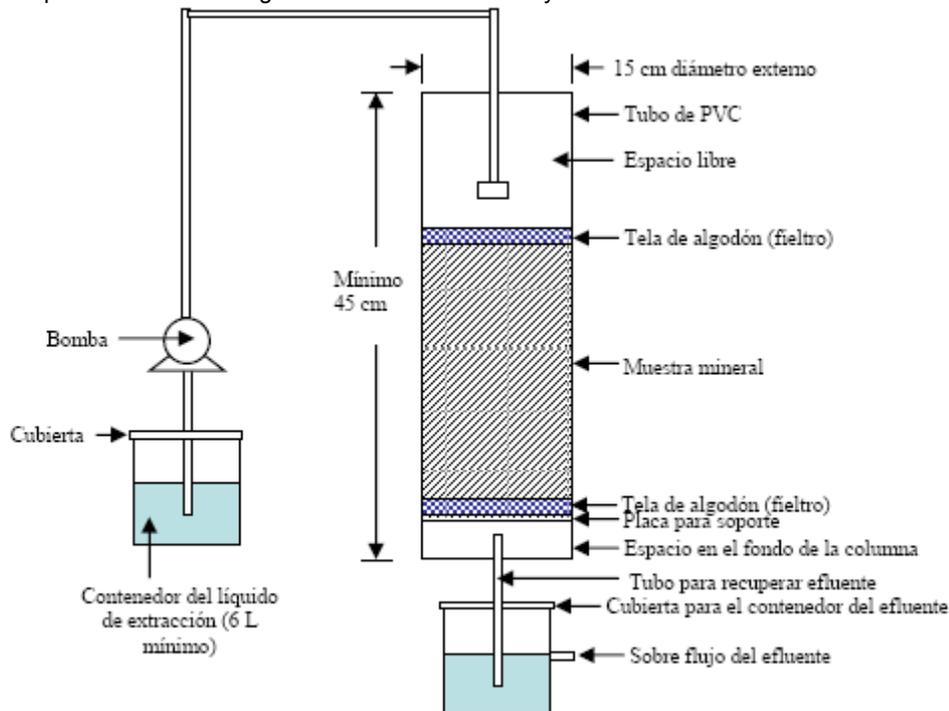


Figura 1.

2.8. Sistema de filtración equipado con filtros de poro de 0.45 μ m. En caso de que el tiempo de filtración sea excesivo se puede recurrir a una pre-filtración o a una centrifugación.

2.9. Mangueras o tubo de vidrio con un diámetro y longitud suficiente para el montaje de la columna de lixiviación.

3. Reactivos

Agua grado reactivo tipo II- agua purificada por destilación, intercambio de iones, ósmosis inversa, electrodiálisis o una combinación de éstos, conformándose con las especificaciones para el tipo de agua grado reactivo del tipo II.

4. Muestreo

4.1. El muestreo se debe realizar de tal manera que se asegure que se tiene una muestra representativa de mineral gastado. La muestra debe contener una distribución granulométrica representativa.

4.2. Se debe tener disponible en el laboratorio por lo menos 7 kg de muestra de mineral gastado, para la determinación del contenido de humedad, MWMP y otros posibles análisis que se requieran. La cantidad mínima de muestras de mineral gastado requeridas para el MWMP es de 5 kg.

4.3. Las muestras deben mantenerse en envases cerrados, que sean apropiados para el tipo de muestra y para su transporte al laboratorio de análisis.

5. Preparación de la muestra

5.1. Extraiga la muestra del envase y mezcle, para obtener una muestra que determine el contenido de humedad original (aproximadamente 1 kg).

5.2. Haga pasar el resto de la muestra (5 kg o más) a través de una malla de 5 cm (2 in.) y calcule la distribución de tamaño como porcentaje.

5.3. Guarde el material de menos 5 cm para una recombinación subsecuente con el material triturado de más de 5 cm.

5.4. Después del cribado, pese el material de más y menos 5 cm y calcule la distribución granulométrica.

5.5. Triture el material de más 5 cm para hacerlo pasar a través de la malla de 5 cm (2 in.), cribelo y recombine con el material ya cribado de menos 5 cm.

5.6. Mezcle a fondo el 100% del material recombinado de menos 5 cm, y use el contenido de humedad original de la muestra (5.1.), calcule el peso seco de la muestra para asegurar un mínimo de 5 kg (peso seco) para que esté disponible para la muestra de extracción MWMP.

5.7. Coloque el 100% del material de menos 5 cm en la columna de manera tal que se reduzca al mínimo la segregación y compactación de la partícula.

6. Procedimiento de extracción

6.1. Ajuste el flujo del líquido de extracción de tal manera que el número de mililitros de este líquido aplicados a la columna en un periodo de 24 horas sea igual al número de gramos secos de muestra en la columna.

Flujo [mL/min]= gmuestra* (1mL/1g)*(1h/60min)*(1día/24h)

6.2. Mida y registre el pH inicial del líquido de extracción.

6.3. Adicione el líquido de extracción en la parte superior de la muestra contenida en la columna al flujo predeterminado. Si resulta evidente que el tamaño de partícula de la muestra no permite la filtración razonable del líquido de extracción, aborte el procedimiento de extracción y someta la muestra a un procedimiento alterno de extracción.

6.4. Cuando un volumen igual a la masa de sólidos secos en la columna se ha hecho pasar a través de la columna (asuma 1 mL/g), cese el flujo del líquido de extracción. Nota: La muestra conservará el líquido de extracción de manera que el flujo de este líquido debe continuar hasta que el volumen del efluente (relación 1:1 de sólidos/efluente) se ha recolectado. Esto requerirá de más de 24 horas pero no debe exceder de 48 horas.

6.5. Mezcle inmediatamente el efluente. Entonces obtenga una muestra del efluente para los análisis requeridos.

6.6. Mida y registre el pH del efluente.

6.7. Filtre la muestra a través de una membrana de 0.45 µm para obtener el efluente para los análisis de los componentes disueltos. Si es necesario, centrifugue o prefiltre.

6.8. Preserve apropiadamente la muestra del efluente para los análisis requeridos.

6.9. Permita que la muestra, después de la extracción, drene hasta que la superficie de la muestra no tenga humedad y que transcurran por lo menos dos minutos entre cada gota del efluente de la columna.

6.10. Remueva la muestra residual de la columna y tome una porción representativa para determinar la humedad.

6.11. Mezcle la muestra residual húmeda para obtener las muestras para análisis adicionales, en caso necesario.

7. Reportes

Se anexa bitácora para el reporte del procedimiento experimental y reporte de análisis químicos de la prueba MWMP, donde los siguientes datos deben ser obligatoriamente reportados:

7.1. pH extractante antes de la extracción

7.2. pH extractante después de la extracción

7.3. Peso de la muestra seca

7.4. Humedad inicial y final de la muestra utilizada

7.5. Tiempo de contacto del extracto con la muestra

7.6. Procedimientos.

BITACORA PARA EL REPORTE DEL PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Datos Generales		
Empresa:		
Responsable de la empresa:		
Nombre del proyecto:		
Responsable del proyecto:		
Analista o técnico de laboratorio:		
Procedencia de la muestra:		
Características de muestreo:		
O Superficial	O Sub-superficial a una profundidad (m):	
Otro:		
Método MWMP		
Fecha de inicio de la prueba:		
No. de columna	Diámetro interno (cm)	Altura (cm)
Observaciones:		

No. de columna	Identificación de la muestra	Distribución granulométrica (%)		Peso (gr)		% Humedad inicial de la muestra
		-2"	+2"	Húmedo	Seco	
Observaciones:						

No. de columna	Identificación de la muestra	Hora de inicio de la prueba	Volumen de la solución de extracción (mL)	Flujo de la solución de extracción (mL/min)	Hora final de la prueba	Hora final de recolección de la solución de extracción
Observaciones:						

No. de columna	Identificación de la muestra	pH inicial de la solución de extracción	pH final del líquido de extracción	Filtro (m)	% Humedad final de la muestra
Fecha final de la prueba:					
Observaciones:					

