

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.

D. O. F. 13 de septiembre de 2004.

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

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-141-SEMARNAT-2003, QUE ESTABLECE EL PROCEDIMIENTO PARA CARACTERIZAR LOS JALES, ASI COMO LAS ESPECIFICACIONES Y CRITERIOS PARA LA CARACTERIZACION Y PREPARACION DEL SITIO, PROYECTO, CONSTRUCCION, OPERACION Y POSTOPERACION DE PRESAS DE JALES.

JUAN RAFAEL ELVIRA QUESADA, Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, con fundamento en los artículos 32 Bis fracciones I, II, III, IV y V de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 1o., 5o. fracciones I, II, V, VI, XIV, 6o., 28 fracciones I, III, IV, XI y XIII, 31 fracción I, 36, 37, 37 Bis, 150, 151, 152 Bis, 160 y 171 de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 2o., 7o. fracción III y 17 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos; 38, 40 fracción X, 41, 43, 44, 45, 46 y 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 1o., 2o., 4o., 9o. fracciones I, V y XIII, 85, 86 fracciones I, III, VI y VII y 119 fracciones I, VI, VII, XIV y XVIII de la Ley de Aguas Nacionales; 4o. fracciones II, III y IV, 5o., 6o., 8o. fracción X, 20 y 36 del Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en Materia de Residuos Peligrosos; 1o., 28, 30, 33 y 34 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 11, 133, 143 y 182 fracciones I, II y III del Reglamento de la Ley de Aguas Nacionales; 1o., 8o. fracciones V y VI, 40, 44 y 45 del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, tengo a bien presentar:

La 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.

De conformidad a lo dispuesto por el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, con fecha 17 de septiembre de 2003 se publicó el Proyecto de Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003, Que establece los requisitos para la caracterización del sitio, proyecto, construcción, operación y postoperación de presas de jales en el **Diario Oficial de la Federación**, con el fin de que los interesados en un plazo de 60 días naturales posteriores a la fecha de su publicación presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, sito en bulevar Adolfo Ruiz Cortines 4209, cuarto piso, fraccionamiento Jardines en la Montaña, Delegación Tlalpan, código postal 14210, de esta ciudad.

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

De acuerdo con lo establecido en el artículo 47 fracciones II y III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, los interesados presentaron sus comentarios al Proyecto de Norma en cuestión, los cuales fueron analizados por el citado comité realizándose las modificaciones procedentes al proyecto; las respuestas a los comentarios y modificaciones antes citadas fueron publicadas en el **Diario Oficial de la Federación** el 9 de agosto de 2004.

Una vez cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de normas oficiales mexicanas el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio

Ambiente y Recursos Naturales en sesión de fecha 25 de febrero de 2004, aprobó la presente Norma Oficial Mexicana NOM-141-SEMARNAT-2003.

CONSIDERANDO

Que tanto el crecimiento industrial como de la población han contribuido a la generación de residuos, algunos de ellos peligrosos para el equilibrio ecológico y el ambiente.

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

Que debido a los impactos significativos que los residuos provenientes de plantas de beneficio de minerales producen sobre el medio ambiente, se hace necesario su control.

Que las presas de jales son uno de los sistemas para la disposición final de los residuos sólidos generados por el beneficio de minerales contemplados en el Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en Materia de Residuos Peligrosos, y deben reunir condiciones de máxima seguridad, a fin de garantizar la protección de la población, las actividades económicas y sociales y, en general, el equilibrio ecológico.

Que los jales provenientes del beneficio de antimonio, de óxidos de cobre, de pirita de cobre, de plomo y de zinc, están listados como peligrosos en la NOM-052-SEMARNAT-1993.

Que la NOM-053-SEMARNAT-1993, establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

Que el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente, establecido en la NOM-053-SEMARNAT-1993, no es aplicable a los residuos mineros de acuerdo a los resultados de estudios avalados por la comunidad científica nacional e internacional.

Que el método de prueba que establece el procedimiento para determinar la peligrosidad de los jales, propuesto en esta Norma Oficial Mexicana fue desarrollado y estandarizado para determinar las características que hacen peligrosos por su toxicidad a matrices sólidas, como son los residuos mineros y está aceptado por la comunidad científica nacional e internacional.

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

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-141-SEMARNAT-2003,
QUE ESTABLECE EL PROCEDIMIENTO PARA CARACTERIZAR LOS JALES, ASI COMO
LAS ESPECIFICACIONES Y CRITERIOS PARA LA CARACTERIZACION Y PREPARACION DEL SITIO,
PROYECTO, CONSTRUCCION, OPERACION Y POSTOPERACION DE PRESAS DE JALES**

INDICE

0. Introducción
1. Objetivo
2. Campo de aplicación
3. Referencias

4. Definiciones
5. Especificaciones
6. Evaluación de la conformidad
7. Grado de concordancia con normas y lineamientos internacionales y con las normas mexicanas tomadas como base para su elaboración
8. Bibliografía
9. Observancia de esta Norma

TABLAS:

Tabla 1: Periodo de retorno de la tormenta de diseño

Tabla 2: Clasificación topográfica de la República Mexicana

Tabla 3: Criterios de aplicación para cada método constructivo

FIGURAS:

Figura 1: Regiones sísmicas en la República Mexicana

Figura 2: Carta hidrológica de la República Mexicana

ANEXOS:

- Anexo Normativo 1: Procedimiento para definir la peligrosidad de los residuos mineros
- Anexo Normativo 2: Metodología para evaluar la vulnerabilidad de un acuífero a la contaminación
- Anexo Normativo 3: Clasificación de presas de jales en la República Mexicana
- Anexo Normativo 4: Sistema Unificado de Clasificación de Suelos
- Anexo Normativo 5: Métodos de Prueba
- Anexo No Normativo: Métodos constructivos

0. Introducción

Que los jales mineros, por sus características tóxicas, determinadas por su composición u oxidación y por su forma de manejo, pueden representar un riesgo para el equilibrio ecológico, el ambiente y la salud de la población en general, por lo que es necesario establecer los criterios y procedimientos para su correcta disposición.

Que conforme a los avances científicos y tecnológicos se puede lograr la máxima seguridad ambiental de las actividades mineras, a partir del almacenamiento y la disposición final de los jales en presas.

1. Objetivo

Esta Norma Oficial Mexicana establece las especificaciones para la caracterización del jal y la caracterización del sitio, así como los criterios para la mitigación de los impactos ambientales por la remoción de la vegetación para el cambio de uso del suelo. Asimismo, señala especificaciones y criterios ambientales para las etapas de preparación del sitio, proyecto, construcción, operación y postoperación de presas de jales, y para el monitoreo.

2. Campo de aplicación

Esta Norma es de orden público y de interés social, así como de observancia obligatoria para el generador de jales provenientes del beneficio de minerales metálicos y no metálicos, exceptuando a los minerales radiactivos, y para las presas de jales que se construyan a partir de la fecha de entrada en vigor de esta Norma Oficial Mexicana.

3. Referencias

Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-1993, Que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 22 de octubre de 1993.

Norma Oficial Mexicana NOM-059-SEMARNAT-2001, Protección ambiental-Especies nativas de México de flora y fauna silvestres-Categorías de riesgo y especificaciones para su inclusión, exclusión o cambio-Lista de especies en riesgo, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 6 de marzo de 2002.

Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 6 de enero de 1997, así como su Aclaración publicada el 30 de abril del mismo año.

Norma Oficial Mexicana NOM-011-CNA-2000, Conservación del recurso agua-Que establece las especificaciones y el método para determinar la disponibilidad media anual de las aguas nacionales, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 17 de abril de 2002.

Norma Oficial Mexicana NOM-035-SEMARNAT-1993, Que establece los métodos de medición para determinar la concentración de partículas suspendidas totales en el aire ambiente y el procedimiento para la calibración de los equipos de medición, publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 18 de octubre de 1993.

4. Definiciones

Para los efectos de esta Norma Oficial Mexicana se consideran las definiciones contenidas en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos, Ley de Aguas Nacionales, Ley General de Vida Silvestre y Ley General de Desarrollo Forestal Sustentable, y sus Reglamentos, así como las siguientes:

4.1 Bordo libre

Diferencia de elevaciones entre la corona de la cortina contenedora y el nivel de aguas máximas extraordinarias (NAME).

4.2 Bordo iniciador

Estructura inicial de la cortina contenedora.

4.3 Caracterización

Determinación cualitativa o cuantitativa de la distribución de un parámetro.

4.4 Caracterización del sitio

Determinación del medio físico y biótico del sitio de la presa de jales por sus cualidades peculiares.

4.5 Cauce de una corriente

El canal natural o artificial que tiene la capacidad necesaria para que las aguas de la creciente máxima ordinaria escurran sin derramarse. Cuando las corrientes estén sujetas a desbordamiento, se considera como cauce el canal natural, mientras no se construyan obras de encauzamiento.

4.6 Cortina contenedora

Estructura resistente que delimita y soporta el empuje de los jales y del agua almacenada.

4.7 Cuencas homogéneas

Son las cuencas hidrológicas en que, por tener características geomorfológicas, climatológicas, geológicas e hidrológicas similares, es válido transferir información hidrológica de una a otra.

4.8 Ecosistemas frágiles o únicos

Ecosistemas que, por sus características y recursos naturales, su vulnerabilidad, o por la importancia de la diversidad y abundancia de especies, podrían ser sujetos a protección.

4.9 Estabilización química

Proceso que consiste en agregar material ajeno al jal que reduce el potencial de generación de drenaje ácido del mismo.

4.10 Filtro

Elemento estructural formado por gravas y arenas bien graduadas cuya función es permitir el paso de agua sin generación de presión de poro inadecuada e impedir la migración de jales y/o suelos finos.

4.11 Jales

Residuos sólidos generados en las operaciones primarias de separación y concentración de minerales.

4.12 Lixiviado

Líquido proveniente de los residuos, el cual se forma por reacción química, arrastre o percolación y que contiene, disueltos o en suspensión, componentes que se encuentran en los mismos residuos.

4.13 Mena

Cuerpo de roca de composición mineralógica uniforme, generalmente metálica, que en forma de cuerpos continuos forma parte de las reservas económicas de un yacimiento.

4.14 Nivel de aguas máximas extraordinarias (NAME)

Nivel máximo que alcanza el agua dentro del vaso de almacenamiento de la presa de jales al desfogar por el vertedor de excedencias la tormenta de diseño.

4.15 Planta de beneficio

Lugar donde se realizan los trabajos para preparación, tratamiento y fundición de primera mano 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.

4.16 Playa

Es el espacio existente entre la corona de la cortina contenedora y el nivel de aguas máximas ordinarias o de operación.

4.17 Postoperación

Puesta fuera de servicio del depósito de la presa de jales en condiciones seguras una vez terminada su vida útil.

4.18 Pozo de monitoreo

Obra de ingeniería, en la que se utilizan máquinas y herramientas mecánicas para su construcción, con el objeto de obtener muestras y determinar parámetros hidráulicos del subsuelo.

4.19 Preparación

Actividades y obras dirigidas a disminuir las condiciones de vulnerabilidad a la contaminación.

4.20 Presa de jales

Obra de ingeniería para el almacenamiento o disposición final de los jales, cuya construcción y operación ocurren simultáneamente.

4.21 Radio máximo de influencia

La distancia horizontal entre el centro del pozo y el punto en donde el abatimiento del nivel piezométrico del acuífero provocado por el bombeo de éste es mínimo.

4.22 Región asísmica

Es una región donde no se tienen registros históricos de sismos, no se han reportado sismos en los últimos 80 años ni se esperan aceleraciones del suelo mayores a 10% de la aceleración de la gravedad. Corresponde a la Región A de la Figura 1 de esta Norma: Regiones sísmicas en la República Mexicana.

4.23 Región penesísmica

Aquella donde se presentan sismos poco frecuentes. Corresponde a la Región B de la Figura 1 de esta Norma.

4.24 Región sísmica

Aquella región donde se presentan sismos frecuentes (entre ellos los grandes sismos históricos) y con grandes aceleraciones del suelo que pueden sobrepasar el 70% de la aceleración de la gravedad. Corresponde a la integrada por las regiones C y D de la Figura 1 de esta Norma.

4.25 Secretaría

La Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

4.26 Sistema decantador drenante

Obra de ingeniería que tiene como función el captar el agua de los jales y enviarla a la pileta de recuperación para su utilización en el proceso de la planta de beneficio. También puede funcionar como vertedor de excedencias para desalojar el agua de la tormenta máxima probable.

4.27 Sitio

Espacio o lugar referido a la presa de jales o su área de influencia.

4.28 Sitio de muestreo

Area de una superficie determinada previamente, en la cual se realizan una serie de mediciones y observaciones directas, o se toman muestras para realizar los análisis en laboratorios.

4.29 Subcuenca

Fracción de una cuenca hidrológica, que corresponde a la superficie tributaria de un afluente o de un sitio seleccionado.

4.30 Terreno de lomerío

Aquel cuyo relieve presenta taludes comprendidos entre 3:1 (horizontal: vertical) y 10:1 (horizontal: vertical), según se ilustra en la Tabla 2: Clasificación topográfica de la República Mexicana.

4.31 Terreno montañoso

Aquel cuyo relieve presenta taludes mayores de 3:1 (horizontal: vertical), según se ilustra en la Tabla 2 de esta Norma.

4.32 Terreno plano

Aquel cuyo relieve presenta taludes menores de 10:1 (horizontal: vertical), según se ilustra en la Tabla 2 de esta Norma.

4.33 Tormenta de diseño

La precipitación máxima correspondiente a una duración específica en la subcuenca de la presa de jales, asignada a un periodo de retorno de diseño. La tormenta de diseño genera caudales para la avenida de diseño.

4.34 Tubificación

Proceso de erosión regresiva interna en jales y suelos finos compactados de una cortina contenedora o en el suelo natural de su cimentación, ocasionado por fuerzas de filtración mayores a las resistentes, con arrastre de partículas que forman conductos de corriente, capaces de provocar la falla de la obra.

4.35 Vaso de almacenamiento

Elemento de la presa de jales que tiene volumen disponible para almacenar los sólidos de los jales, una porción del agua empleada en su transporte y el volumen para manejar las aguas pluviales que caen dentro de la presa de jales.

4.36 Vertedor de excedencias

Obra de ingeniería que tiene como propósito proveer un medio de control de los escurrimientos normales y extremos hasta desalojar con seguridad la tormenta de diseño de la presa.

4.37 Vulnerabilidad de un acuífero.

Conjunto de condiciones geológicas que definen la capacidad de defensa o de amortiguamiento del acuífero ante una situación de amenaza ocasionada por el manejo de los jales.

4.38 Zona ciclónica

Aquella que pertenece a una cuenca hidrológica afectada directamente por los ciclones, según se ilustra en la Figura 2 Carta hidrológica de la República Mexicana.

4.39 Zona húmeda

Aquella con precipitaciones pluviales producidas por lluvias orográficas y/o convectivas, según se ilustra en la Figura 2 de esta Norma.

4.40 Zona seca

Aquella con precipitaciones pluviales escasas o nulas, según se ilustra en la Figura 2 de esta Norma.

5. Especificaciones

El almacenamiento de los jales puede efectuarse en el lugar donde se generen, conforme a la información obtenida de la caracterización del sitio, aplicando los criterios de protección ambiental especificados en esta Norma Oficial Mexicana para cada etapa. En el caso que se requiera ubicar una presa de jales en áreas naturales protegidas, la autorización estará sujeta a la evaluación en materia de impacto ambiental, así como a lo dispuesto en el Decreto del Área Natural Protegida y el Programa de Manejo Respectivo. Si existen zonas y obras que por sus características se consideran patrimonio histórico o cultural, se debe cumplir con lo establecido en las leyes aplicables.

En caso de que se pretenda ocupar un cauce natural de corriente y/o zona federal, se deberá solicitar el permiso por ocupación y/o concesión de zona federal y construcción de obra hidráulica a la Comisión Nacional del Agua, la cual determinará su procedencia.

En caso de que durante la caracterización del sitio, se identifiquen especies en riesgo, de conformidad con lo establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-059-SEMARNAT-2001, se deben considerar las medidas que garanticen la sobrevivencia de los individuos y la permanencia de la población afectada. Cuando el proyecto se prevea localizarlo en alguna región terrestre prioritaria, se debe hacer del conocimiento de la autoridad competente.

Los estudios, proyectos de ingeniería y demás información técnica o científica utilizada y/o generada de acuerdo a esta Norma, así como la evidencia de su cumplimiento, debe mantenerse clasificada y disponible para que la autoridad verifique su existencia y contenido en el momento que lo considere necesario. Los resultados, análisis y conclusiones de los estudios generados previo a la preparación del sitio, deben integrarse en la sección correspondiente del Informe Preventivo.

5.1 Cambio de uso de suelo en terrenos forestales, y utilización de cauces y zonas federales.

5.1.1 Cambio de utilización en terrenos forestales.

El generador debe obtener la autorización por el cambio de utilización en terrenos forestales de conformidad con la Ley General de Desarrollo Forestal Sustentable y su Reglamento.

5.1.2 Utilización de cauces y zonas federales.

De acuerdo con lo dispuesto en la Ley de Aguas Nacionales.

5.2 Caracterización del jal

Las muestras de jal para la determinación analítica deben ser tomadas directamente del área de almacenamiento o de las pruebas metalúrgicas realizadas al inicio de la operación de la unidad minera, de conformidad con las especificaciones del Anexo Normativo 1 de la presente Norma Oficial Mexicana.

Con el fin de determinar la peligrosidad de los jales, el generador debe proceder de la siguiente manera:

5.2.1 Aplicar la prueba de extracción de los constituyentes tóxicos, de acuerdo con el método de prueba para realizar la extracción de metales y metaloides en jales, con agua en equilibrio con CO₂ (véanse Anexos Normativos 1 y 5). Si la concentración en el extracto de uno o varios de los elementos listados en la Tabla referente a los constituyentes tóxicos en el extracto PECT de la NOM-052-SEMARNAT-

1993 o la que la sustituya, es superior a los límites permisibles señalados en la misma, los jales son peligrosos por su toxicidad.

5.2.2 Para determinar si los jales son generadores potenciales de ácido, se debe aplicar la prueba modificada de balance ácido base (véanse Anexos Normativos 1 y 5). En caso de que la relación Potencial de Neutralización (PN)/Potencial Acido (PA) sea menor a 1.2, se consideran generadores potenciales de ácido.

5.3 Caracterización del sitio

Con el propósito de caracterizar el sitio donde se proponga ubicar la presa de jales, una vez definida la peligrosidad del jal que genere el proceso de beneficio de minerales, el generador debe llevar a cabo estudios que le permitan identificar a los elementos del ambiente y biota que sean susceptibles de daño por el depósito de jales. El generador previo a la selección del sitio debe realizar los siguientes estudios e indicar la(s) fuente(s) de referencia.

5.3.1 Aspectos climáticos

Para prevenir daños a la presa de jales por factores climatológicos y evitar que se genere carga hidráulica sobre la cortina contenedora o se produzca algún derrame de excedencias hacia la cuenca de aguas abajo, se deben investigar y documentar los siguientes aspectos climáticos:

- a)** Zona hidrológica de ubicación del sitio (Figura 2: Carta hidrológica de la República Mexicana).
- b)** Precipitación media mensual y anual, así como sus valores máximos y mínimos.
- c)** Tormenta máxima observada para una duración de 24 horas.
- d)** Tormenta de diseño para un periodo de retorno establecido de acuerdo con la clasificación del jal, la zona hidrológica y la topografía del sitio.
- e)** Velocidad, dirección y frecuencia de los vientos.

La Tabla 1 señala el número de años a que debe de hacer referencia la información anterior, de acuerdo con la zona hidrológica y la topografía del terreno donde se pretenda construir una presa de jales, siempre y cuando la obra no pretenda ocupar una zona federal.

TABLA 1
Periodo de retorno de la tormenta de diseño
(Años)

Topografía	Zona Hidrológica					
	Seca		Húmeda		Ciclónica	
	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)
Montañoso	5	25	25	50	50	50
Lomerío	25	100	25	100	50	100
Plano	25	100	50	100	100	100

(1) Jal no peligroso por su toxicidad.

(2) Jal peligroso por su toxicidad.

5.3.1.1 El sitio seleccionado debe describirse de acuerdo a la Clasificación Topográfica de la República Mexicana, incluida como Tabla 2 de la presente Norma.

5.3.1.2 Cuando para la cuenca en estudio no exista información hidrométrica y pluviométrica suficiente, los datos podrán determinarse indirectamente, transfiriendo la información de cuencas vecinas a la región, cuando éstas puedan ser consideradas homogéneas y se disponga de suficiente información.

5.3.2 Aspectos edafológicos

Se deben determinar en el sitio de ubicación de la presa de jales los siguientes parámetros del suelo: textura, conductividad eléctrica y pH. Estos parámetros físicos y químicos permiten describir el tipo de suelo para la caracterización del sitio.

5.3.3 Aspectos geotécnicos

Los factores geotécnicos a considerar son:

5.3.3.1 Describir la estructura geológica general y al detalle; las propiedades mecánicas de las formaciones rocosas, especialmente las relativas a su permeabilidad y resistencia; las condiciones de fisuramiento y orientación, amplitud, separación y profundidad de las fisuras; el grado y profundidad actual de la roca intemperizada y posibilidades de alteración futura, por los agentes del intemperismo.

5.3.3.2 Determinar las propiedades mecánicas de los depósitos de suelo, en lo que se refiere a su estratigrafía, haciendo resaltar la homogeneidad o heterogeneidad de los mismos, el tipo de suelo de acuerdo con el Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (Anexo Normativo 4), así como su permeabilidad, porosidad, compresibilidad y resistencia al corte.

5.3.3.3 Determinar la región sísmica donde se ubica el sitio con base en la información de la Figura 1: Regiones sísmicas en la República Mexicana.

La información geotécnica debe ser utilizada en el proyecto para asegurar la estabilidad que requiere la obra.

5.3.4 Aspectos hidrológicos

Para comprobar que la presa de jales no representa un riesgo para los cuerpos de agua superficiales y subterráneos, en cuanto a su uso, aprovechamiento y explotación, se deben presentar los siguientes estudios:

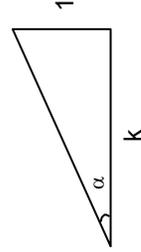
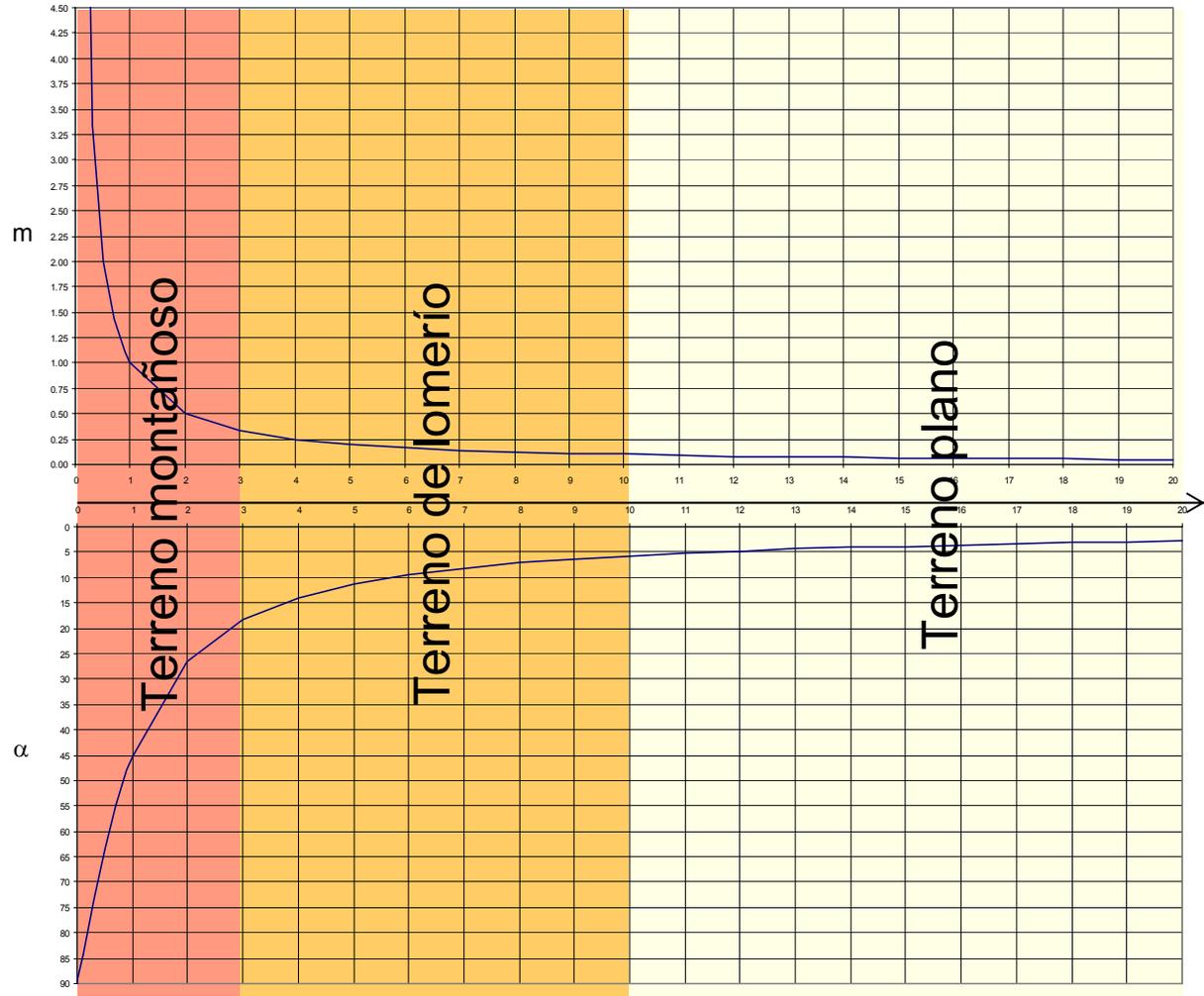
5.3.4.1 Superficial

- a)** Delimitar la subcuenca hidrológica donde se localiza el sitio del depósito de jales.
- b)** Determinar el volumen medio anual del escurrimiento de la cuenca aguas arriba del sitio de interés, conforme a la NOM-011-CNA-2000.
- c)** Cuando tenga que utilizarse algún cauce de cualquier tipo de corriente para ubicar el depósito, determinar el gasto correspondiente en el sitio de interés.
- d)** Determinar el área de inundación de la subcuenca, representándola en cartas topográficas de INEGI a escala 1:50,000 o a una adecuada, si la zona de estudio es pequeña.
- e)** Determinar la calidad del agua de los cuerpos superficiales, tanto aguas arriba como aguas abajo, con base en las concentraciones de parámetros físicos y químicos: pH, conductividad, sólidos suspendidos totales, demanda química de oxígeno, grasas y aceites, sólidos disueltos totales, cianuro total, coliformes fecales y metales como plomo, cadmio, cobre, zinc o cualquier otro que pueda en un momento dado derivarse del depósito de jales.

5.3.4.2 Subterránea

5.3.4.2.1 Cuando en el sitio seleccionado para establecer una presa de jales exista un acuífero, se debe evaluar la vulnerabilidad de éste de acuerdo con el Anexo Normativo 2.

Tabla 2. Clasificación topográfica en la República Mexicana



PENDIENTE
 $m = \text{Tan } \alpha = 1/k$
 $\alpha = \text{inclinación del talud (grados)}$

k	α	Tan α
0.00	90.0	
0.05	87.1	20.00
0.10	84.3	10.00
0.15	81.5	6.67
0.20	78.7	5.00
0.25	76.0	4.00
0.30	73.3	3.33
0.35	70.7	2.86
0.40	68.2	2.50
0.45	65.8	2.22
0.50	63.4	2.00
0.55	61.2	1.82
0.60	59.0	1.67
0.65	57.0	1.54
0.70	55.0	1.43
0.75	53.1	1.33
0.80	51.3	1.25
0.85	49.6	1.18
0.90	48.0	1.11
0.95	46.5	1.05
1.00	45.0	1.00
1.20	39.8	0.83
1.40	35.5	0.71
1.60	32.0	0.63
1.80	29.1	0.56
2.00	26.6	0.50
2.20	24.4	0.45
2.40	22.6	0.42
2.60	21.0	0.38
2.80	19.7	0.36
3.00	18.4	0.33
3.20	17.4	0.31
3.40	16.4	0.29
3.60	15.5	0.28
3.80	14.7	0.26
4.00	14.0	0.25
4.20	13.4	0.24
4.40	12.8	0.23
4.60	12.3	0.22
4.80	11.8	0.21
5.00	11.3	0.20
5.20	10.9	0.19
5.40	10.5	0.19
5.60	10.1	0.18
5.80	9.8	0.17
6.00	9.5	0.17
6.20	9.2	0.16
6.40	8.9	0.16
6.60	8.6	0.15
6.80	8.4	0.15
7.00	8.1	0.14
7.20	7.9	0.14
7.40	7.7	0.14
7.60	7.5	0.13
7.80	7.3	0.13
8.00	7.1	0.13
8.20	7.0	0.12
8.40	6.8	0.12
8.60	6.6	0.12
8.80	6.5	0.11
9.00	6.3	0.11
9.20	6.2	0.11
9.40	6.1	0.11
9.60	5.9	0.10
9.80	5.8	0.10
10.00	5.7	0.10
20.00	2.9	0.05
100.00	0.6	0.01

5.3.4.2.2 Cuando en el sitio seleccionado para la construcción de la presa de jales exista un acuífero se debe:

- a) Verificar la existencia de aprovechamientos hidráulicos subterráneos en una franja perimetral de 500 metros alrededor de los límites de la presa colmada. Esta condición no se aplicará en los casos de aprovechamientos ubicados aguas arriba y cuyo radio máximo de influencia se localice a una distancia mínima de 100 m en dirección del sitio de depósito. En caso de que existan parteaguas de la subcuenca a menos de 500 m, se tomarán éstos como límites.
- b) Efectuar la caracterización física y química del agua subterránea nativa, seleccionando aquellos parámetros directamente asociados a la generación de lixiviados derivados de la presa de jales. La caracterización se debe realizar directamente en el sitio de interés o a través del muestreo en aprovechamientos hidráulicos subterráneos aledaños a la presa de jales.

5.3.5 Biodiversidad y ecosistemas frágiles o únicos.

Se refiere a caracterizar el sitio, identificando la presencia de especies listadas en la NOM-059-SEMARNAT-2001, así como la ubicación de ecosistemas frágiles o únicos.

5.3.5.1 El manejo de las especies o poblaciones de flora y fauna silvestres en riesgo se debe llevar a cabo de acuerdo a lo establecido en la Ley General de Vida Silvestre.

5.3.5.2 El sitio seleccionado debe corresponder a un área que no represente riesgo a las especies definidas en la Norma de referencia bajo cualquier categoría de riesgo, y aquella que produzca el mínimo impacto ambiental sobre los recursos naturales.

5.3.5.3 Definir los tipos de vegetación que serían afectados, especificando la superficie por cada tipo de vegetación, así como la densidad y abundancia relativa por especie con nombres comunes y científicos.

5.3.6 Potencial de daño

5.3.6.1 Identificar centros de población, cuerpos de agua superficiales, ecosistemas frágiles, especies en riesgo o áreas de suelos agropecuarios que puedan ser afectados en caso de derrame o fuga por falla parcial o total de la cortina contenedora y proceder de la siguiente manera:

5.3.6.1.1 Si existe posibilidad de afectación a un centro de población o de daño a un cuerpo de agua superficial, se deben aplicar las medidas de proyecto, construcción, operación y monitoreo clasificadas con el número 1 en el Anexo Normativo 3: Clasificación de presas de jales en la República Mexicana. También se aplicarán las medidas señaladas en el punto 5.7 relativas a la etapa de postoperación.

5.3.6.1.2 Cuando la posibilidad de daño no implique cuerpos de agua superficiales, pero se pueden afectar ecosistemas frágiles, especies en riesgo o áreas de suelos agropecuarios vulnerables, se deben aplicar las medidas recomendadas como 1 o 2 en el Anexo Normativo 3 de la presente Norma Oficial Mexicana.

5.3.6.2 Cuando no exista potencial de daño, se pueden aplicar libremente las disposiciones del Anexo Normativo 3 de la presente Norma.

5.3.6.3 Analizar si los polvos fugitivos del depósito pueden llegar a algún centro de población y alterar la calidad del aire; en este caso, se tienen que implementar las medidas descritas en los criterios de construcción-operación y de la etapa de postoperación, enfocados a mitigar estas emisiones.

5.4 Criterios de preparación del sitio

Si de acuerdo a los estudios de caracterización del sitio se encuentran elementos ambientales vulnerables o susceptibles de daño por el depósito de jales, se debe preparar el sitio para evitar o mitigar el daño sobre los elementos identificados; para lo anterior, se debe proceder de la siguiente manera:

5.4.1 La preparación del sitio no considera elementos de control de la contaminación de acuíferos cuando el jal resulte no peligroso, y

- a) El acuífero no sea vulnerable, o
- b) Las fuentes de abastecimiento de agua subterránea se localicen más allá de 500 metros del perímetro de la presa colmada, o
- c) El jal no altere negativamente la calidad del agua subterránea en cuanto a las especificaciones para su uso.

5.4.2 La preparación del sitio de la presa de jales debe incluir medidas de prevención o control a la contaminación, a través de obras de ingeniería complementarias que acrediten técnicamente que no se afectará a los acuíferos o a los aprovechamientos hidráulicos subterráneos cuando:

- a) Exista un acuífero vulnerable de acuerdo con la evaluación del Anexo Normativo 2;
- b) El jal sea peligroso, o
- c) Existan aprovechamientos hidráulicos subterráneos dentro de una franja de 500 metros alrededor del perímetro de la presa colmada.

5.4.3 Cuando el agua de la presa de jales se recircule al proceso de beneficio, debe evitarse que entre en contacto con los cuerpos naturales de agua superficiales.

5.4.4 De los resultados obtenidos del punto 5.3.5.3, las especies o poblaciones de flora y fauna silvestres en riesgo que se localicen en el área del proyecto deben ser protegidas mediante programas o acciones encaminadas a su reubicación, salvamento o enriquecimiento mediante viveros y criaderos, conforme lo establece la Ley General de Vida Silvestre y apegándose a la normatividad de referencia.

5.4.4.1 Identificar previamente a las actividades de desmonte, las especies arbóreas que se conservarán in situ o se integren al diseño de áreas verdes, así como, especies biológicas de especial interés como cactus, bromelias y orquídeas, entre otras, susceptibles de trasplante, y aquéllas con algún tipo de valor regional o biológico.

5.4.4.2 Definir y ubicar superficies cercanas al área de afectación con dimensiones y condiciones ambientales que permitan reubicar, trasplantar, reforestar y proteger el germoplasma nativo en una proporción de especies similar a la original.

5.4.4.3 Realizar las labores de reubicación, trasplante y monitoreo con métodos que garanticen su sobrevivencia.

5.4.4.4 El desmonte y despalme se deben realizar en forma gradual y unidireccional para permitir el desplazamiento de la fauna hacia zonas menos perturbadas.

5.4.4.5 Definir y señalar las zonas en que se mantendrá la vegetación rescatada.

5.4.5 Cuando la capa de suelo sea retirada para preservar el germoplasma, y utilizarse para forestar o restituir la cubierta vegetal, el sitio de almacenamiento temporal del suelo rescatado deberá contar con medidas de protección que eviten pérdidas por erosión eólica o pluvial.

5.4.6 Debe asegurarse que el sitio seleccionado sea capaz de soportar y almacenar el volumen de jales proyectado.

5.4.7 Los estudios, proyectos de ingeniería y demás información técnica o científica utilizada para definir las actividades de preparación, así como la evidencia de su cumplimiento, debe mantenerse clasificada y disponible para que la autoridad verifique su existencia y contenido en el momento que lo considere necesario.

5.5 Criterios de proyecto

En el proyecto de una presa de jales deben considerarse los siguientes factores:

5.5.1 Estimar el volumen de almacenamiento, utilizando el método de las áreas medias y la vida útil del depósito, considerando la clasificación por tamaño y peso volumétrico de los jales.

5.5.2 La sección propuesta de la cortina contenedora debe cumplir con los análisis de estabilidad indicados en el Anexo Normativo 3 de esta Norma.

5.5.3 El manejo de los escurrimientos superficiales se debe proyectar de tal manera que cumpla con los métodos establecidos en el Manual de Diseño de Obras Civiles de la Comisión Federal de Electricidad (CFE) y/o los Manuales equivalentes de la Comisión Nacional del Agua (CNA).

5.5.4 Los sistemas de recuperación deben contemplar los escurrimientos pluviales que aportan carga hidráulica causados por la precipitación máxima probable, estimada de acuerdo al Manual de Diseño de Obras Civiles de la CFE.

5.5.5 La cortina contenedora de la presa de jales se debe formar por suelos y materiales definidos según el Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (Anexo Normativo 4) o con fragmentos de roca. El procedimiento constructivo será el indicado en el Anexo Normativo 3 de esta Norma. Los números utilizados en el Anexo Normativo 3 representan los criterios de aplicación para cada método constructivo y su interpretación se indica en la Tabla 3:

TABLA 3
Criterios de aplicación para cada método constructivo

OPCION	INTERPRETACION
1	Permitido
2	Permitido con condicionantes (con un análisis de estabilidad)
3	Condicionado a justificación (de posible aplicación para presas ubicadas en zonas de transición)
4	La resolución depende de la elaboración de estudios adicionales dictaminados por la Secretaría
-	Prohibido

5.5.6. En el caso de la derivación del curso de los escurrimientos en donde se construye una presa de jales, se deben considerar:

a) Obras de retención y derivación de los escurrimientos normales y extremos, desde aguas arriba de la zona de almacenamiento de jales, por medio de canales o túneles de derivación, como obras de excedencias que deben calcularse para recibir la avenida del proyecto y construirse para resistir fallas, en caso de inundación.

b) El escurrimiento generado por la tormenta de diseño puede derivarse por debajo de la cortina de la presa, a través de un túnel de concreto reforzado, con base en la avenida de diseño.

5.5.7 El proyecto de la presa de jales debe contemplar sistemas de recuperación del agua para su recirculación al proceso o las medidas de tratamiento para su descarga a cuerpos receptores y bienes nacionales de acuerdo a la normatividad aplicable.

5.6 Criterios de construcción-operación

El proceso de construcción de una presa de jales debe seguir los siguientes criterios:

5.6.1 En la construcción y operación de la presa de jales se debe evitar la degradación de la calidad del agua subterránea y la afectación a las fuentes de abastecimiento subterráneas, de acuerdo a lo establecido en 5.4.2.

5.6.2 Para obtener un buen contacto entre la base de la cortina contenedora y la superficie del terreno natural, se debe realizar una excavación de limpia para eliminar toda la materia vegetal, suelos y/o fragmentos de roca sueltos en el área de cimentación de la misma.

5.6.3 Los defectos que se encuentren en el área de desplante de la cortina contenedora o del bordo iniciador, tales como arcillas agrietadas, grietas abiertas en la roca, depósitos de materiales de derrumbe incrustados y suelos permeables, deben corregirse o mejorarse, retirando los materiales sueltos y frágiles, y sellando las grietas abiertas para evitar la tubificación debajo de la cortina contenedora o del bordo iniciador.

5.6.4 Cuando la cortina contenedora o el bordo iniciador se desplante sobre una superficie rocosa inclinada, que tiende a ser lisa, se debe excavar un dentellón para anclarlos.

5.6.5 La conformación del cuerpo de la cortina contenedora se debe realizar verificando que la distribución y colocación de los materiales en el terraplén de la misma se efectúe de acuerdo a las condiciones especificadas en el proyecto. Para la colocación de los materiales debe alcanzarse el grado de compactación y humedad que se estipulen en cada proyecto en particular.

5.6.6 La construcción de los elementos y obras complementarias se deben realizar considerando pendientes superficiales apropiadas para asegurar un buen manejo del agua superficial.

5.6.7 Cuando el envío de los jales a la presa se realice por gravedad a través de canales o conductos abiertos, se debe asegurar que no habrá derrames e infiltraciones. En este caso se deben colocar avisos de advertencia ubicados en forma apropiada a las condiciones de topografía y visibilidad del sitio.

5.6.8 En el caso del método constructivo aguas arriba, la distribución de los jales sobre la cortina contenedora debe iniciarse por la parte interior del talud de la cortina, para permitir que los sólidos más gruesos se depositen en la parte más cercana a ésta y los más finos en la parte más alejada de la misma. De esta manera, se debe garantizar la formación del estanque alejado de la cortina, evitando la saturación en el talud exterior de la misma y favoreciendo el sellado del vaso del depósito con los finos de los jales.

5.6.9 Los primeros jales depositados deben retenerse para que el agua contenida en ellos se clarifique y se pueda extraer para su posterior reutilización mediante alguno de los métodos establecidos en el Anexo Normativo 3 de la presente Norma Oficial Mexicana.

5.6.10 Los jales se pueden utilizar en la construcción de la cortina contenedora, siempre y cuando su contenido de arenas mayores a 76 μm (malla 200) sea igual o mayor a 15% y su contenido de sólidos sea igual o mayor a 50%; en caso de ser generadores potenciales de drenaje ácido, de acuerdo a los criterios del

punto 5.2.2, su uso está supeditado a la aplicación de un método de estabilización química o por cubierta de material de préstamo.

5.6.11 De acuerdo con el método seleccionado para su construcción y en apego a lo establecido en 5.5.5. de esta Norma, la cortina contenedora se debe formar paulatinamente y como resultado del depósito de jales en la presa.

5.6.12 El vaso de almacenamiento debe tener el área suficiente para permitir la clarificación del agua contenida en los jales, para facilitar la extracción de la misma ya clarificada a través de las tomas del depósito o de las torres decantadoras. Se debe dejar la playa amplia con el nivel del agua alejado del talud, de tal manera que la longitud de la misma sea igual o mayor a la altura de la cortina, o se demuestre técnicamente que la cortina contenedora es estable. Debe consultarse el Anexo Normativo 3, en lo relativo al sistema decantador drenante.

5.6.13 El vaso de almacenamiento debe tener una capacidad suficiente para mantener un bordo libre (BL) de 3 metros en zonas ciclónicas, 2 metros en zonas húmedas y 1 metro en zonas secas.

5.6.14 El agua clarificada que se recupere se debe conducir hasta las piletas o tanques de asentamiento, donde se retienen los sólidos que hayan sido arrastrados, para enviar el agua recuperada al cárcamo de bombeo que la retorne nuevamente al proceso de beneficio.

5.6.15 Según el método constructivo que sea utilizado, se deben llevar a cabo las acciones necesarias para evitar que la cortina contenedora del depósito se convierta en una fuente de emisión de partículas a la atmósfera, de acuerdo a 5.7.1 a), 5.7.2.1. y 5.7.4.

5.6.16 Los estudios, planos y demás información técnica o científica utilizada para definir las actividades de construcción, así como la evidencia de su cumplimiento, debe mantenerse clasificada y disponible para que la autoridad verifique su existencia y contenido, en el momento que lo considere necesario.

5.7 Criterios de Postoperación

5.7.1 Una vez que el depósito de jales llegue al final de su vida útil, se deben implementar medidas que aseguren que:

- a) No se emitan partículas sólidas a la atmósfera como producto de la pérdida de humedad de la superficie de la presa de jales o del talud de la cortina contenedora, entre otras;
- b) No se formen escurrimientos que afecten a cuerpos de agua superficiales y subterráneos.
- c) No falle la presa de jales.

5.7.2 Cuando los jales sean generadores potenciales de ácido se debe cumplir con los siguientes aspectos:

5.7.2.1 Cubrir con un material mineral o con agua, para evitar la formación de drenaje ácido del jal, cuidando de no solubilizar otros elementos tóxicos. También se podrán utilizar otros materiales que impidan la acidificación.

5.7.2.2 No se deben utilizar especies vegetales que promuevan la acidificación del sustrato.

5.7.2.3 Cuando no sea pertinente establecer medidas que eviten la formación de drenaje ácido, se deben establecer medidas de tratamiento del mismo para evitar daños en cuerpos de agua, suelos y sedimentos, ya sea por su acidez o por contaminación con elementos tóxicos.

5.7.3 El cubrir con agua los jales para evitar el drenaje ácido, sólo se permite cuando el depósito cumpla con las especificaciones de proyecto y construcción de presas para almacenamiento de agua.

5.7.4 La superficie del depósito debe ser cubierta con el suelo recuperado, de ser el caso, o con materiales que permitan la fijación de especies vegetales.

5.7.5 Las especies vegetales que se utilicen para cubrir el depósito deben ser originarias de la región, para garantizar la sucesión y permanencia con un mínimo de conservación.

5.7.6 Cuando sea necesario, los taludes de la cortina contenedora deben ser ajustados para dar una inclinación que garantice la estabilidad estática y dinámica de la misma.

5.8 Monitoreo

En el caso de que la presa de jales se encuentre dentro de una de las condiciones que establece la especificación 5.4.2, el generador debe entregar a la autoridad antes de iniciar la operación de la presa de jales, un programa de monitoreo que permita evaluar la eficacia de las acciones de protección aplicables. El programa debe contar con los siguientes elementos:

5.8.1 Monitoreo de aguas subterráneas.

5.8.1.1 La construcción y operación de un mínimo de dos pozos de monitoreo, uno ubicado aguas arriba de la presa y otro aguas abajo. Este último debe colocarse a una distancia máxima de 1.5 veces del ancho de la cortina contenedora en dirección perpendicular al flujo subterráneo local, cuando la presa de jales esté colmada. En el caso de que la presa de jales tenga una geometría irregular, en la que la cortina contenedora sea muy angosta, se debe considerar la dimensión mayor de la presa.

5.8.1.2 Para el muestreo representativo y análisis del agua subterránea, se deben considerar los parámetros utilizados en la caracterización física y química del agua subterránea indicada en 5.3.4.2.2. b).

5.8.1.3 Los resultados del monitoreo en el pozo aguas arriba, se deberán comparar con los del pozo de monitoreo aguas abajo. Cuando los resultados de la calidad del agua monitoreada registren una elevación en el índice de contaminantes, con respecto a la calidad de agua nativa determinada en 5.3.4.2.2. b), se debe hacer del conocimiento de la autoridad competente y llevar a cabo las medidas de corrección y saneamiento pertinentes. En el caso de que la comparación indique que no hay alteración de la calidad del agua subterránea nativa, no se requerirá de pozos de monitoreo adicionales.

5.8.1.4 Se debe realizar un muestreo semestral durante la construcción y operación del depósito, y anual durante un periodo determinado por el resultado del monitoreo, a partir de la fecha del cierre definitivo de la presa de jales.

5.8.1.5 Cada pozo de monitoreo debe contar con un registro que indique el número o clave de identificación; la ubicación geográfica en coordenadas (x,y,z), ligadas a un mismo banco de referencia; el corte litológico de las formaciones atravesadas; las características constructivas; el diámetro, la profundidad total y el proyecto de terminación, así como los resultados de los análisis fisicoquímicos que se realicen en este punto.

5.8.1.6 Las distancias señaladas en 5.8.1.1 pueden modificarse en función de las condiciones topográficas, así como de la variación del gradiente hidráulico, la conductividad hidráulica y la profundidad del nivel freático, siempre y cuando no cambie el monitoreo periódico y confiable del acuífero.

5.8.1.7 Si hay un acuífero vulnerable o hay aprovechamientos alrededor y el jal es peligroso, el monitoreo debe llegar hasta el nivel del agua. En este caso se deben construir obras de ingeniería complementarias que

garanticen la no afectación a los acuíferos. Cuando no se conozca el acuífero, el monitoreo debe hacerse hasta 50 m de profundidad.

5.8.2 Monitoreo de aguas superficiales.

5.8.2.1 El monitoreo de las aguas superficiales en los sitios aledaños a la presa de jales, se debe realizar de acuerdo a las consideraciones de los puntos 5.3.4.1.

5.8.2.2 Se deben especificar los puntos de muestreo aguas arriba y aguas abajo de los cuerpos de agua superficiales que puedan encontrarse en el sitio seleccionado. El sitio de muestreo aguas abajo debe estar ubicado antes de cualquier afluente.

5.8.2.3 Se debe indicar la técnica de muestreo y los parámetros a analizar, haciendo énfasis en aquellos que pudiesen variar a causa del depósito de jales, la periodicidad de muestreo y el número de muestras. Deben llevarse a cabo dos análisis de la calidad del agua superficial, el primero al finalizar la temporada de lluvias y el segundo durante el estiaje.

5.8.2.4 Se debe tomar como base la normatividad vigente sobre descargas de aguas residuales, con respecto a los parámetros, límites máximos permisibles, cuerpos receptores y usos indicados, y frecuencias de monitoreo. En su caso, se tomará como base la calidad del agua que sea monitoreada aguas arriba de la presa de jales.

5.8.2.5 Cuando los resultados de la calidad del agua monitoreada registren una elevación en el índice de contaminantes con respecto a la calidad de agua nativa determinada en 5.3.4.1. e), se debe hacer del conocimiento de la autoridad competente y llevar a cabo las medidas de corrección pertinentes.

5.8.3 Estabilidad de taludes. Cuando se deban instalar líneas de piezómetros para determinar el nivel de saturación acuosa de los jales y evitar un deslizamiento o agrietamiento -conforme a los incisos 5.3.6.1 y 5.3.6.2-, el número de líneas de piezómetros será como mínimo de una y el proyecto del depósito deberá determinar la cantidad específica para asegurar el monitoreo correcto y oportuno.

5.8.4 Testigos de movimiento. Estos se deben instalar y registrar periódicamente las observaciones, con el fin de correlacionar si los movimientos detectados en la estructura se deben a sismos, a sobresaturación acuosa o asentamiento del terreno, ya que pueden provocar una falla de la estructura.

5.8.5 Dispersión de partículas. Periódicamente se deben realizar muestreos perimetrales de partículas, para garantizar que no se modifica la calidad del aire por este factor.

5.8.6 Sismología. Cuando la presa de jales se ubique en una región sísmica, de acuerdo a la Figura 1, se debe instalar un sismógrafo en la cortina contenedora.

5.8.7 Acciones de estabilización. Cuando los datos del sismógrafo o los testigos de movimiento indiquen riesgo de derrumbe o desborde, deben realizarse las acciones de estabilización de los taludes y la cortina, que sean necesarias.

5.8.8 Protección de especies en riesgo: cuando se desarrollen programas de acuerdo al numeral 5.4.4 se deben establecer registros en bitácoras de las actividades con respecto a la conservación de especies en riesgo y rescate de flora y fauna. Esto debe aplicarse desde el inicio de las actividades del proyecto, además de contar con evidencia fotográfica o videográfica y estar disponible para la autoridad competente que requiera su revisión. Las acciones de monitoreo deben realizarse con una periodicidad de seis meses.

5.8.9. Postoperación: se debe mantener una bitácora y evidencia gráfica, de todas las actividades realizadas en la etapa de postoperación.

6. Evaluación de la conformidad

6.1 La Secretaría reconocerá las determinaciones analíticas de las pruebas “Para realizar la extracción de metales y metaloides en jales, con agua en equilibrio con CO₂”, “Balance Acido-Base para jales que contienen sulfuros de metales”, “Métodos de absorción atómica” y “Espectroscopia de emisión por plasma acoplado por inducción”, correspondientes al muestreo y al análisis efectuado por un laboratorio acreditado y aprobado, conforme a las disposiciones legales aplicables.

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

8.1 Acuerdo por el que se dan a conocer todos los trámites y servicios inscritos en el Registro Federal de Trámites y Servicios que aplica la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, mismo que fue publicado en el **Diario Oficial de la Federación** el 29 de mayo de 2003.

8.2 Arriaga, L., J.M. Espinoza, C., Aguilar, E., Martínez, L. Gómez y E. Loa (coordinadores). 2000. Regiones Terrestres prioritarias de México. Comisión Nacional para el Conocimiento y uso de la Biodiversidad, México.

8.3 Asociación de Ingenieros de Minas, Metalurgistas y Geólogos de México, A.C., 1993. Manual de Presas y Depósitos de Jales, traducción del inglés al español del Boletín 45 del Comité Internacional de Grandes Presas (ICOLD), por encargo del Instituto Americano de Ingenieros Mineros, Metalúrgicos y Petroleros (AIME), Sección México. Traductor: Raúl Vicente Orozco Santoyo.

8.4 Cámara Minera de México (Consultor: Raúl Vicente Orozco y Cía., S.A. de C.V.), septiembre 1991. Criterios Básicos para el Proyecto, la Construcción y la Operación de Presas de Jales.

8.5 Comisión Federal de Electricidad, 1983. Manual de Diseño de Obras Civiles (Tomo II Sección E, Hidráulica).

8.6 Comisión Nacional del Agua, agosto de 2002. Manual de Presas de Jales (traducción del ICOLD).

8.7 Instituto de Geografía, Atlas Nacional de México, 2000.

8.8 Rico y Del Castillo, La Ingeniería de Suelos. Vol. I, 2000. Ed. Limusa.

8.9 Servicio Sismológico Nacional, UNAM, 2003. Regiones Sísmicas en México.

8.10 Sociedad Mexicana de Mecánica de Suelos, A.C. 1999. Geotecnia y Manejo de Residuos Mineros.

8.11 Sociedad Mexicana de Mecánica de Suelos, A.C. 2001. Almacenamiento de Residuos Mineros en México.

8.12 The World Bank. 2002 Groundwater Quality Protection. A guide for water utilities, municipal authorities and environment agencies (Banco Mundial. 2002. Protección de la calidad del agua subterránea. Una guía para empresas públicas de servicios de agua, autoridades municipales y agencias ambientales).

9. Observancia de esta Norma

La vigilancia del cumplimiento de la presente Norma Oficial Mexicana corresponde a la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, por conducto de la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente, cuyo personal realizará los trabajos de inspección y vigilancia que sean necesarios, así como a la Comisión Nacional del Agua en el ámbito de su competencia. Las violaciones a la misma se sancionarán en los términos de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos, Ley de Aguas Nacionales y demás ordenamientos jurídicos aplicables.

TRANSITORIOS

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

SEGUNDO.- Las presas de jales en operación deben cumplir con la fase de postoperación establecida en esta Norma Oficial Mexicana, una vez que se llegue a dicha fase.

TERCERO.- Con fecha 20 de septiembre de 1994, se publicó en el **Diario Oficial de la Federación** para consulta pública el proyecto PROY-NOM-090-ECOL-1994, Que establece los requisitos para el proyecto, construcción y operación de presas de jales, mismo que no siguió su trámite en términos de la legislación aplicable, por lo cual procede su cancelación.

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



Fuente: Servicio Sismológico de la UNAM

- A) Región asísmica
- B) Región penesísmica
- C) y D) Región sísmica

Definición del proceso de beneficio.

Manejo del jal en la presa.

Las muestras de jales aplicables para la evaluación pueden originarse de:

Pruebas piloto en proyectos nuevos o de incorporación de nuevas reservas, o

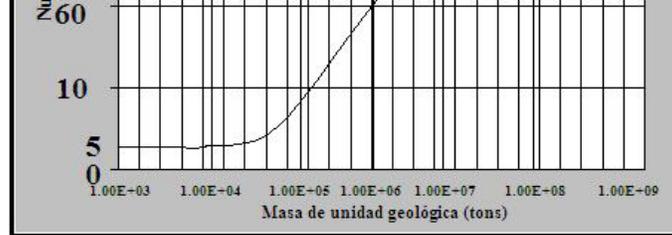
Muestras provenientes de la operación diaria de la planta de beneficio actual de la unidad minera.

5.1 Muestras provenientes de la evaluación del proceso en pruebas piloto en proyectos nuevos o de incorporación de nuevas reservas.

En proyectos de desarrollo minero y para la evaluación de la peligrosidad de un jal, se debe considerar la información obtenida de las pruebas metalúrgicas efectuadas a las muestras del proyecto tomadas para este fin. El número de muestras para las pruebas dependerá de la masa de las reservas de mineral del yacimiento expresadas en toneladas y su cálculo se basará en la gráfica de la figura 1. Para la muestra final a evaluar se preparará un compósito de todos los jales producidos de las diferentes pruebas efectuadas de cada una de las diferentes menas del yacimiento.

5.2 Muestras provenientes de la operación diaria de una planta de beneficio.

Para el proyecto de nuevas presas de jales de minas en operación, la información requerida será obtenida del muestreo continuo de la descarga de la planta de beneficio en la cantidad necesaria para formar un compósito que permita la evaluación de la peligrosidad a partir de cada tipo de mena. El número de muestras por tipo de mena se calculará en función de sus reservas en toneladas y de acuerdo a la gráfica de la figura 1.



Fuente: Bruce Downing, M. Sc., P. Geo. "ARD Sampling and Sample Preparation".

6. Método de extracción

6.1 Prueba de extracción de constituyentes tóxicos

Esta prueba de extracción tiene el propósito de caracterizar la peligrosidad de los jales por su toxicidad. La técnica propuesta es la referida a la "Prueba para realizar la extracción de metales y metaloides en jales, con agua en equilibrio con CO₂", procedimiento que utiliza como extractante agua destilada en equilibrio con CO₂ en condiciones estándar (ácido carbónico, pH=5.5) preparada al momento de su uso.

En el extracto obtenido se cuantificarán los metales y metaloides regulados en la NOM-052-SEMARNAT-1993 mediante los métodos de "Espectroscopia de emisión atómica inductivamente acoplada a plasma" y "Métodos de absorción atómica".

6.2 Evaluación del Potencial de Generación de Acido Prueba Estática

Esta prueba tiene el propósito de caracterizar la peligrosidad de los jales por su reactividad. Consiste en definir el balance entre los minerales potencialmente generadores de ácido y aquéllos potencialmente consumidores, para determinar la capacidad neutralizante neta de los constituyentes del jal, bajo la base de la "Prueba de Balance Acido-Base para jales que contienen sulfuros de metales".

Al realizar la determinación, el generador debe registrar el valor del potencial de neutralización (PN) y determinar el potencial de acidez (PA) de la muestra, calculando el potencial de neutralización neto (PNN) como sigue:

$$PNN = PN/PA$$

7. Bibliografía

7.1 Lawrence, R.W. and Wang, Y. (1997), Determination of neutralization potential in the prediction of acid rock drainage. Proc. 4th. International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, B.C., May 30-June 6, 1997.

7.2 Lawrence, R.W. (1990), Modified Acid Base Accounting Procedure for Neutralization Potential. (Procedimiento para el potencial de neutralización Balance Acido-Base Modificado, ABA Modificado).

7.3 Modified ASTM D3987-85 Modified Shake Extraction of Solid Waste with Water. (ASTM D3987-85 Modificado. Método modificado de extracción por agitación de desechos sólidos con agua).

7.4 EPA 6010A. Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry. (Espectroscopia de emisión atómica inductivamente acoplada a plasma).

7.5 EPA 7000A. Atomic absorption methods. (Métodos de absorción atómica).

Anexo Normativo 2: Método para evaluar la vulnerabilidad de un acuífero a la contaminación

1. Para la determinación del índice de vulnerabilidad del acuífero se utilizará la siguiente expresión:

$$V_{Aq} = (G) (O) (D)$$

Donde:

V_{Aq} = Índice de vulnerabilidad del acuífero

G = Confinamiento hidráulico del agua subterránea

O = Granulometría y litología sobreyacente

D = Profundidad del agua subterránea

1.1 Confinamiento hidráulico del agua subterránea (G). El valor del componente referido a la condición de confinamiento hidráulico del agua subterránea en el sitio, se obtiene de la siguiente tabla:

Tabla 1. Confinamiento hidráulico del agua subterránea

Ocurrencia del agua subterránea	Índice
Ausente	0.0
Surgente o artesiana	0.0
Confinada	0.2
Semi-confinada	0.4
Libre o freática	0.6
Subálvea o freática aflorante	1.0

Cuando exista duda acerca de la continuidad y las propiedades de la presumible capa confinante, se considerará la ocurrencia del agua como libre o freática.

Cuando la disponibilidad media anual del agua subterránea publicada en el **Diario Oficial de la Federación** indique que la unidad hidrogeológica se encuentra sobreexplotada, se considerará su confinamiento próximo menor al real (Ejemplo: Un acuífero artesiano se considerará confinado cuando se encuentre sobreexplotado).

1.2 Granulometría y litología sobreyacente (O). Para su determinación se usará la litología de mayor capacidad atenuante o predominante de los estratos sobreyacentes a la zona saturada. Los valores para cada tipo de litología se presentan en seguida:

Tabla 2. Granulometría y litología sobreyacente

Estratos sobreyacentes			Índice
No consolidadas	Consolidadas		
(sedimentos)	(rocas porosas)	(rocas densas)	
Arcillas lacustres/estuarinas, suelos residuales			0.4
Limos aluviales, loess, till glacial	Lutitas, pizarras		0.5
Arenas aluviales y fluvioglaciales	Limolitas, toba volcánica	Formaciones ígneas/metamórficas y volcánicas antiguas	0.6
Arena eólica	Areniscas	---	0.7
Gravas aluviales y eluviales	---	Lavas recientes	0.8

**Anexo Normativo 3: Clasificación de presas de jales en la República Mexicana
Guía para el manejo del Anexo Normativo 3**

En esta tabla se especifican:

1 Condiciones físicas de

. ubicación.

Topografía. Conjunto de particularidades que tiene un terreno en su relieve.

Topografía	Terreno Montañoso	TABLA 2
Topografía	Terreno de Lomerío	TABLA 2
Topografía	Terreno Plano	TABLA 2

Hidrología. Ciencia que estudia las aguas y en este caso se refiere a las condiciones atmosféricas.

Hidrología	Zona Ciclónica	FIGURA 2
Hidrología	Zona Húmeda (lluviosa)	FIGURA 2
Hidrología	Zona Seca	FIGURA 2

Sismicidad. Tipo de región con sus características de propensión a los terremotos.

Sismicidad	Región Sísmica	FIGURA 1
Sismicidad	Región Penesísmica	FIGURA 1
Sismicidad	Región Asísmica	FIGURA 1

2 Método constructivo: se define el método de acuerdo a las condiciones físicas antes

. mencionadas y se describen en cada una de las láminas que acompañan a la Tabla.

Jal espesado	Concentración de sólidos	TABLA 3 LAMINA I
Aguas arriba	Arena "cicloneada"	TABLA 3 LAMINA II
Aguas arriba	Espigas	TABLA 3 LAMINA III
Aguas abajo	Enrocamiento	TABLA 3 LAMINA IV
Aguas abajo	Homogénea con filtro	TABLA 3 LAMINA V
Aguas abajo	Arena "cicloneada" y compactada	TABLA 3 LAMINA VI
Aguas abajo y Aguas arriba	Enrocamiento y arena "cicloneada"	TABLA 3 LAMINA VII
	Enrocamiento y espigas	TABLA 3 LAMINA VIII
	Presa convencional sección graduada	TABLA 3 LAMINA IX

3 Análisis de estabilidad de la presa (Cortina contenedora).

.

Estático	Convencional
Estático	Elemento finito
	Pseudoestático
Sísmico	Elemento finito
Sísmico	Red neuronal

4 Monitoreo con los instrumentos necesarios para observar el comportamiento de la

. presa.

Piezómetros	Instrumento que sirve para medir el grado de compresibilidad de los líquidos
Inclinómetros	Instrumento que sirve para medir el grado de inclinación
Referencias superficiales Sismógrafos	Instrumento que señala durante un sismo la dirección y amplitud de las oscilaciones y sacudimientos de la tierra

<p>5 Sistema decantador drenante.</p> <p>Alcantarilla Sección portal</p> <p>Alcantarilla Conducto circular o cuadrado</p> <p>Bombeo en balsa</p> <p>Sifones</p>
<p>Ejemplos:</p> <p>1) Se pretende construir una presa de jales en un terreno montañoso, en zona ciclónica y en una región sísmica (Categoría 1). Si nos vamos al Anexo, los métodos constructivos aguas abajo permitidos (1a. opción) son: enrocamiento (lámina 5) y arena cicloneada y compactada (lámina 6) y presa convencional sección graduada (todos los casos). Los análisis de estabilidad permitidos son: estático o sísmico con elemento finito. La instrumentación con: colocación de piezómetros, de sismógrafos y referencias superficiales.</p> <p>El sistema decantador drenante debe ser alcantarilla con sección portal.</p> <p>2) Terreno lomerío, zona húmeda y región penesísmica (categoría 16)</p> <p>Los métodos constructivos aguas abajo permitidos (1a. opción) son: enrocamiento (lámina 4), homogénea con filtro (lámina 4) y arena cicloneada y compactada (lámina 6) y aguas arriba y enrocamiento y arena cicloneada (lámina 7) y enrocamiento y espigas (lámina 8).</p> <p>Los análisis de estabilidad permitidos son: estático o sísmico con elemento finito.</p> <p>La instrumentación con: colocación de piezómetros y referencias superficiales.</p> <p>El sistema decantador drenante debe ser alcantarilla con sección portal.</p> <p>3) Terreno plano en zona seca y región asísmica (Categoría 27)</p> <p>Se permiten todos los métodos contractivos (láminas 1 a 9).</p> <p>El análisis de estabilidad es estático convencional o con elemento finito.</p> <p>La instrumentación es sólo con referencias superficiales y el sistema decantador drenante bombeo en balsa es la mejor opción.</p> <p>En los 3 ejemplos el método de "concentración de sólidos" es permitido (lámina 1).</p>

**Anexo Normativo 4: Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (S.U.C.S.)
(Incluyendo identificación y descripción)**

DIVISION MAYOR		SIMBOLO	NOMBRES TÍPICOS	CRITERIO DE CLASIFICACION EN EL LABORATORIO
<p>** Clasificación de frontera los suelos que posean las características de los grupos se designan con la combinación de los dos símbolos; por ejemplo GW-GC, mezcla de arena y grava bien graduadas con cementante arcilloso.</p> <p>⊕ Todos los tamaños de las mallas en esta carta son los U.S. Standard.</p>	GRAVAS LIMOSAS Poco o nada de partículas finas	GP	Gravas mal graduadas, mezclas de grava y arena con poco o nada de finos	<p>COEFICIENTE DE UNIFORMIDAD C_u: mayor de 4. $C_u = D_{60} / D_{10}$</p> <p>$C_c = (D_{30})^2 / (D_{10} \cdot D_{60})$</p> <p>NO SATISFACEN TODOS LOS REQUISITOS DE GRADUACION PARA GW.</p>
	GRAVA CON FINOS: Cantidad apreciable de partículas finas	GM	Gravas limosas, mezclas de grava, arena y limo	
	GRAVAS ARCILLOSAS Cantidad apreciable de partículas finas	GC	Gravas arcillosas, mezclas de gravas, arena y arcilla	<p>LIMITES DE ATTERBERG ARRIBA DE LA "LINEA A" CON I.P. MAYOR QUE 7.</p>
	ARENAS BIEN GRADUADAS	GW	Arenas bien graduadas,	

* La división de los grupos GM y SM en subdivisiones d y u son para caminos y aeropuertos únicamente, la subdivisión está basada en los límites de Atterberg; el sufijo d se usa cuando el L.L. es de 28 o menos y el I.P. es de 6 o menos. El sufijo u es usado cuando el L.L. es mayor que 28.

Anexo Normativo 5: Métodos de Prueba

I. Prueba para realizar la extracción de metales y metaloides en jales, con agua en equilibrio con CO₂

1. Introducción

La toxicidad de los metales y metaloides (MM) en jales no depende de su concentración total sino de la concentración de la fracción extraíble bajo condiciones ambientales. La fracción extraíble 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. Alcances

2.1 Este método se elaboró con base en la prueba ASTM D 3987-85, modificando las características del agua de extracción. Este es un procedimiento para lixiviar jales con agua en equilibrio con CO₂ atmosférico (H₂O-CO₂) a pH \approx 5.5 y obtener una solución acuosa para analizar los compuestos lixiviados, bajo las condiciones de prueba especificadas en este documento.

2.2 Este método describe la forma de preparar la solución extractante H₂O-CO₂, la obtención del extracto agitando un peso conocido de jales con H₂O-CO₂, así como la forma de separar la fase sólida de la acuosa para realizar los análisis de MM.

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

3. Definiciones

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

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

4. Aplicaciones y limitaciones

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

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

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

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

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

5. Equipo

5.1 Agitador. Se puede utilizar cualquier equipo de agitación que gire sobre su eje central a una velocidad de 29 ± 2 rpm.

5.2 Filtro. Embudos de vidrio borosilicatado o de acero inoxidable de fondo plano y poroso del mismo material con membranas de $0.45 \mu\text{m}$. Se pueden utilizar jeringas de ultrafiltración comerciales. Los embudos deben someterse a un lavado ácido antes de usarse, enjuagando con ácido nítrico 0.5 M seguido por tres enjuagues consecutivos con agua destilada.

5.3 Horno de secado con una estabilidad de la temperatura de $\pm 0.5\%$

5.4 Potenciómetro: Medidor de pH con una exactitud de ± 0.1 unidades a 25°C

5.5 Desecador

5.6 Balanza analítica con una sensibilidad de ± 0.1 g

5.7 Recipientes. En general todos los materiales que se utilicen, pero especialmente los recipientes se deben seleccionar para que: a) no reaccionen con los jales, b) minimicen la sorción de los iones presentes en el extracto y c) sean adecuados para realizar la cuantificación de MM. Los frascos de agitación deben ser de vidrio borosilicatado o de politetrafluoroetileno (PTFE) y tener boca ancha.

5.7.1 La capacidad requerida para los recipientes que reciban una muestra con un contenido de sólidos de 140 g es de 4 L y para muestras con un contenido de sólidos de 70 g de 2 L. Para muestras mayores se utilizan múltiplos de estas medidas, las cuales aseguran que, la muestra sólida más el extractante ocupen aproximadamente entre el 80 y 90% de la capacidad del recipiente.

5.7.2 Los recipientes deben cerrarse herméticamente. Si durante la agitación se generan gases que ejerzan presión dentro del frasco, se recomienda abrirlo periódicamente en una campana de extracción. Debe cuidarse que esta operación no afecte el tiempo de agitación señalado por cada procedimiento respectivo.

5.7.3 Los recipientes deben someterse a un lavado ácido antes de usarse, enjuagándolos con ácido nítrico 0.5 M seguido por tres enjuagues consecutivos con agua destilada. Esta instrucción no aplica para aquellos casos en que esta operación afecte al método de cuantificación seleccionado o requiera otro tipo de lavado.

6. Reactivos

6.1 Agua destilada

6.2 HNO_3 (c) grado técnico

7. Muestreo y preservación

7.1 El muestreo debe realizarse de acuerdo a los criterios señalados en esta Norma. La distribución del tamaño de las partículas sólidas en la muestra debe ser representativa de la granulometría de los jales.

7.2 Cada muestra de jales colectada debe tener un peso de aproximadamente 2 kg, y debe prepararse con un mínimo de 5 incrementos (submuestras tomadas a diferentes tiempos).

7.3 Las muestras se deben conservar en contenedores apropiados que eviten la contaminación de las mismas, y transportarse tan pronto como sea posible al laboratorio. En ningún caso se le deben agregar sustancias para preservar la muestra.

8. Manejo de muestras

8.1 Dado que los jales objeto de esta Norma, corresponden a muestras sobresaturadas ("pulpas") y se comportan como fluidos, solamente es necesario agitar la muestra vigorosamente, cuidando de no incorporar aire.

Como se está trabajando con materiales sobresaturados se decantan fácilmente, por lo cual se tienen que tomar las muestras, con las precauciones necesarias para que no pierdan su homogeneidad.

9. Procedimiento

9.1 Registro de información previa.

Registrar los datos que se conozcan sobre las características físicas de la(s) muestra(s) que se va(n) a analizar, incluyendo el tamaño de partícula.

9.2 Determinación del contenido de sólidos.

El contenido de sólidos se mide como la fracción de sólidos.

9.2.1 Poner a secar dos recipientes de capacidad adecuada al tamaño de las muestras (aproximadamente 50 g), a una temperatura de $104 \pm 2^\circ\text{C}$, enfriar en un desecador y pesar los recipientes (precisión ± 0.1 g). Registrar el dato y repetir la operación hasta lograr un peso constante.

9.2.2 Poner en cada recipiente aproximadamente 50 g de la muestra a analizar. Pesar los recipientes con las muestras para determinar el peso ± 0.1 (P_H).

9.2.3 Secar las muestras de 16 a 20 horas a $104 \pm 2^\circ\text{C}$. Si los jales contienen minerales cuya composición puede afectarse a la temperatura de secado señalada, puede reducirse la temperatura. Registrar el tiempo y temperatura de secado. Enfriar la muestra en el desecador a temperatura ambiente. Registrar el peso ± 0.1 g (P_s).

9.2.4 Calcular la fracción de sólido:

$$FS = P_s / P_H$$

Donde:

FS= fracción de sólidos

P_s = peso en gramos de la muestra después del secado

P_H = peso en gramos de la muestra húmeda (antes del secado).

Registrar el promedio de los valores obtenidos en las dos muestras pesadas.

9.3 Procedimiento de extracción

9.3.1 Pesar o tarar el recipiente que se va a utilizar para agitar la muestra

9.3.2 Con base en la fracción de sólidos calcular el peso de muestra húmeda equivalente a 70 g de sólidos (calculados en base seca).

9.3.3 Colocar en el recipiente la cantidad de pulpa que contenga aproximadamente 70 g de sólidos o un múltiplo de esa cantidad y registrar el peso utilizado.

9.3.4 Medir el pH ± 0.2 de la muestra húmeda. Registrar el dato.

9.3.5 Preparar la solución extractante (agua-CO₂ a pH = 5.5 ± 0.2):

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

b) Burbujear aire en el agua destilada hasta alcanzar un pH de 5.5 ± 0.2 . En caso de que burbujeando aire no se logre alcanzar fácilmente el pH de 5.5 ± 0.2 , se pueden adicionar pequeños volúmenes de una solución de HCl 0.01 N. La solución extractante se debe utilizar lo más pronto posible. Si el pH es < 5.5 no se requiere ajustarlo. Registrar el valor del pH. ± 0.2 .

9.3.6 Añadir solución extractante a la muestra de jales húmeda, hasta que se alcance una relación equivalente en mL de solución a 20 veces el peso en gramos del contenido de sólidos de la pulpa. Por ejemplo, para 70 g de sólidos se requieren 1 400 mL de solución, la cual es la suma de la solución aportada por la muestra de jales + el volumen de solución extractante añadida.

9.3.7 Agitar la mezcla continuamente por 18 ± 0.25 horas a temperatura ambiente. Los frascos del agitador deben tener suficiente capacidad para contener la muestra y el reactivo de extracción, así como cumplir con lo señalado en el numeral 5.7.

9.3.8 La velocidad de agitación recomendada es de 29 ± 2 rpm.

9.3.9 Si durante la agitación de las muestras, se observa la formación de gases debe seguirse las indicaciones señaladas en el punto 5.7.2 y registrarlo en el informe.

9.3.10 Terminada la agitación, abrir el recipiente y registrar cualquier cambio que se observe en la fracción sólida o en el sobrenadante.

9.3.11 Dejar reposar la muestra durante 5 minutos. Después de este periodo se debe separar la fase acuosa de los sólidos más pesados por decantación o centrifugación. Después filtrar la mezcla al vacío o presión utilizando una membrana de $0.45 \mu\text{m}$. Si la velocidad de filtrado fuera muy lenta, se puede utilizar un filtro menos cerrado, pero este cambio debe reportarse en el informe y se debe tomar en cuenta cuando se realice la cuantificación de MM.

9.3.12 Medir el pH ± 0.2 del extracto colectado y registrar el valor. Conviene preparar inmediatamente las soluciones para el análisis de cuantificación de los MM. Los extractos ya preparados (numeral 9.3.13), se puede preservar en refrigeración a 4°C por un periodo máximo de 14 días. Sin embargo, es recomendable realizar la cuantificación de MM lo más rápidamente posible.

9.3.13 Las alícuotas para metales deben acidificarse con ácido nítrico, hasta un pH menor a 2, excepto cuando el método de cuantificación no lo recomiende o se sospeche que pueda causar la pérdida de algún constituyente. Preliminarmente a la acidificación se deben agregar unas gotas de ácido nítrico a una pequeña porción del extracto, y si se observa cualquier indicio de precipitación, no se acidifica el resto del extracto. En este caso, es necesario llevar a cabo inmediatamente la cuantificación de MM en el extracto.

9.3.14 Cuantificar los MM en el extracto de acuerdo a lo señalado en el apéndice respectivo de esta Norma.

10. Informe

El informe debe incluir lo siguiente:

10.1 Origen de las muestras, fecha del muestreo y método de preservación.

10.2 Descripción de los jales incluyendo características físicas y tamaño de partícula.

10.3 Contenido de sólidos medidos como fracción de sólidos.

10.4 pH de la muestra de jales húmeda, de la solución extractante y del extracto después de la agitación.

10.5 Humedad retenida por la muestra sólida después de la extracción y drenado.

10.6 Todos los cambios realizados respecto a lo recomendado en este método, especialmente en lo que respecta a los pesos utilizados, relaciones sólido: extractante, tiempo y temperatura de secado y tipo de membrana utilizada.

10.7 Observaciones en los cambios observados en las muestras y lixiviados, y otros comentarios que se consideren importantes.

10.8 Fecha en que se realizó la extracción, método de preservación del extracto y tiempo que se conservó la muestra antes de la cuantificación de MM.

10.9 El informe final contendrá los datos de esta prueba (numerales 10.1 a 10.8) más los resultados de la cuantificación de MM.

11. Control analítico

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

11.2 Realizar por lo menos un ensayo en blanco por cada 5 extracciones que se lleven a cabo, cuidando de aplicar las mismas condiciones que las de las muestras de jales.

11.3 Como no existen materiales estándar de referencia, no es posible medir la exactitud del método. Deben llevarse a cabo 20% de duplicados del total de muestras. Cuando se analizan pocas muestras se pueden realizar duplicados de cada una de ellas.

12. Bibliografía

12.1 ASTM D 3987-85. American Society for Testing and Materials (1992). Standard Test Method for Shake Extraction of Solid Waste with Water, ASTM, West Conshohocken, PA, 4p.

12.2 Price W.A. (1997 a.) DRAFT Guidelines and Recommended Methods for the Prediction of Metal Leaching and Acid Rock Drainage at Minesites in British Columbia. British Columbia Ministry of Employment and Investment, Energy and Minerals Division, Smithers, BC (April) 143 p.

12.3 Price W.A., Morin, K and Hutt, N (1997 b.) Guidelines for the Prediction of Acid Rock Drainage and Metal Leaching for Mines in British Columbia: Part II Recommended Procedures for Static, and Kinetic Testing, Proc. 12.4 4th. International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC, p. 15-30.

12.4 Price, W.A. and Kwong, Y.T.J. (1997) Waste Rock Weathering, Sampling and Analysis: Observations from the British Columbia Ministry of Employment and Investment Database, Proc. 4th. International Conference on Acid Rock Drainage, Vancouver, BC 31-45.

II. Prueba de Balance Acido-Base para jales que contienen sulfuros de metales

1. Introducción

La peligrosidad de los jales debida a su reactividad está determinada por la oxidación de los sulfuros, que ocurre cuando los jales que contienen sulfuros metálicos son expuestos al aire y agua. El producto de la oxidación de los sulfuros metálicos es ácido sulfúrico, que si no es neutralizado por minerales con reacción básica, produce drenaje ácido (DA) que contiene disueltos metales y metaloides potencialmente tóxicos.

Considerando que la capacidad de los jales para generar DA depende del balance entre los minerales productores potenciales de ácido (sulfuros) y los minerales consumidores potenciales de ácido (carbonatos, hidróxidos y aluminosilicatos), se han desarrollado diversos procedimientos para medir esta relación y determinar si los jales que contienen sulfuros de metales, son potenciales generadores de DA .

Los procedimientos más comúnmente utilizados para pronosticar la posible generación de DA es la denominada "Prueba de Balance Acido-Base (ABA¹)" (Sobek et al. 1978) y la "Prueba Modificada de Balance Acido-Base (PM-ABA)" (Lawrence y Wang 1997).

A continuación se describe esta prueba que evalúa la peligrosidad de los jales por su capacidad de generar drenaje ácido de acuerdo a los lineamientos de la "PM-ABA", la cual se seleccionó porque es relativamente simple y de fácil interpretación. Además, produce mejores resultados que la ABA, ya que no sobreestima la cantidad de los minerales que producen ácido sulfúrico, ni los que pueden consumirlo.

2. Objetivo

Determinar el balance entre los minerales que son potenciales productores de acidez (sulfuros) y aquellos que son potenciales consumidores de acidez (principalmente, carbonatos de calcio).

3. Fundamentos

La prueba se basa en la determinación de:

3.1 El Potencial de neutralización (PN)

3.2 El Potencial de acidez (PA)

Los aspectos que diferencian la "Prueba Modificada de Balance Acido-Base" y la prueba original de Balance Acido-Base (ABA) son los siguientes:

¹ Siglas en inglés de *Acid Base Accounting*

- En relación con la medición del Potencial de Neutralización.

En la prueba modificada se mide el Potencial de Neutralización mediante la reacción de los jales con ácido clorhídrico (HCl), a temperatura ambiente y agitando durante 24 horas. Además, señala que se determine el pH al término de la reacción de neutralización, con el fin de comprobar que no se ha adicionado HCl en exceso.

En la prueba original ABA se mide el Potencial de Neutralización, haciendo reaccionar los jales con ácido clorhídrico (HCl) a ebullición. Esta prueba sobreestima la capacidad de neutralización de los jales bajo condiciones ambientales, ya que el HCl caliente logra disolver carbonatos poco reactivos, como es el de hierro (FeCO_3), que en condiciones ambientales no participan en el proceso de neutralización.

- En relación a la medición del Potencial de Acidez.

En la prueba modificada se mide el Potencial de Acidez de los jales cuantificando los sulfuros como azufre total menos sulfatos, mientras que en la prueba original ABA se mide determinando el azufre total.

La prueba original ABA sobrestima la capacidad de generar ácido de los jales, pues no todos los compuestos que contienen azufre pueden formar ácido sulfúrico; mientras que la prueba modificada solamente toma en cuenta los sulfuros que son los que pueden oxidarse y generar drenaje ácido.

4. Procedimiento

4.1 Equipo

4.1.1 Agitador orbital o agitador magnético

4.1.2 Balanza analítica con una sensibilidad de ± 0.1 mg

4.2 Reactivos

4.2.1 Reactivos grado analítico

4.2.2 Agua destilada

4.3 Muestreo, preservación y manejo de las muestras

4.3.1 El muestreo debe realizarse de acuerdo a los criterios señalados en esta Norma. La distribución del tamaño de las partículas sólidas en la muestra debe ser representativa de la granulometría de los jales.

4.3.2 Cada muestra de jales colectada debe tener un peso de aproximadamente 2 kg, y debe prepararse con un mínimo de 5 incrementos (submuestras tomadas a diferentes tiempos).

4.3.3 Las muestras se deben conservar en contenedores apropiados que eviten la contaminación de las mismas, y transportarse tan pronto como sea posible al laboratorio. En ningún caso se le deben agregar sustancias para preservar la muestra.

4.3.4 Se secan las muestras a temperatura de $104^\circ\text{C} \pm 2$. Si es necesario la muestra puede decantarse antes del secado.

4.3.5 Se homogeniza la muestra mediante cuarteo para obtener una muestra homogénea de 200 g.

4.3.6 Del peso total de la muestra ya homogeneizada, se separa una porción de 20 g para realizar las determinaciones de S_{total} y S_{SO_4} , y que se debe conservar a 4°C evitando el contacto con aire y luz. Además se debe tomar otra porción de 10 g para determinación del balance ácido-base. Estos 10 g se muelen finamente y se tamizan a un tamaño < 0.74 mm (malla 200).

4.4 Determinación del Potencial de Neutralización (PN).

4.4.1 En primer término se realiza la medición cualitativa de carbonatos:

Se colocan de 1 a 2 gramos de muestra finamente molida sobre un papel aluminio o un vidrio de reloj, se agregan unas gotas de agua para humedecer la muestra y liberar el aire que contiene, y se agregan unas gotas de HCl al 25%. Se observa el grado de efervescencia que produce la transformación de carbonatos en dióxido de carbono (gas), y se califica como “nulo”, “bajo”, “moderado” o “fuerte”.

4.4.2 Medición del poder de neutralización

a) Se pesan 2 gramos de muestra homogeneizada y secada a temperatura ambiente. Se colocan en un matraz Erlenmeyer de 250 mL y se agregan 90 mL de agua destilada (mezcla 1).

b) Al inicio de la prueba “Tiempo 0” se agrega el volumen de HCl 1 N indicado en la Tabla 1, de acuerdo al grado de reacción (mezcla 2). Se registra el volumen añadido (V_a).

c) Se agita la mezcla 2, a temperatura ambiente durante 2 horas. Se agrega el volumen de HCl 1 N indicado en la Tabla 1 para el “tiempo 2 horas” (mezcla 3). Se registra el volumen añadido (V_b).

d) Se agita la mezcla 3 durante 22 horas y al término de este periodo se mide el pH, si es mayor a 2.5 se añade HCl 1.0 N para disminuir la acidez hasta un valor de 2 a 2.5 y se continúa la agitación durante 2 horas más. Se registra el volumen añadido (V_c).

Si el pH medido a las 24 horas de agitación resulta ser menor a 2.0, es necesario repetir la medición del poder de neutralización, pues al inicio de la prueba se adicionó demasiado HCl.

e) Se adiciona agua destilada al matraz hasta un volumen final aproximado de 125 mL y se titula con una solución de NaOH de 0.1 N, hasta un pH final de 8.3.

Tabla 1. Cálculo del volumen de HCl para determinar el PN

Grado de reacción (neutralización carbonatos)	HCl solución 1.0 N (mL)	
	“Tiempo 0”	“Tiempo 2 horas”
Nulo	1.0	1.0
Bajo	2.0	1.0
Moderado	2.0	2.0
Fuerte	3.0	2.0

4.4.3 Se calcula el total de mL gastados de HCl 0.1 N

$$V_f = V_a + V_b + V_c$$

Se calcula el Potencial de Neutralización (PN) expresado como $\text{kg}_{\text{CaCO}_3}/\text{ton}$ de jales, utilizando la siguiente fórmula:

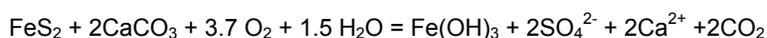
$$\text{PN} = \frac{(\text{V}_f \text{ en mL de HCl}) - (0.1 \times \text{vol en mL de NaOH})}{\text{peso de la muestra (g)}} \times 50$$

4.5 Determinación del Potencial de Acidez.

4.5.1 Se determina el azufre total de acuerdo a la NMX-B-400-1970 o mediante la combustión del S en un ambiente rico en oxígeno, con la detección del dióxido de azufre por IR u otras técnicas.

4.5.2 Se determina el azufre que está en forma de sulfatos. Se realiza la extracción de los sulfatos de acuerdo a lo señalado en el punto 7.1.1 de la NMX-B-021-1982 y se cuantifican los sulfatos por el método turbidimétrico EPA-9038.

Se calcula el Potencial de Acidez como la diferencia entre el azufre total (S_{total}) y el azufre como sulfatos ($S_{\text{SO}_4^{2-}}$) y se multiplica por 31.25; valor que se obtiene de la siguiente reacción de neutralización de los sulfuros (Skoulsen et al., 2002)



De acuerdo a la estequiometría de esta reacción, 1 ton de jales que contiene 10 kg de S (1%) requiere 31.25 kg de CaCO_3 para no producir acidez.

Por lo anterior, el Potencial de Acidez (PA) expresado como kg requeridos de CaCO_3/ton de jales, se calcula utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{PA} = \% \text{S}^{2-} \times 31.25$$

$$\% \text{S}^{2-} = (\% \text{S}_{\text{total}} - \% \text{S}_{\text{sulfatos}})$$

5. Interpretación de los resultados de la prueba de Balance Acido-Base

La relación entre los valores de Potencial de Neutralización (PN) y el Potencial de Acidez (PA) expresados ambos como kg de carbonato de calcio por tonelada de jales, permite evaluar si los jales contienen o no suficientes carbonatos de calcio para neutralizar a los sulfuros (potenciales generadores de ácido):

5.1 Cuando $\text{PN}/\text{PA} \leq 1.2$; los jales son potenciales generadores de Drenaje Acido.

5.2 Cuando $\text{PN}/\text{PA} > 1.2$, los jales no son potenciales generadores de Drenaje Acido.

6. Informe

El informe debe incluir lo siguiente:

6.1 Origen de las muestras, fecha del muestreo, número de muestras y método de preservación.

6.2 Descripción de los jales incluyendo características físicas y tamaño de partícula.

6.3 Método utilizado para medir azufre total y cuantificar sulfatos.

6.4 Cualquier modificación realizada respecto a lo recomendado en los métodos o en este procedimiento.

6.5 Observaciones en los cambios observados en las muestras que se consideren importantes.

6.6 Fecha en que se realizó cada una de las determinaciones solicitadas en esta prueba y tiempo que se conservó la muestra antes de realizar los análisis.

6.7 Datos analíticos:

6.7.1 Azufre total

6.7.2 Azufre como Sulfato

6.7.3 PN (kg CaCO₃/t de jales)

6.7.4 PA (kg CaCO₃/t de jales)

6.7.5 PN/PA

6.7.6 Gráficas correspondientes de titulación (pH vs vol NaOH)

7. Control analítico

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

7.2 Realizar un ensayo en blanco por cada lote de no más de 10 muestras.

7.3 Como no existen materiales estándar de referencia, no es posible medir la exactitud del método. Deben realizarse duplicados hasta un número mínimo que corresponda al 20% del total de muestras analizadas. Cuando son pocas las muestras a analizar, se pueden realizar duplicados de cada muestra.

8. Bibliografía

8.1 Lawrence R.W. y Wang Y (1997). "Determination of Neutralization Potential in the Prediction of Acid Rock Drainage" Fourth International Conference on Acid Rock Drainage. Vancouver, Canada.

8.2 Method EPA 9038 Sulfate (Turbidimetric). US Environmental Protection Agency. USA. SW-846 on line.

8.3 Norma Mexicana NMX-B-021-1982. Determinación de las formas de azufre en el carbón. Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

8.4 Norma Mexicana NMX-B-400-1970. Método de Análisis químico para la determinación gravimétrica de azufre en minerales de hierro. Dirección General de Normas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.

8.5 Koulsen J, Simmons, J. y Mc Donald, L.M. y Ziemkiewicz P. (2002). "Acid-Base Accounting to Predict Post-mining Drainage Quality on Surface Mines". J. Environ. Qual. Vol. 31, 6. 2034-2044.

8.6 Sobek, A.A., Schuller, W.A. Freeman, J.R. y Smith, R.M. (1978). Field and laboratory methods applicable to overburdens and minesoils. EPA-600/2-78-054 (U.S. Environmental Protection Agency Cincinnati, Ohio).

III. Métodos de Absorción Atómica

1. Campo de aplicación

1.1 Los metales en solución pueden ser determinados mediante la técnica de espectroscopia de absorción atómica. El método es simple, rápido y aplicable a un gran número de metales presentes en agua superficial, salina y potable, y en desechos domésticos e industriales. Mientras que el agua potable libre de partículas sólidas puede analizarse directamente, otro tipo de muestras que contienen material sólido como el agua subterránea, "extractos" (tipo CRET1, u obtenidos con agua adicionada con acético o ácidos minerales), desechos industriales, suelos, lodos, sedimentos y otros residuos sólidos; requieren ser digeridas antes de analizar los metales totales o lixiviables en medio ácido. La determinación de elementos solubles no requiere de que la muestra se sujete a una digestión pero se tiene que filtrar y acidificar antes de realizar cualquier medición en el equipo.

(NOTA: La digestión de las muestras que contienen sólidos, debe realizarse con reactivos que no interfieran con las mediciones, de acuerdo a lo señalado en este documento para cada técnica específica de atomización. El ácido más recomendable para ser utilizado es el HNO₃).

1.2 Los límites de detección, la sensibilidad y los intervalos óptimos de los metales, varían de acuerdo a los diferentes tipos de matriz y modelos del espectrofotómetro de absorción atómica. La información de la Tabla 1 proporciona información de los límites de detección logrados por aspiración directa (AA-flama) y por técnicas con horno (AA-GF). Para muestras de agua limpia, los límites de detección mostrados en la Tabla 1 por aspiración directa, se pueden mejorar a valores menores, expandiendo la escala y a valores mayores, utilizando una longitud de onda menos sensible o rotando la cabeza del quemador. Los límites de detección por aspiración directa también pueden mejorarse concentrando la muestra y/o aplicando métodos para concentrar el compuesto que contienen los elementos que se quieren cuantificar, mediante una extracción selectiva con disolventes. Para determinar concentraciones más bajas, en ciertas muestras se puede utilizar la técnica del horno de grafito. Los límites de detección mostrados en la Tabla 1 dependen en cierto grado de las características propias del equipo utilizado (tipo de espectrofotómetro y accesorios del horno, la fuente de energía, el grado de expansión eléctrica de la señal de salida), pero especialmente dependen del tipo de matriz de la muestra. Los límites de detección deben establecerse empíricamente para cada tipo de matriz analizada. Cuando se utiliza la técnica del horno de grafito, el analista debe tomar precauciones para prever posibles reacciones químicas que ocurren a temperaturas elevadas que puedan resultar en supresión o

magnificación del elemento a analizar. Para asegurar que los resultados obtenidos en el horno de grafito son válidos, el analista debe examinar la interferencia que presenta cada tipo de matriz (ver numeral 3.2.1). Si se detecta la presencia de interferencias, se deben evitar, bien sea por dilución sucesiva, modificación de matriz o por el método de adiciones estándar (ver numeral 8.7).

1.3 Se hace referencia a procedimientos especializados (además del procedimiento con horno), tales como el método de generación de hidruros gaseosos para arsénico y selenio, y la técnica de vapor frío para mercurio; para aquellos casos en que la técnica de absorción atómica por aspiración directa no proporciona la sensibilidad adecuada.

Resumen del método

2.1 Aunque se considera el análisis de muestras sólidas por espectroscopia de absorción atómica, esta técnica solamente aplica a la cuantificación de metales en solución o que han sido solubilizados mediante alguna forma de procesamiento de la muestra.

2.2 Las muestras de aguas residuales y subterráneas, "extractos" y residuos industriales; requieren de un tratamiento preliminar, debido a la complejidad y variabilidad de sus matrices. Los sólidos, lodos, y materiales suspendidos deben ser sujetos a una digestión apropiada para solubilizar los elementos que se quieren analizar. Los métodos de digestión varían de acuerdo a las características de los metales a determinar y la naturaleza de la muestra a analizar. Los procedimientos de digestión y solubilización se presentan en el numeral 3.2 (Métodos de preparación de muestra).

2.3 En espectroscopia de absorción atómica por aspiración directa, una muestra se aspira y se atomiza en la flama. Se dirige un rayo de luz a la flama, que es generado por una lámpara, ya sea de cátodo hueco o de descarga sin electrodos, que se pasa a través de un monocromador para que se seleccione la radiación característica del elemento que se está cuantificando. Después de que los átomos han absorbido la radiación, un detector mide la cantidad de luz transmitida e indirectamente se obtiene la cantidad absorbida. Los átomos libres no excitados, en estado basal, absorben energía de una longitud de onda característica. Debido a que la longitud de onda del rayo de luz es característico del elemento que se quiere cuantificar y que, la cantidad de energía absorbida es proporcional a la cantidad de átomos del mismo, las energías absorbida y transmitida son proporcionales a la concentración del elemento que se está cuantificando en la muestra. Este principio es la base de la espectroscopia de absorción atómica.

2.4 Cuando se emplea la técnica del horno en conjunto con el espectrofotómetro de absorción atómica, se coloca una alícuota representativa de la muestra en el tubo de grafito del horno, donde en tres pasos que se realizan a diferente temperatura se logra que la muestra se evapore a sequedad, se calcine y se atomice. La eficiencia de la atomización es mayor que en el caso de la flama, debido a que dentro del tubo se dispone de mayor porcentaje de átomos del analito, que se vaporizan y disocian para su absorción. Por lo tanto, es posible usar volúmenes más pequeños de muestra y/o detectar niveles de concentración menores. El principio es esencialmente el mismo que con la absorción atómica por aspiración directa, excepto que, para atomizar la muestra, se utiliza un horno en lugar de la flama. La radiación producida por la lámpara que contiene al elemento excitado (que es el que se quiere analizar), pasa a través del vapor que contiene átomos en estado basal del elemento. La intensidad de la radiación transmitida decrece en función inversa a la cantidad de luz absorbida por los átomos que se encuentran en el vapor. Los átomos metálicos que se están cuantificando alcanzan la zona donde se recibe el haz de la radiación, a través de la volatilización de la especie inyectada como consecuencia del aumento de la temperatura del horno. De la misma forma que cuando se atomiza con flama, el monocromador selecciona la radiación característica del elemento que se está cuantificando, de la luz generada por una lámpara de cátodo hueco o de descarga sin electrodos; y, finalmente, una celda fotosensible mide la radiación transmitida que no fue absorbida por los átomos; la cual es proporcional a la radiación absorbida y a la concentración del elemento.

3. Interferencias

3.1. Aspiración directa

3.1.1 El tipo de interferencias más problemática en espectrofotometría de absorción atómica son las llamadas "químicas" y, que son causadas porque se forman enlaces entre los átomos que llegan a la flama (se conocen como combinaciones moleculares) que no absorben la radiación característica de los átomos en su estado basal. Este fenómeno puede ocurrir cuando la flama no está lo suficientemente caliente y no logra romper eficientemente los enlaces entre todos los átomos para liberarlos. Por ejemplo, es el caso de la interferencia que presenta el fosfato con el magnesio, o cuando átomos ya liberados se oxidan y forman compuestos refractarios, que forman enlaces tan fuertes, que bajo las condiciones de temperatura de la flama no se rompen. La adición de lantano soluciona la interferencia del fosfato en las determinaciones de

magnesio, calcio y bario. De manera similar, la interferencia del silicio en la determinación de manganeso, puede ser eliminada por la adición de calcio.

3.1.2 Las interferencias químicas pueden eliminarse separando al elemento que se está cuantificando del material interferente. Los metales se separan coordinándolos con sustancias afines conocidas como agentes quelatantes o acomplejantes. Este es un método que generalmente se emplea para concentrar al analito y aumentar la sensibilidad del análisis, pero que también es útil para eliminar o reducir interferencias.

3.1.3 La presencia de altas cantidades de sólidos disueltos en la muestra puede dar como resultado una interferencia de naturaleza física conocida como absorbanza no atómica, tal como es la dispersión de la luz (hay tantas partículas en la solución que la luz "se tropieza" con ellas). La ausencia de corrector de fondo (lámpara de deuterio) puede producir un aumento falso en la señal de absorción y, en consecuencia, se obtienen datos más altos de las concentraciones del metal. Si no se cuenta con la corrección de fondo, se deberá verificar si se presentan bandas de absorción molecular coincidentes con la longitud de onda característica del elemento que se está analizando, de manera de poder restar el valor de absorción de fondo. Las muestras con una alta concentración de sólidos deben sujetarse a un procedimiento de extracción, para separar al elemento que se está analizando del resto de la matriz.

3.1.4 Las interferencias por ionización ocurren cuando la temperatura de la flama es suficientemente alta para remover un electrón de un átomo neutro, generando un ión cargado positivamente (catión). Estas especies cargadas absorben energía diferente a la de los átomos. Este tipo de interferencia puede controlarse, por lo general, mediante la adición de un exceso (1,000 mg/L) de solución que contiene un elemento fácilmente ionizable, como K, Na, Li o Cs, y que compiten favorablemente con el metal que se está analizando, evitando su ionización. La adición debe realizarse tanto a las soluciones estándar, como a la muestra.

3.1.5 La interferencia espectral se presenta cuando otro elemento, presente en la solución que contiene al metal que se está cuantificando, absorbe luz de una longitud de onda cuyo ancho de banda cae dentro del ancho de la línea de absorción del elemento de interés. En consecuencia, se determina una absorción de luz mayor a la que realmente corresponde a los átomos del metal que se está cuantificando, y por lo tanto se calcula falsamente una concentración más alta del metal en la muestra. También se presenta interferencia espectral, cuando la energía resonante de otro elemento de una lámpara multielemental o debida a una impureza metálica presente en la lámpara de cátodo hueco, cae dentro de la banda que -a un determinado ancho de la ventana que fue preestablecido- pasa a la zona de absorción de luz. Este tipo de interferencia de absorción de banda ancha no específicas, puede reducirse, a veces, estrechando el ancho de ventana.

3.1.6 En las muestras y los estándares se deben vigilar las diferencias de viscosidad que pueden presentarse, ya que pueden alterar la velocidad de aspiración.

3.1.7 En la solución obtenida de la digestión no todos los metales son igualmente estables, especialmente si sólo se usó ácido nítrico para el ataque de la muestra sólida, y no una mezcla de ácido nítrico con ácido clorhídrico. Por lo tanto los elementos presentes en la digestión deben ser cuantificados lo antes posible, especialmente Sn, Sb, Mo, Ba y Ag.

3.2 Procedimiento para el horno.

3.2.1 Si bien, en el horno de grafito se reduce la formación de óxidos, -ya que la atomización se lleva a cabo en una atmósfera inerte libre de oxígeno-, se pueden presentar interferencias químicas debidas a la matriz que pueden afectar al análisis, por lo que se debe considerar su efecto. Cada matriz puede presentar diferentes efectos. Cada matriz interacciona químicamente en forma diferente con el elemento que se está cuantificando, por lo que siempre que se presenten diferentes matrices deben determinarse y tomarse en cuenta los efectos específicos de cada una de ellas. Para ayudar a verificar la ausencia de interferencias de matriz o químicas, puede usarse la técnica de diluciones en serie. (ver numeral 8.6). Las muestras que producen interferencias deben de ser tratadas considerando uno o más de los siguientes caminos:

- Diluir sucesivamente y volver a analizar las muestras para eliminar interferencias.

- Modificar la matriz de la muestra con el fin de eliminar interferencias o para estabilizar el analito, por ejemplo, para remover los cloruros de metales alcalinos se adiciona nitrato de amonio y, para retener al cadmio se adiciona fosfato de amonio. También se ha usado la mezcla de hidrógeno con el gas de arrastre para suprimir las interferencias químicas. El hidrógeno actúa como un agente reductor y ayuda a la disociación molecular.

- Analizar la muestra por el método de adiciones estándar tomando en cuenta las limitaciones y precauciones necesarias para su uso (Ver numeral 8.7.2)

3.2.2 Los gases generados en el horno durante la atomización pueden presentar bandas de absorción molecular coincidentes con la longitud de onda analítica. Cuando esto sucede, se puede utilizar la corrección de fondo o escoger otra longitud de onda propia del elemento que se analiza. La corrección de fondo puede también compensar el efecto de interferencias de absorción de banda ancha no específicas.

3.2.3 La corrección de fondo continua puede no corregir todos los tipos de interferencia de fondo. Cuando la interferencia de fondo no se puede compensar, debe de removerse químicamente el analito o usar una forma alternativa de corrección de fondo, por ejemplo la corrección de fondo de Zeeman.

3.2.4 Las interferencias de la matriz debidas a humos producidos por la matriz de la muestra, algunas veces pueden ser reducidas aumentando el tiempo de calcinado a una mayor temperatura o programando el ciclo de mineralizado en presencia de aire. Sin embargo, deben de tomarse precauciones para prevenir pérdidas del analito.

3.2.5 Las muestras que contienen concentraciones muy altas de materiales orgánicos se deben oxidar mediante una digestión ácida convencional antes de colocarse dentro del horno. De esta manera, será minimizada la absorción de banda ancha.

3.2.6 Los estudios sobre interferencias aniónicas en el horno de grafito indican que bajo cualquier condición que no sea isotérmica, se prefiere a los aniones nitrato. Por lo tanto, para cualquier digestión o paso de solubilización es recomendable utilizar ácido nítrico. Cuando se requiera utilizar otro ácido además del nítrico, debe usarse una mínima cantidad, particularmente aplica cuando se utiliza ácido clorhídrico y, en menor grado, para los ácidos sulfúrico y fosfórico.

3.2.7 Se ha observado la formación de carburos como consecuencia del ambiente químico del horno de grafito. Un ejemplo es el caso del molibdeno, cuando se forman carburos, el metal se libera muy lentamente del carburo metálico resultante durante el proceso de atomización. El molibdeno puede requerir de 30 segundos o mayor tiempo de atomización, antes de que la señal regrese a los niveles de la línea base. La formación de los carburos se reduce en forma importante y la sensibilidad aumenta cuando se usa grafito recubierto pirolíticamente. Los elementos que forman carburos fácilmente están señalados con el símbolo (p) en la Tabla 1.

3.2.8 Para comentarios sobre interferencias espectrales, referirse al numeral (3.1.5).

3.2.9 La contaminación cruzada y la contaminación de la muestra pueden ser las mayores fuentes de error debido a la extrema sensibilidad del método que se alcanza con el horno. Por lo tanto el área de trabajo donde se preparan las muestras debe mantenerse escrupulosamente limpia. Todo el material de vidrio debe ser lavado como se indica en el numeral 4.8. Las puntas de las pipetas son una fuente de contaminación muy frecuente. En el caso de que se sospeche que éstas pueden ser fuente de contaminación se deben enjuagar con ácido nítrico 1:5 y, enjuagadas abundantemente con agua corriente y agua destilada. Utilizar puntas de pipeta de mejor calidad puede reducir en forma importante este problema. Se debe poner especial atención a los blancos de reactivo tanto en los análisis como en la corrección de los resultados analíticos. Por último, se debe cuidar la calidad de los tubos de grafito pirolíticos porque durante su producción y manejo pueden

contaminarse. Para la limpieza de los tubos puede requerirse que se tengan que quemar a alta temperatura de cinco a diez veces, antes de utilizarse.

4. Equipo y materiales

4.1 Espectrofotómetro de absorción atómica de haz sencillo o doble, que tenga un monocromador con rejilla de difracción, un detector fotomultiplicador y una rendija (ventana) ajustable, con un intervalo de longitud de onda de 190 a 180 nm, y los suministros necesarios para conectarlo mediante una interfase con un monitor gráfico.

4.2 Quemador. Se utilizará el quemador que recomiende el fabricante para cada equipo en particular. Para ciertos elementos se requiere utilizar el quemador de óxido nitroso.

4.3 Lámparas de cátodo hueco. Se recomienda utilizar lámparas monoelementales (de un solo elemento), pero también se pueden usar lámparas multielementales, y -si hay disponibilidad- lámparas de descarga sin electrodos. Sin embargo, pueden emplearse otro tipo de lámparas, que satisfagan los criterios de desempeño de este método.

4.4 Horno de grafito. Se puede emplear cualquier tipo de horno que sea capaz de alcanzar las temperaturas que se especifican.

4.5 Monitor e impresora. Se recomienda que se tenga una impresora para que todo trabajo que se realice en este horno, tenga un registro permanente, y así, cualquier problema con el análisis, como un cambio de señal súbito, una atomización incompleta, pérdidas durante el calcinado, cambios en sensibilidad, forma del pico, etc. pueda ser fácilmente identificado.

4.6 Pipetas. Pipetas de microlitros con puntas desechables. El tamaño de las pipetas puede variar de 5 a 100 μ L de acuerdo a los requerimientos del método. Las puntas de las pipetas deben ser revisadas antes de usarse, ya que son una fuente posible de contaminación. La exactitud de las pipetas automáticas debe de ser verificada diariamente. Pueden ser utilizadas pipetas de tipo A para medir volúmenes mayores a un mL.

4.7 Válvulas reductoras de presión. El suministro de gas combustible y gas oxidante debe mantenerse a presiones ligeramente superiores a las de operación del equipo y debe controlarse por válvulas adecuadas.

4.8 Vidriería. Todo el material de vidrio, polipropileno y teflón, incluyendo frascos, matraces y pipetas, debe de lavarse de acuerdo a la siguiente secuencia: detergente, agua corriente de la llave, ácido nítrico 1:1, agua corriente, ácido clorhídrico 1:1, agua corriente y finalmente, agua destilada. Cuando se va a determinar cromo en la muestra, no se debe utilizar ácido crómico para limpiar el material. Si puede documentarse que ciertos pasos no son necesarios para análisis de rutina, a través de un programa de control de calidad, en el que se usen blancos de reactivo y muestras adicionadas, esos pasos pueden eliminarse del procedimiento.

5. Reactivos

5.1 En todas las pruebas deben utilizarse sustancias químicas de grado reactivo analítico. Mientras no se especifique lo contrario, se intenta que todos los reactivos cumplan con las especificaciones del Comité sobre reactivos analíticos de la American Chemistry Society, si éstas existen. Se pueden emplear reactivos de otra pureza, si hay la seguridad que son lo suficientemente puros como para que no afecten a la calidad del análisis. En todos los casos, se debe determinar que la concentración en los reactivos, de los elementos que se están analizando, son menores al límite de detección del método (LDM).

5.2 Agua destilada. Toda referencia al agua en este método se refiere a agua destilada, a menos que se especifique lo contrario. El agua destilada debe presentar una calidad de al menos 16 Mega-ohm ($M\Omega$).

5.3 Acido nítrico concentrado, HNO₃. Se debe usar ácido grado espectroscópico para absorción atómica (AA). Preparar una dilución 1:1 con agua, adicionando un volumen de ácido concentrado a un volumen igual de agua. Cuando el blanco da lecturas menores al límite de detección instrumental de los elementos que se están leyendo (IDL Instrumental Detection Limits), el ácido puede utilizarse.

5.4 Acido clorhídrico (1:1), HCl. Se debe usar ácido grado espectroscópico para absorción atómica (AA). Preparar una dilución 1:1 con agua, adicionando un volumen de ácido concentrado a un volumen igual de agua. Cuando el blanco da lecturas menores al límite de detección instrumental de los elementos que se están leyendo (IDL Instrumental Detection Limits), el ácido puede utilizarse.

5.5 Combustible y oxidante. Se acepta el uso de acetileno de alta pureza. El aire puede suministrarse a través de una línea de aire comprimido, a través de una compresora en el laboratorio o de un cilindro de aire comprimido y debe ser limpio y seco. También puede requerirse óxido nitroso para ciertas determinaciones. Para el horno de grafito se necesita argón y nitrógeno estándares que están disponibles en el mercado.

5.6 Soluciones estándar de metales. Las soluciones estándar de metales se preparan utilizando metales y óxidos de alta pureza, sales no higroscópicas, agua y ácido nítrico y ácido clorhídrico redestilados (ver métodos individuales con instrucciones específicas). No se debe de utilizar el ácido fosfórico ni el sulfúrico, ya que producen efectos no deseados sobre muchos elementos. Las soluciones de reserva o *stock*, deben de prepararse a concentraciones de 1,000 mg del metal/L. Se pueden utilizar las soluciones estándar comerciales. Cuando la viscosidad, la tensión superficial y composición de componentes no coincidan entre la solución de los estándares y la solución de la digestión que contiene los elementos que se van a analizar, se puede aplicar el método de adición de estándares (ver numeral 8.7).

5.7 Estándares de calibración. Para el caso de los instrumentos en los que no se leen directamente valores en concentración, debe prepararse una curva de calibración que cubra el intervalo de concentración apropiado. Usualmente esto significa la preparación de estándares que producen una absorbancia de entre 0.0 y 0.7. Los estándares de calibración se preparan diluyendo la solución madre del metal al momento del análisis. Para mejores resultados, se deben preparar los estándares cada vez que se analice un lote de muestras. Se debe preparar un blanco y al menos tres estándares de calibración en cantidades graduadas, dentro del intervalo de trabajo para quedar en la parte lineal de la curva. Los estándares de calibración se deben preparar empleando el mismo tipo de ácido o combinación de ácidos, a la misma concentración que se utilizaron para llevar a cabo la digestión, de manera que la concentración de estos componentes en la muestra y en los estándares sea igual. Aspirar las soluciones comenzando por el blanco y, luego los estándares de menor a mayor concentración y llevar un registro de las lecturas. Repetir la operación un número suficiente de veces para asegurar un promedio confiable en las lecturas para cada solución, tanto para los estándares de calibración, como para las muestras. Los estándares de calibración para horno de grafito, se deben preparar de acuerdo a la descripción individual para cada metal. Siempre se requieren curvas de calibración.

6. Recolección de muestras, preservación y manejo

6.1 Ver el material introductorio en el Capítulo 3, Analitos metálicos.

7. Procedimiento

7.1 Siempre es necesario el tratamiento preliminar de aguas residuales, aguas subterráneas, soluciones del procedimiento de extracción y desechos industriales debido a la complejidad y variabilidad de las matrices. Los sólidos, lodos y material suspendido deben sujetarse a un proceso de solubilización antes del análisis. Este proceso puede variar según los metales a determinar y a la naturaleza de la muestra analizada. Los procedimientos de solubilización y digestión se presentan en el Capítulo Tres, numeral 3.2, Métodos de Preparación de Muestras. Las muestras en las que se van a analizar los constituyentes disueltos no necesitan ser digeridas, si han sido filtradas y acidificadas.

7.2 Procedimiento por aspiración directa (flama).

7.2.1 Los diferentes equipos y modelos de espectrofotómetros de absorción atómica incluyen instrucciones detalladas aplicables a cada instrumento. El analista debe seguir las instrucciones de operación del fabricante para cada instrumento en particular. En general, después de seleccionar la lámpara adecuada para el análisis, se debe calentar al menos 15 minutos, a menos que se opere un equipo de haz doble. Durante este periodo debe alinearse el instrumento, ajustar el monocromador a la longitud de onda correcta, seleccionar el ancho de la ventana (slit) y, ajustar la corriente según las instrucciones del fabricante. Posteriormente, encender la flama y regular el flujo del combustible y el oxidante. Ajustar el quemador y la tasa de flujo del nebulizador para lograr un porcentaje máximo de absorción y estabilidad. Optimizar el valor del fotomultiplicador. Leer una serie de estándares del elemento a analizar. Construir una curva de calibración, graficando las concentraciones de los estándares contra sus absorbancias. Asignar una función a la curva de tal manera que a través de la lectura de la absorbancia se pueda conocer la concentración del elemento. Aspirar las muestras y determinar las concentraciones directamente o a partir de la curva de calibración. Los estándares deben leerse cada vez que se realiza el análisis de una muestra o de una serie de muestras.

7.3 Procedimiento del horno.

7.3.1 Los implementos del horno (atomización sin flama) son un medio útil para extender los límites de detección. Debido a las diferencias entre las marcas y los modelos de instrumentos satisfactorios no pueden darse instrucciones de operación generales para cada instrumento. El analista debe seguir las instrucciones del fabricante para cada instrumento.

7.3.2 La corrección de fondo es importante cuando se aplica la atomización sin flama, especialmente por debajo de 350 nm. Algunas muestras al ser atomizadas pueden absorber o dispersar la luz de la lámpara. La causa de esto puede ser la presencia de especies moleculares gaseosas, partículas de sal o humos en el haz de la muestra. Si no se corrige, la absorbancia de la muestra será mayor que lo debido, y el resultado analítico será falso (valores más altos a los reales). La corrección de fondo de Zeeman es efectiva para superar las interferencias de fondo en cuanto a composición o estructuradas. Particularmente es muy útil cuando se analiza arsénico, en presencia de aluminio y cuando se analiza selenio en presencia de hierro.

7.3.3 Cuando el analito no se volatiliza totalmente durante el paso de atomización, pueden ocurrir "efectos de memoria", o sea que parte de una muestra no se lee durante su periodo de análisis sino durante otra determinación. Este efecto depende de varios factores: volatilidad del elemento y su forma química, tipo y uso de tubos de grafito pirolítico, tasa de atomización y diseño del horno. Esta interferencia se detecta por ignición de "blancos". Para que no suceda este tipo de efecto, el tubo debe limpiarse poniendo a operar el horno a toda su capacidad durante el periodo de tiempo requerido, a intervalos regulares durante las series de determinaciones.

7.3.4 Inyectar una alícuota de la muestra, medida en microlitros dentro del horno y atomizar. Si la concentración encontrada es mayor que el estándar más alto, la muestra deberá diluirse en la misma matriz ácida y volver a analizar. El uso de sistemas automáticos de inyecciones múltiples puede mejorar la exactitud y ayudar a detectar y evitar los errores que se cometen cuando con una pipeta se vierten en el horno alícuotas muy pequeñas de la solución que contiene la muestra.

7.3.5 Para verificar la ausencia de interferencias, realizar el procedimiento de dilución en serie señalado en el numeral 8.6.

7.3.6 Después de cada diez inyecciones de muestras debe correrse un estándar de verificación. Los estándares se corren, en parte, para monitorear la vida y el desempeño del tubo de grafito. El tubo debe ser reemplazado cuando no hay reproducibilidad en la lectura o cuando se presenta un cambio significativo en la señal del estándar de verificación. La vida del tubo depende de la matriz de la muestra y de la temperatura de atomización. De manera conservadora se estima que un tubo dura al menos 50 igniciones. El recubrimiento pirolítico alargará tres veces el tiempo estimado de vida (cuando un tubo dura muy pocas igniciones se debe revisar la calidad del gas inerte utilizado).

7.4 Cálculos

7.4.1 Para determinar la concentración del metal por aspiración directa y horno de grafito: Registrar el valor del metal a partir de la curva de calibración o directamente del sistema de lectura del instrumento.

7.4.2 Sí se requiere la dilución de la muestra:

$$\mu\text{g/L de metal en la muestra} = A \frac{(C + B)}{C}$$

en donde:

A= $\mu\text{g/L}$ de metal en una alícuota diluida, a partir de la curva de calibración

B= matriz ácida del blanco empleada para dilución, mL

C= alícuota de la muestra, mL

7.4.3 Para las muestras sólidas se deben reportar las concentraciones en unidades consistentes basadas en peso húmedo.

Por lo tanto:

$$\mu\text{g de metal/kg de muestra} = \frac{A \times V}{W}$$

en donde:

A= $\mu\text{g/L}$ de metal en la muestra procesada, a partir de la curva de calibración.

V = Volumen final de la muestra procesada, mL.

W = Peso de la muestra, gramos.

7.4.4 No deben utilizarse diferentes volúmenes de inyección para muestras y estándares. La muestra debe diluirse y se debe emplear el mismo volumen de inyección tanto para las muestras como para los estándares. Si se requiere dilución de la muestra:

$$\mu\text{g de metal/L en la muestra} = Z \frac{(C + B)}{C}$$

en donde:

Z= μg de metal leído a partir de la curva de calibración o directamente el valor en concentración que arroja el equipo.

B= Matriz ácida del blanco usada para dilución, mL.

C= Alícuota de la muestra, mL.

8. Control de calidad

8.1 Todos los datos del control de calidad deben conservarse y estar disponibles para referencia o inspecciones.

8.2 Debe prepararse una curva de calibración diariamente con, por lo menos, un blanco de calibración y tres estándares. Después de la calibración, se debe verificar la curva de calibración usando, al menos, un blanco de calibración y un estándar de verificación de la calibración (elaborado a partir de un material de referencia u otro material estándar independiente) a una concentración cerca de o en el punto medio del intervalo de trabajo. La concentración del estándar de verificación debe quedar dentro del $\pm 10\%$ del valor real de la curva para que se considere válido.

8.3 Si se analizan más de 10 muestras al día, la curva estándar de trabajo debe verificarse leyendo, después de cada 10 muestras, un estándar a una concentración media del intervalo de trabajo o el estándar de verificación. El estándar medido debe quedar dentro del $\pm 20\%$ del valor real, de lo contrario se deben volver a analizar las 10 muestras anteriores.

8.4 En cada lote en análisis, se debe incluir, al menos, una muestra adicionada (o fortificada) y un duplicado de la muestra adicionada. También debe procesarse una muestra control del laboratorio en cada lote.

8.5 Cuando la matriz de la muestra es tan compleja que la viscosidad, tensión superficial y componentes no pueden igualarse adecuadamente con los estándares, se recomienda el método de adición de estándares (MSA Method of Standard Addition) (ver numeral 8.7). El numeral 8.6 contiene las pruebas para evaluar si es necesario utilizar el MSA.

8.6 Pruebas de interferencia

8.6.1 Prueba de dilución- Para cada lote se debe seleccionar una muestra típica para la dilución en serie y determinar si se presentan interferencias. La concentración del analito debe ser de por lo menos, 25 veces el límite de detección estimado. Determinar la concentración aparente en la muestra sin diluir. Diluir la muestra un mínimo de cinco veces (1+4) y volver a analizar. Si todas las muestras del lote están por debajo de 10 veces el límite de detección, se debe realizar el análisis de recuperación de adición descrito abajo. Si las lecturas están dentro del $\pm 10\%$ de diferencia entre la concentración de la muestra no diluida y cinco veces la concentración de la muestra diluida indica que las muestras están libres de interferencia y tales muestras podrán ser analizadas sin el uso del método de adición de estándares.

8.6.2 Prueba de recuperación- Si los resultados de la prueba de dilución no concuerdan con lo establecido (ver punto anterior), puede sospecharse que existe interferencia de matriz y, debe analizarse una muestra adicionada para ayudar a confirmar los resultados a partir de la prueba de dilución. Tomar otra alícuota de la muestra de la prueba y agregar una cantidad conocida del analito para que éste alcance de 2 a 5 veces la concentración original. Si todas las muestras en el lote tienen concentraciones del analito por debajo del límite de detección se debe adicionar la muestra seleccionada a 20 veces el límite de detección. Analizar la muestra adicionada y calcular el porcentaje de recuperación. Si la recuperación es menor que el 85% o mayor que el 115%, debe usarse el método de adición de estándares para todas las muestras del lote.

8.7 Método de adición de estándares- La técnica de adición de estándares implica adicionar cantidades conocidas del estándar a una o más alícuotas de la solución de la muestra procesada. Esta técnica compensa el problema de los constituyentes de la muestra que aumenta o deprime la señal del analito, produciendo así una pendiente diferente a la obtenida con los estándares de calibración. No corrige las interferencias aditivas que causan variaciones en la línea base. Se debe emplear el método de adición de estándares para el análisis de todos los extractos (EP), en todos los análisis en los que se solicite y siempre que se analice una matriz nueva de muestra.

8.7.1 La versión más sencilla de esta técnica es el método de una sola adición, en la cual, se toman dos alícuotas idénticas de la solución de la muestra, cada una con volumen V . A la primera (marcada como A) se le adiciona un volumen conocido V_s de solución estándar del analito con concentración C_s . A la segunda alícuota (marcada como B) se le adiciona el mismo volumen V_s del disolvente. Se miden las señales analíticas

de A y B y se hace la corrección, considerando la señal que no es del analito. La concentración desconocida de la muestra se calcula de la siguiente manera:

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

Donde S_A y S_B son las señales analíticas (corregidas con el valor del blanco) de las soluciones A y B, respectivamente. V_S y C_S deben escogerse de tal manera que S_A sea aproximadamente, en promedio, el doble de S_B , evitando la dilución excesiva de la muestra. Si se realiza un paso de separación o concentración, las adiciones deben efectuarse antes y ser sometidas a todo el procedimiento.

8.7.2 Se pueden mejorar los resultados empleando una serie de adiciones de estándar. Adicionar a iguales volúmenes de muestra una serie de soluciones estándar que contengan diferentes cantidades conocidas de analito. Todas las soluciones deben aforarse a un mismo volumen final. Por ejemplo, la adición 1 debe prepararse de tal manera que la concentración resultante sea aproximadamente 50% de la absorbancia esperada del analito presente en la muestra original. Las adiciones 2 y 3 deben prepararse de tal manera que las concentraciones sean aproximadamente de 100 y 150% de la absorbancia esperada de analito en la muestra. Se determina la absorbancia de cada solución y luego se traza en el eje vertical de un gráfico. Cuando la línea resultante se extrapola a una absorbancia de cero, el punto de intercepción con la abscisa es la concentración original del analito en la muestra. La abscisa a la izquierda de la ordenada se escala al lado derecho, en dirección opuesta a la ordenada. Un ejemplo de un diagrama obtenido de esta manera se muestra en la Figura 1. Para obtener la concentración de la intercepción se puede usar un programa de regresión lineal.

8.7.3 Para que los resultados del método de Adición de Estándares sean válidos, deben considerarse las siguientes limitaciones:

- Las concentraciones aparentes obtenidas a partir de la curva de calibración deben ser lineales en el intervalo de concentración de interés. Para mejores resultados, la pendiente del gráfico del Método de Adición de Estándares debe ser casi igual a la pendiente de la curva estándar. Si la pendiente es significativamente distinta (más de 20%), se debe proceder con precaución.

- El efecto de la interferencia no deberá variar al cambiar la relación de concentración del analito en la matriz de la muestra, y la adición de estándar deberá responder de manera similar a la del analito.

- La determinación debe estar libre de interferencias espectrales y deben corregirse las interferencias de fondo no específicas.

8.8 Deben tomarse en cuenta todas las medidas de control de calidad descritas en el Capítulo Uno.

9. Desempeño del método

9.1 Ver métodos individuales.

10. Referencias

10.1 Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes; U.S. Environmental Protection Agency. Office of Research and Development. Environmental Monitoring and Support Laboratory. ORD Publication Offices of Center for Environmental Research Information: Cincinnati, OH, 1983; EPA-600/4-79-020.

10.2 Rohrbough, W.G.; et al. Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, 7th ed.; American Chemical Society: Washington, DC, 1986.

10.3 1985 Annual Book of ASTM Standards, Vol. 11.01; "Standard Specification for Reagent Water"; ASTM: Philadelphia, PA, 1985; D1193-77.

TABLA 1

INTERVALOS DE CONCENTRACION DE LA ABSORCION ATOMICA

Metal	Aspiración Directa		Procedimiento con horno ^{a,c}
	Límite de Detección (mg/L)	Sensibilidad (mg/L)	Límite de Detección (ug/L)
Aluminio	0.1	1	--
Antimonio	0.2	0.5	3
Arsénico ^b	0.002	--	1
Bario	0.1	0.4	2
Berilio	0.005	0.025	0.2
Cadmio	0.005	0.025	0.1
Calcio	0.01	0.08	--
Cromo	0.05	0.25	1
Cobalto	0.05	0.2	1
Cobre	0.02	0.1	1
Hierro	0.03	0.12	1
Plomo	0.1	0.5	1
Litio	0.002	0.04	--
Magnesium	0.001	0.007	--
Manganeso	0.01	0.05	0.2
Mercurio ^d	0.0002	--	--
Molibdeno(p)	0.1	0.4	1
Níquel	0.04	0.15	--
Osmio	0.03	1	--
Potasio	0.01	0.04	--
Selenio ^b	0.002	--	2
Platar	0.01	0.06	0.2
Sodio	0.002	0.015	--
Estroncio	0.03	0.15	--
Talio	0.1	0.5	1
Estaño	0.8	4	--
Vanadio(p)	0.2	0.8	4
Zinc	0.005	0.02	0.05

NOTA: El símbolo (p) indica el uso de grafito pirolítico con el procedimiento del horno

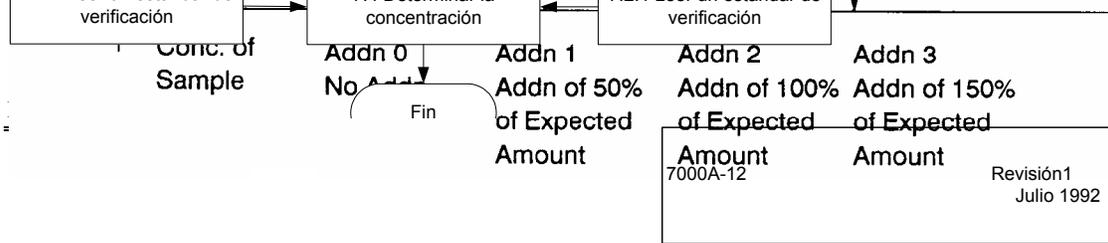
^aLos valores de sensibilidad del horno se deben consultar en el manual de operación del instrumento.

^bMétodo hidruros gaseosos.

^c Los valores del horno listados son los esperados cuando se utiliza una inyección de 20- μ L y un flujo normal de gas, excepto en los casos de arsénico y selenio, en donde se interrumpe el flujo de gas.

^d Técnica de vapor frío.

FIGURA 1.
GRAFICA DE ADICION DE ESTANDARES



IV. Espectroscopia (ión por plasma acoplado por inducción

1. Alcance y aplicac

1.1 La espectroscopia de absorción por plasma acoplado por inducción (ICP) determina elementos trazas, incluyendo metales en solución. El método es aplicable a todos los elementos listados en la Tabla 1. Todas las matrices requieren de una digestión previa al análisis, tales como aguas subterráneas, muestras acuosas extractos de TCLP y EP, desechos industriales y orgánicos, lodos, sedimentos y otros d

1.2 Los elementos para los cuales es aplicable el Método 6010 se listan en la tabla 1. Los límites de detección con el espectrómetro para soluciones acuosas simples cuando se usan métodos espectroscopistas que tengan el conocimiento químico y físicas.

2. Resumen del método

2.1 Previamente al análisis las muestras deben ser solubilizadas o digeridas usando métodos de preparación de muestras apropiados (por ejemplo Método 3005-3050). Cuando se analizan constituyentes disueltos, la digestión ácida no es necesaria, si es que la muestra ha sido filtrada y preservada en medio ácido.

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

3. Interferencias

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

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

TABLA 1
LONGITUDES DE ONDA RECOMENDADAS Y LÍMITES DE DETECCIÓN INSTRUMENTALES ESTIMADOS

Elemento	Longitud de onda (nm)	Límites de Detección Estimados^b (ug/L)
Aluminio	308.215	45
Antimonio	206.833	32
Arsénico	193.696	53
Bario	455.403	2
Berilio	313.042	0.3
Cadmio	226.502	4
Calcio	317.933	10
Cromo	267.716	7
Cobalto	228.616	7
Cobre	324.754	6
Hierro	259.940	7
Plomo	220.353	42
Litio	670.784	5
Magnesio	279.079	30
Manganeso	257.610	2
Molibdeno	202.030	8
Níquel	231.604	15
Fósforo	213.618	51
Potasio	766.491	ver nota c
Selenio	196.026	75
Plata	328.068	7
Sodio	588.995	29
Estroncio	407.771	0.3
Talio	190.864	40
Vanadio	292.402	8
Zinc	213.856	2

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

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

^c Altamente dependiente de las condiciones de operación y de la posición del plasma.

3.1.1 Interferencias específicas de los elementos se expresan como concentración equivalente del analito (por ejemplo concentración falsa del analito) proporcionada desde una solución de 100 mg/L del elemento interferente. Por ejemplo, se asume que se determina As (a 193.696 nm) en una muestra que contiene 10 mg/L aproximadamente. De acuerdo con la tabla 2, 100 mg de Al llegaría a proporcionar una señal falsa para As equivalente a aproximadamente de 1.3 mg/L. Por lo tanto la presencia de 10 mg/L de Al podría resultar en una señal falsa equivalente a 0.13 mg/L. El usuario debe estar prevenido de que otros instrumentos pueden presentar alguna diferencia en los niveles de interferencia presentados en la tabla 2. Los efectos de interferencia deben ser evaluados para cada instrumento individualmente a partir de las intensidades las cuales varían de acuerdo a las condiciones de operación, poder, altura de visión, velocidad del flujo de argón, etc. El usuario debe estar conciente de la posibilidad de otras interferencias que las especificadas en la tabla 2 y los analistas deben estar concientes de estas interferencias cuando realizan un análisis.

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

3.1.3 En la presente información no se encuentran listadas las longitudes de onda de plata y potasio, pero se ha reportado como energía de segundo orden a partir de la longitud de onda de magnesio 283.231 nm que interfiere con la línea de potasio a 766.491 nm.

TABLA 2
CONCENTRACION EQUIVALENTE AL ANALITO COMENZANDO
DESDE NIVELES DE INTERFERENTE DE 100 MG/L

Analito	Longitud de onda (nm)	Interferente ^{a,b}									
		Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Tl	V
Aluminio	308.215	--	--	--	--	--	--	0.21	--	--	1.4
Antimonio	206.833	0.47	--	2.9	--	0.08	--	--	--	0.25	0.45
Arsénico	193.696	1.3	--	0.44	--	--	--	--	--	--	1.1
Bario	455.403	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Berilio	313.042	--	--	--	--	--	--	--	--	0.04	0.05
Cadmio	226.502	--	--	--	--	0.03	--	--	0.02	--	--
Calcio	317.933	--	--	0.08	--	0.01	0.01	0.04	--	0.03	0.03
Cromo	267.716	--	--	--	--	0.003	--	0.04	--	--	0.04
Cobalto	228.616	--	--	0.03	--	0.005	--	--	0.03	0.15	--
Cobre	324.754	--	--	--	--	0.003	--	--	--	0.05	0.02
Hierro	259.940	--	--	--	--	--	--	0.12	--	--	--
Plomo	220.353	0.17	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Magnesio	279.079	--	0.02	0.11	--	0.13	--	0.25	--	0.07	0.12
Manganeso	257.610	0.005	--	0.01	--	0.002	0.002	--	--	--	--
Molibdeno	202.030	0.05	--	--	--	0.03	--	--	--	--	--
Níquel	231.604	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Selenio	196.026	0.23	--	--	--	0.09	--	--	--	--	--
Sodio	588.995	--	--	--	--	--	--	--	--	0.08	--
Talio	190.864	0.30	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Vanadio	292.402	--	--	0.05	--	0.005	--	--	--	0.02	--
Zinc	213.856	--	--	--	0.14	--	--	--	0.29	--	--

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

Al - 1000 mg/L	Mg - 1000 mg/L
Ca - 1000 mg/L	Mn - 200 mg/L
Cr - 200 mg/L	Tl - 200 mg/L
Cu - 200 mg/L	V - 200 mg/L
Fe - 1000 mg/L	

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

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

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

4. Aparatos y materiales

4.1 Espectrómetro de emisión de plasma de argón acoplado inductivamente.

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

4.1.2 Generador de radiofrecuencia de acuerdo con las regulaciones FCC.

4.1.3 Suministro de argón-grado soldadura o mejor.

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

4.3 Matrices volumétricos clase A

4.4 Pipetas volumétricas clase A**4.5 Balanza analítica-capaz de medir con exactitud 4 cifras significativas.****5. Reactivos**

5.1 Se debe usar en todos los análisis reactivos grado reactivo, a menos que se indique de otra forma, esto es con el propósito de que todos los reactivos estén conforme a las especificaciones del Comité de Reactivos analíticos de la Sociedad Química Americana (Committee on analytical Reagents of the American Chemical Society) donde tales especificaciones se encuentran disponibles. Se pueden usar otros grados. Siempre y cuando se compruebe que el reactivo es lo suficientemente puro para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación. Si la pureza de un reactivo está en cuestión analice para contaminación, si la concentración es menor que el LDM el reactivo es aceptable.

5.1.1 Acido Clorhídrico (conc.), HCl.

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

5.1.3 Acido Nítrico (conc.), HNO₃.

5.1.4 Acido Nítrico (1:1), HNO₃. Adicionar 500 mL de HNO₃ concentrado a 400 mL de agua y diluir a un litro en un vaso adecuado.

5.2 Agua reactivo. Todas las referencias de agua en este método se refieren a agua reactivo a menos que se especifique de otra forma. El agua reactivo debe estar libre de interferencias. Referirse al capítulo uno para la definición de agua reactivo.

5.3 Las soluciones estándares pueden ser adquiridas o preparadas a partir de químicos o metales de ultra alta pureza (99.99 a 99.999 de pureza). Todas las sales deben ser secadas por una hora a 105°C, a menos que se especifique otra cosa.

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

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

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

Sal Metálica

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

5.3.1 Solución de Aluminio, stock, 1 mL = 1000 ug Al: Disolver 1.0 g de metal de aluminio, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mezcla ácida de 4 mL of (1:1) HCl and 1 mL de HNO₃ concentrado en un vaso. Calentar suavemente para solubilizar, cuando la reacción se completa transferir a un matraz aforado de 1 L, agregar adicionalmente 10 mL de HCl (1:1) y diluir a volumen de 1,000 mL con agua.

5.3.2 Solución de Antimonio, stock, 1 mL = 1000 ug Sb: Disolver 2.70 g de $K(SbO)C_4H_4O_6$ (fracción molar Sb = 0.3749), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua, agregar 10 mL (1:1) HCl, and diluir en un matraz volumétrico de 1,000 mL con agua.

5.3.3 Solución de Arsénico, stock, 1 mL = 1000 ug As: Disolver 1.30 g de As_2O_3 (fracción molar As = 0.7574), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, in 100 mL de agua conteniendo 0.4 g NaOH. Acidificar la solución con 2 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.4 Solución de Bario, stock, 1 mL = 1000 ug Ba: Disolver 1.50 g de $BaCl_2$ (fracción molar Ba = 0.6595), seco a $250^\circ C$ por 2 horas, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en 10 mL de agua con 1 mL (1:1) HCl. Agregar 10.0 mL de HCl (1:1) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.5 Solución de Berilio, stock, 1 mL = 1000 ug Be: No secar. Disolver 19.7 g de $BeSO_4 \cdot 4H_2O$ (fracción molar Be = 0.0509), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua, agregar 10.0 mL HNO_3 concentrado, y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.6 Solución de Cadmio, stock, 1 mL = 1000 ug Cd: Disolver 1.10 g de CdO (fracción molar Cd = 0.8754), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HNO_3 (1:1) calentar para incrementar la velocidad de disolución. agregar 10.0 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.7 Solución de Calcio, stock, 1 mL = 1000 ug Ca: Suspender 2.50 g de $CaCO_3$ (fracción molar Ca = 0.4005), seco a $180^\circ C$ por 1 hora antes de pesar, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y disolver cuidadosamente con una mínima cantidad de HNO_3 (1:1). Agregar 10.0 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.8 Solución de Cromo, stock, 1 mL = 1000 ug Cr: Disolver 1.90 g de CrO_3 (fracción molar Cr = 0.5200), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua. Cuando la solución esté lista, acidificar con 10 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.9 Solución de Cobalto, stock, 1 mL = 1000 ug Co: Disolver 1.00 g de cobalto metálico, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HNO_3 (1:1). Agregar 10.0 mL de HCl (1:1) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.10 Solución de Cobre, stock, 1 mL = 1000 ug Cu: Disolver 1.30 g de CuO (fracción molar Cu = 0.7989), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HNO_3 (1:1). Agregar 10.0 mL de HNO_3 concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.11 Solución de Hierro, stock, 1 mL = 1000 ug Fe: Disolver 1.40 g de Fe_2O_3 (fracción molar Fe = 0.6994), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mezcla tibia de 20 mL de HCl (1:1) y 2 mL de HNO_3 concentrado. Enfriar, agregar 5.0 mL adicionales de HNO_3 concentrado, y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.12 Solución de Plomo, stock, 1 mL = 1000 ug Pb: Disolver 1.60 g de $Pb(NO_3)_2$ (fracción molar Pb = 0.6256), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas en una mínima cantidad de (1:1) HNO_3 . Agregar 10 mL de HNO_3 (1:1) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.13 Solución de Litio, stock, 1 mL = 1000 ug Li: Disolver 5.324 g de carbonato de Litio (fracción molar Li = 0.1878), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HCl (1:1) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.14 Solución de Magnesio, stock, 1 mL = 1000 ug Mg: Disolver 1.70 g de MgO (fracción molar Mg = 0.6030), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas en una mínima cantidad de HNO₃ (1:1). Agregar 10.0 mL de HNO₃ concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.15 Solución de Manganeso, stock, 1 mL = 1000 ug Mn: Disolver 1.00 g de manganeso metálico, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mezcla ácida (10 mL de HCl concentrado y 1 mL de HNO₃ concentrado) y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.16 Solución de Molibdeno, stock, 1 mL = 1000 ug Mo: Disolver 2.00 g de (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O (fracción molar Mo = 0.5772), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.17 Solución de Níquel, stock, 1 mL = 1000 ug Ni: Disolver 1.00 g de Níquel metálico, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en 10.0 mL de HNO₃ concentrado caliente, enfriar, y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.18 Solución de Fósforo, stock, 1 mL = 1000 ug P: Disolver 4.393 g de KH₂PO₄ anhidro (fracción molar P = 0.2276), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, in water. Diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.19 Solución de Potasio, stock, 1 mL = 1000 ug K: Disolver 1.90 g de KCl (fracción molar K = 0.5244) seco a 110°C, pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua, y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.20 Solución de Selenio, stock, 1 mL = 1000 ug Se: No secar. Disolver 1.70 g de H₂SeO₃ (fracción molar Se = 0.6123), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.21 Solución de Plata, stock, 1 mL = 1000 ug Ag: Disolver 1.60 g de AgNO₃ (fracción molar Ag = 0.6350), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua y 10 mL de HNO₃ concentrado. Diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.22 Solución de Sodio, stock, 1 mL = 1000 ug Na: Disolver 2.50 g de NaCl (fracción molar Na = 0.3934), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua. Agregar 10.0 mL de HNO₃ concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.23 Solución de Estroncio, stock, 1 mL = 1000 ug Sr: Disolver 2.415 g de nitrato de estroncio (Sr(NO₃)₂) (fracción molar 0.4140), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en un matraz de 1 L que contenga 10 mL de HCl concentrado y 700 mL de agua. Diluir en un matraz aforado a un volumen de 1,000 mL con agua.

5.3.24 Solución de Talio, stock, 1 mL = 1000 ug Tl: Disolver 1.30 g de TlNO₃ (fracción molar Tl = 0.7672) pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en agua. Agregar 10.0 mL HNO₃ concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.25 Solución de Vanadio, stock, 1 mL = 1000 ug V: Disolver 2.30 g de NH₄VO₃ (fracción molar V = 0.4356) pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas, en una mínima cantidad de HNO₃ concentrado. Calentar para aumentar la velocidad de disolución. Agregar 10.0 mL de HNO₃ concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.3.26 Solución de Zinc, stock, 1 mL = 1000 ug Zn: Disolver 1.20 g de ZnO (fracción molar Zn = 0.8034), pesado exactamente con al menos 4 cifras significativas en una mínima cantidad de HNO₃ diluido. Agregar 10.0 mL de HNO₃ concentrado y diluir en un matraz aforado a un volumen 1,000 mL con agua.

5.4 Soluciones estándares mezcladas de calibración: Prepare soluciones mezcladas de calibración por combinación de volúmenes apropiados de las soluciones stock en matraces volumétricos (Ver tabla 3). Iguale la matriz con los ácidos apropiados y diluya a 100 mL con agua. Previo a realizar los estándares mezclados, cada solución debe ser analizada separadamente para determinar posibles interferencias espectrales o la presencia de impurezas. Se debe tener precaución cuando se preparan los estándares mixtos para asegurar que los elementos son compatibles y estables en forma conjunta. Transferir la solución estándar mixta a botellas de FEP fluorocarbono o en botellas de polietileno o polipropileno para su almacenaje. Se deben preparar soluciones frescas de estándares mixtos cada vez que se necesite, ya que la concentración puede cambiar con el envejecimiento. Las soluciones estándares deben ser verificadas inicialmente, usando una muestra de control de calidad (ver paso 5.8), y monitorearla semanalmente para ver su estabilidad. Algunas combinaciones típicas de estándares están listados en la tabla 3. Todas las mezclas deben ser escaneadas usando un espectrómetro secuencial para verificar la ausencia de interferencia espectral interelemento en las mezclas de soluciones estándares recomendadas.

NOTA Si la adición de Plata en la combinación ácida recomendada resulta en una precipitación inicial, agregar 15 mL de agua y calentar el matraz hasta que la solución se aclare. Enfriar y diluir a 100 mL con agua. Para esta combinación ácida, la concentración de la Plata debe ser limitada a 2 mg/L. La Plata bajo estas condiciones es estable por 30 días en una matriz de agua potable. Mayores concentraciones de Plata requieren cantidades adicionales de HCl.

5.5 Dos tipos de blanco se requieren para este análisis. El blanco de calibración se usa para establecer la curva analítica y el blanco de reactivo se usa para corregir posible contaminación resultante de las variadas cantidades de ácidos usadas en el procesamiento de la muestra.

5.5.1 El blanco de calibración se prepara por acidificación del agua reactivo a la misma concentración de los ácidos encontrados en estándares y muestras. Prepare suficiente cantidad para lavar el sistema entre estándares y muestras.

5.5.2 El blanco del método debe contener todos los reactivos y en los mismos volúmenes que se usaron en el procesamiento de las muestras. El blanco del método debe ser llevado a través del procedimiento completo y contener la misma concentración ácida en la solución final que en las soluciones de las muestras usadas para el análisis.

TABLA 3
SOLUCIONES ESTANDARES MEZCLADOS

Solución	Elementos
I	Be, Cd, Mn, Pb, Se and Zn
II	Ba, Co, Cu, Fe, and V
III	As, Mo
IV	Al, Ca, Cr, K, Na, Ni, Li, & Sr
V	Ag (Ver nota para el paso 5.4), Mg, Sb, and Tl
VI	P

5.6 El estándar para revisar el instrumento es preparado por el analista por combinación de elementos compatibles a concentraciones equivalentes al punto medio de sus respectivas curvas de calibración (ver paso 8.6.1.1 para su uso). El estándar de revisión del instrumento debe ser preparado de una fuente independiente de la usada en las curvas de los estándares de calibración.

5.7 La solución de revisión de interferencias es preparada con concentraciones conocidas de elementos interferente los cuales proporcionan factores de corrección adecuados. La muestra adicionada con los elementos de interés a aproximadamente 10 veces los límites de detección del instrumento. En la ausencia de analito medible, la sobrecorrección sería indetectable porque los valores negativos serían reportados como cero. Si el instrumento en particular entrega sobrecorrecciones como números negativos, este procedimiento de adición no sería necesario.

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

6. Colección, preservación y manejo de la muestra

6.1 Ver el material en el capítulo tres, analitos metálicos, paso 3.1 hasta 3.3

7. Procedimiento

7.1 Es necesario un tratamiento preliminar para la mayoría de las matrices debido a la complejidad y variabilidad de las matrices de las muestras. Las muestras de agua que han sido prefiltradas y acidificadas no necesitarían una digestión ácida puesto que los estándares y muestras tienen la misma matriz. La solubilización y procedimiento de digestión se presentan en Métodos de Preparación de la Muestra (Método 3005A-3050A).

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

7.3 Perfilar y calibrar el instrumento de acuerdo a las recomendaciones del fabricante del equipo, usando la solución mixta típica descrita en el paso 5.4. lavar el sistema con la solución de blanco de calibración (paso 5.5.1) entre cada estándar como el fabricante lo recomiende. (Use la intensidad promedio de múltiples exposiciones de ambos análisis de la muestra y de estandarización, para reducir los errores aleatorios). La curva de calibración debe consistir en un blanco y tres estándares.

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

7.5 Lavar el sistema con la solución del blanco de calibración por al menos 1 minuto (paso 5.5.1) antes del análisis de cada muestra (ver nota del paso 7.3). Analizar la solución de revisión del instrumento (paso 5.6) y el blanco de calibración (paso 5.5.1) después de cada 10 muestras.

8. Control de calidad

8.1 Todos los datos de control de calidad deben ser mantenidos disponibles como una referencia sencilla o para inspección. Dirigirse al capítulo uno para procedimientos adicionales de control de calidad.

8.2 Diluir y reanalizar las muestras más concentradas que el límite de calibración lineal o use una línea alternativa de menor sensibilidad para la cual se tienen datos de control de calidad previamente establecidos.

8.3 Emplee un mínimo de 1 blanco de método por lote de muestra para determinar si ha ocurrido contaminación o algún efecto de memoria. El blanco de método es un volumen de agua reactivo acidificada con la misma cantidad de ácidos contenidas en estándares y muestras.

8.4 Analizar una réplica de muestra por cada 20 muestras o por lote analítico, son los más frecuentes. Una réplica de muestra es una muestra que se lleva a través del proceso completo de preparación de la muestra y del proceso analítico en duplicado. Dirigirse al capítulo uno para una descripción detallada de un lote analítico.

8.5 Cuando se presenta una nueva matriz o inusual se recomienda realizar una serie de pruebas antes de reportar datos de concentraciones para los elementos analitos. Estas pruebas esquematizadas en los pasos 8.5.1 y 8.5.2 aseguran al analista que ninguna interferencia positiva o negativa están operando sobre ninguno de los elementos analitos que distorsione la exactitud de los valores reportados.

8.5.1 Dilución serial: Si la concentración del analito es lo suficientemente alta (mínimo, un factor de 10 sobre el límite de detección instrumental después de diluir), un análisis de una dilución 1:4 debería coincidir dentro de un rango de $\pm 10\%$ de la determinación original. Si no es así, se debe sospechar del efecto de interferencia química o física.

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

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

8.6 Revisar la estandarización del instrumento analizando apropiados estándares de revisión de acuerdo a lo siguiente:

8.6.1 Verificar la calibración cada 10 muestras y al terminar la corrida analítica, utilizando un blanco (paso 5.5.1) y un estándar de revisión (paso 5.6).

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

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

8.6.2 Verificar los factores de corrección de fondo e interelemento al comienzo y al final de una corrida analítica o dos veces cada 8 horas de trabajo. Cualquiera de las dos es correcta. Se realiza analizando una solución de revisión de interferencia (paso 5.7). Los resultados deben estar dentro del rango de $\pm 20\%$ del valor real obtenido en el paso 8.6.1.1.

8.6.3 Se debe analizar muestras spike duplicadas con una frecuencia del 5% o por lote analítico, cualquiera de las dos está correcta.

8.6.3.1 La diferencia porcentual relativa entre las determinaciones de las réplicas se calcula de la siguiente forma:

$$RPD = \frac{(D1 - D2) \times 2}{D1 + D2} \times 100$$

Donde:

RPD = diferencia porcentual relativa

D1 = valor de la primera muestra

D2 = segundo valor de la muestra (réplica)

(Un límite de control de $\pm 20\%$ RPD debería ser usado para muestras con valores mayores que 10 veces el límite de detección del instrumento).

8.6.3.2 La recuperación de la muestra réplica adicionada (con spike) debe estar dentro del rango de $\pm 20\%$ del valor verdadero.

9. Desempeño del método

9.1 En el circuito EPA estudio fase 1, siete laboratorios aplicaron la técnica de ICP en matrices de agua destilada acidificada que habían sido adicionadas con diversas concentraciones de varios metales. La tabla 4 lista los valores verdaderos, la media reportada y los valores de la media del porcentaje de la desviación estándar relativa.

9.2 En la evaluación de únicamente un laboratorio, se analizaron siete desechos para 22 elementos por este método. La media del porcentaje de la desviación estándar relativa de análisis triplicada para todos los elementos y desechos fue $9 \pm 2\%$. La media del porcentaje de recuperación de los elementos adicionados (spike) para todos los desechos fue $93 \pm 6\%$. El rango de los niveles del spike van desde 100 $\mu\text{g/L}$ hasta 100 mg/L. Los desechos incluían lodos y desechos industriales.

10. Referencias

10.1 Winge, R.K.; Peterson, V.J.; Fassel, V.A. Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy: Prominent Lines (final report, March 1977-February 1978); EPA-600/4-79-017, Environmental Research Laboratory, Athens, GA, March 1979; Ames Laboratory: Ames IA.

10.2 Test Methods: Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater; U.S. Environmental Protection Agency. Office of Research and Development. Environmental Monitoring and Support Laboratory. ORD Publication Offices of Center for Environmental Research Information: Cincinnati, OH, 1982; EPA-600/4-82-057.

10.3 Patel, B.K.; Raab, G.A.; et al. Report on a Single Laboratory Evaluation of Inductively Coupled Optical Emission Method 6010; EPA Contract No. 68-03-3050, December 1984.

10.4 Sampling and Analysis Methods for Hazardous Waste Combustion; U.S. Environmental Protection Agency; Air and Energy Engineering Research Laboratory, Office of Research and Development: Research Triangle Park, NC, 1986; Prepared by Arthur D. Little, Inc.

10.5 Bowmand, P.W.J.M. Line Coincidence Tables for Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, 2nd ed.; Pergamon: 1984.

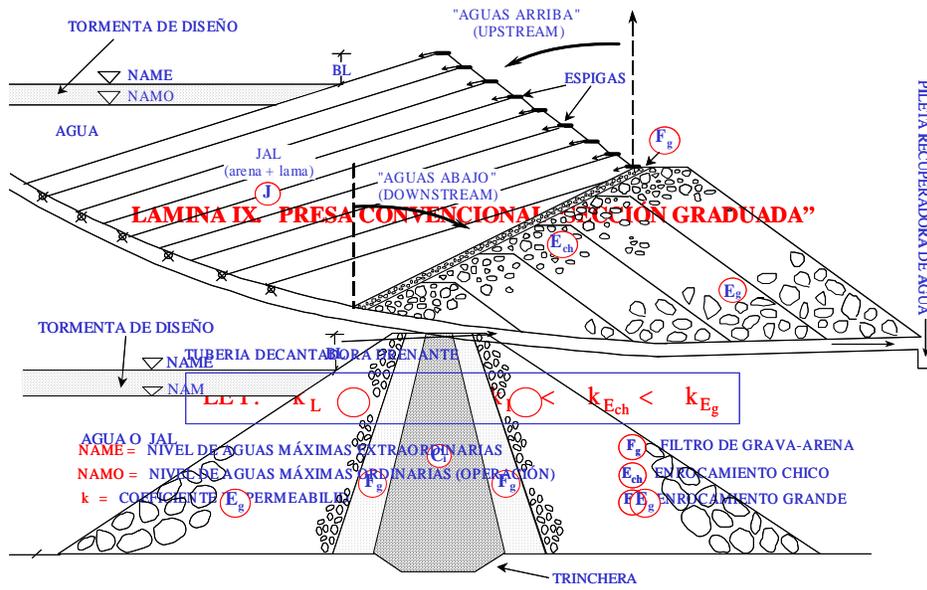
10.6 Rohrbough, W.G.; et al. Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, 7th ed.; American Chemical Society: Washington, DC, 1986.

10.7 1985 Annual Book of ASTM Standards, Vol. 11.01; "Standard Specification for Reagent Water"; ASTM: Philadelphia, PA, 1985; D1193-77.

TABLA 4.
DATOS^a DE PRECISION Y EXACTITUD EN ICP

Elemento	Muestra No. 1			Muestra No. 2			Muestra No. 3		
	True Value (ug/L)	Mean Reported Value (ug/L)	Mean SD ^b (%)	True Value (ug/L)	Mean Reported Value (ug/L)	Mean SD ^b (%)	True Value (ug/L)	Mean Reported Value (ug/L)	Mean SD ^b (%)
Be	750	733	6.2	20	20	9.8	180	176	5.2
Mn	350	345	2.7	15	15	6.7	100	99	3.3
V	750	749	1.8	70	69	2.9	170	169	1.1
As	200	208	7.5	22	19	23	60	63	7

LAMINA VIII. MÉTODO CONSTRUCTIVO: "AGUAS ABAJO" Y "AGUAS ARRIBA", CON ENROCAMIENTO Y ESPIGAS



LEY: $k_{C_i} < k_{F_g} < k_{E_{ch}} < k_{E_g}$

NAME = NIVEL DE AGUAS MAXIMAS EXTRAORDINARIAS
 NAMO = NIVEL DE AGUAS MAXIMAS ORDINARIAS (OPERACIÓN)
 BL = BORDO LIBRE

- C_i CORAZÓN IMPERMEABLE
- F_g FILTRO DE GRAVA - ARENA
- E_{ch} ENROCAMIENTO CHICO
- E_g ENROCAMIENTO GRANDE