

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES DE HIDROCARBUROS EN SUELOS Y LAS ESPECIFICACIONES PARA SU CARACTERIZACIÓN Y REMEDIACIÓN.

D. O. F. 29 de marzo de 2005.

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

JUAN RAFAEL ELVIRA QUESADA, Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, y Ernesto Enríquez Rubio, Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en lo dispuesto en los artículos 32 Bis fracciones I, II, IV y 39 fracciones I y XXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 5o. fracciones I, II, V, VI y XI, 6o., 36, 37, 37 Bis, 134 fracciones I, II, III y V, 136, 139 y 152 Bis de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 2o. fracción X, 7o. fracción II, 68, 69, 70, 73, 77, 78 y 79 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos; 3 fracción XIII, 13 apartado A fracción IX, 116, 117, 118 fracciones I y VII, 182, 278 fracciones III y IV, 280 y 282 de la Ley General de Salud; 38 fracciones II, III y VII, 40 fracciones X y XI, 41, 43, 44, 46 y 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 28, 31, 33 y 34 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8 fracciones V y VI del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales; 2 Apartado C fracción X del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud; y 3 fracciones I inciso I i, II y XI, 10 fracciones IV y VIII, 12 fracciones I y III del Reglamento de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios.

CONSIDERANDO

Que el Proyecto de Norma Oficial Mexicana fue aprobado por el Comité Consultivo Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales, en sesión celebrada el 21 de mayo de 2003, y que de conformidad con el artículo 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó el 19 de marzo de 2004, para consulta pública a efecto de que los interesados, dentro de los 60 días naturales contados a partir de la fecha de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**, presentaran sus comentarios ante el citado Comité, sito en Boulevard Adolfo Ruiz Cortines número 4209, quinto piso, Fraccionamiento Jardines en la Montaña, Delegación Tlalpan, código postal 14210, Distrito Federal, o en el correo electrónico aescamilla@semarnat.gob.mx.

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

Que de conformidad 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 y que las respuestas a los comentarios y modificaciones antes citados fueron publicados en el **Diario Oficial de la Federación** el 14 de marzo de 2005.

Que 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 30 de noviembre de 2004 aprobó para publicación definitiva la presente Norma Oficial Mexicana NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, Límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su caracterización y remediación, hemos tenido a bien expedir la siguiente:

**NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, LIMITES MAXIMOS PERMISIBLES DE HIDROCARBUROS EN SUELOS Y
LAS ESPECIFICACIONES PARA SU CARACTERIZACION Y REMEDIACION**

Prefacio

En la elaboración de esta Norma Oficial Mexicana participaron:

- SECRETARIA DE ENERGIA
- SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
- SECRETARIA DE SALUD
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGIA
Centro Nacional de Investigación y Capacitación Ambiental
- PROCURADURIA FEDERAL DE PROTECCION AL AMBIENTE
Subprocuraduría de Inspección Industrial
Subprocuraduría de Auditoría
- COMISION NACIONAL DEL AGUA
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION
- CONFEDERACION DE CAMARAS INDUSTRIALES
- ASOCIACION NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUIMICA (ANIQ)
- ONEXPO NACIONAL, A.C.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
Instituto de Geografía
Instituto de Ingeniería
- INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- COLEGIO DE INGENIEROS PETROLEROS
- COLEGIO DE INGENIEROS AMBIENTALES DE MEXICO
- ASOCIACION NACIONAL DE RESTAURADORES AMBIENTALES, A.C.
- AGENCIA DE COOPERACION TECNICA ALEMANA-GTZ
- PETROLEOS MEXICANOS
Dirección Corporativa de Seguridad Industrial y Protección Ambiental
Pemex Exploración y Producción
Pemex Refinación
- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- FERROCARRILES NACIONALES DE MEXICO EN LIQUIDACION
- OPERADORA INTERGRUPO, S.A. DE C.V.

Y en la elaboración del Anexo A. Métodos Analíticos para la determinación de hidrocarburos en suelos, participaron:

- INTERTEK TESTING SERVICES DE MEXICO, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC, QUIMICA INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V.

- CONTROL QUIMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.

INDICE

0. Introducción
 1. Objetivo
 2. Campo de aplicación
 3. Referencias
 4. Definiciones
 5. Abreviaturas
 6. Límites máximos permisibles
 7. Especificaciones para la caracterización
 8. Especificaciones ambientales para la remediación
 9. Evaluación de la conformidad
 10. Grado de concordancia con normas internacionales
 11. Bibliografía
 12. Observancia de esta Norma
- Anexo A
- Anexo B

0. Introducción

El Programa Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales 2001-2006, tiene como primer objetivo detener y revertir la contaminación de los recursos naturales, agua, aire y suelo, con el propósito de garantizar su conservación para las generaciones futuras.

Los derrames de hidrocarburos, por las sustancias que involucran, pueden poner en peligro los lugares donde se producen, la integridad de los ecosistemas, así como la preservación de los recursos naturales.

Cuando un derrame de hidrocarburos permanece sin ser atendido puede causar daños constantes y crecientes al suelo y a otros recursos naturales.

La falta de especificaciones ambientales para la restauración de suelos contaminados por derrames de hidrocarburos constituye uno de los principales factores de incertidumbre sobre la efectividad de los resultados de la remediación.

Ante la situación descrita, el 20 de agosto de 2002 se publicó en el **Diario Oficial de la Federación**, la Norma Oficial Mexicana de Emergencia: Límites máximos permisibles de contaminación en suelos por hidrocarburos, caracterización del sitio y procedimientos para la remediación, la cual fue prorrogada por seis meses más, el 20 de febrero de 2003.

Con el propósito de dar certidumbre en las acciones de caracterización y remediación a los causantes de la contaminación he tenido a bien expedir la presente Norma Oficial Mexicana.

1. Objetivo

Establecer los límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su caracterización y remediación.

2. Campo de aplicación

Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en todo el territorio nacional para quienes resulten responsables de la contaminación con hidrocarburos en suelos.

3. Referencias

NOM-021-SEMARNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

4. Definiciones

Para los efectos de esta Norma Oficial Mexicana se consideran las definiciones contenidas en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos y las que a continuación se mencionan:

4.1 Cadena de custodia

Registro que acompaña a las muestras desde su obtención hasta su entrega al laboratorio de pruebas y análisis.

4.2 Características del sitio

Características o propiedades físicas, químicas, mecánicas y dinámicas de un suelo y de la(s) sustancia(s) distribuidas en él, así como los procesos que controlan el comportamiento y transporte del contaminante en el medio en el que se encuentra alojado y que proporcionan la comprensión de éstos para poder predecir su comportamiento futuro en el sitio.

4.3 Derrame

Cualquier descarga, liberación, rebose, achique o vaciamiento de hidrocarburos que se presente en suelo.

4.4 Dilución de suelo contaminado

Acción de adicionar un material determinado a un suelo contaminado, con el propósito específico de reducir la concentración de uno o más contaminantes.

4.5 Hidrocarburos

Compuestos químicos, constituidos principalmente por átomos de carbono e hidrógeno.

4.6 Hidrocarburos de fracción ligera

Mezcla de hidrocarburos cuyas moléculas contengan cadenas lineales entre cinco y diez átomos de carbono (C₅ a C₁₀).

4.7 Hidrocarburos de fracción media

Mezcla de hidrocarburos cuyas moléculas contengan cadenas lineales entre diez y veintiocho átomos de carbono (C₁₀ a C₂₈).

4.8 Hidrocarburos de fracción pesada

Mezcla de hidrocarburos cuyo peso molecular sea mayor a C₁₈.

4.9 Laboratorio de pruebas

Laboratorio con métodos acreditados y aprobados conforme a lo establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

4.10 Medidas de urgente aplicación

Acciones que conducen a inactivar una fuente de contaminación y a detener la migración de los contaminantes en el medio ambiente.

4.11 Métodos analíticos

Los métodos propuestos en el Anexo A de esta Norma, mediante los cuales se harán los análisis para determinar el grado de contaminación de suelos contaminados con hidrocarburos.

4.13 Muestra duplicada

Una de dos o más muestras o submuestras que se obtienen separadamente en el mismo sitio, al mismo tiempo y con el mismo procedimiento de muestreo.

4.14 Muestreo dirigido

Muestreo que se lleva a cabo sobre puntos específicamente determinados, cuando se cuenta con información previa del sitio, se conoce el producto derramado y es evidente la extensión de la afectación.

4.15 Muestreo estadístico

Muestreo realizado conforme los métodos matemáticos establecidos, cuya función es dar certidumbre a través de observaciones determinadas, sobre diferentes parámetros para el total del universo.

4.16 Nivel de fondo

Concentración en el suelo de los hidrocarburos regulados que no son atribuibles a la fuente de contaminación que se está considerando y que se encuentran de manera natural o fueron generados por alguna fuente antropogénica ajena a la considerada.

4.17 Pasivo Ambiental

Sitio contaminado, que no ha sido remediado, en el que pueden, además, encontrarse depósitos o apilamientos de residuos sólidos, de manejo especial o peligrosos, los cuales deben de ser manejados conforme a la legislación vigente.

4.18 Punto de muestreo

Es el lugar específico donde se toma la muestra.

4.19 Sitio de muestreo

Es el área a muestrear.

4.20 Suelo

Material no consolidado compuesto por partículas inorgánicas, materia orgánica, agua, aire y organismos, que comprende desde la capa superior de la superficie terrestre hasta diferentes niveles de profundidad.

4.21 Suelo contaminado con hidrocarburos:

Aquel en el cual se encuentran presentes hidrocarburos que por sus cantidades y características afecten la naturaleza del suelo.

5. Abreviaturas

5.1 BTEX

B, benceno; T, tolueno; E, etilbenceno; X, xilenos (suma de isómeros)

5.2 HAP

Hidrocarburos aromáticos polinucleares.

6. Límites máximos permisibles

6.1 Los productos asociados a los derrames de hidrocarburos para los que se establecen límites máximos permisibles de contaminación en suelos se enlistan en la Tabla 1.

Tabla 1.- Hidrocarburos que deberán analizarse en función del producto contaminante

| PRODUCTO CONTAMINANTE | HIDROCARBUROS | | | | | |
|-----------------------|-----------------|------|----------------|------|-----------------|------|
| | FRACCION PESADA | HAPs | FRACCION MEDIA | HAPs | FRACCION LIGERA | BTEX |
| Mezclas | X | X | X | X | X | X |
| Petróleo crudo | X | X | X | X | X | X |
| Combustóleo | X | X | | | | |
| Parafinas | X | X | | | | |
| Petrolatos | X | X | | | | |
| Aceites | X | X | | | | |
| Gasóleo | | | X | X | | |
| Diesel | | | X | X | | |
| Turbosina | | | X | X | | |
| Keroseno | | | X | X | | |

| | | | | | | |
|------------|--|--|---|---|---|---|
| Creosota | | | X | X | | |
| Gasavión | | | | | X | X |
| Gasolvente | | | | | X | X |
| Gasolinas | | | | | X | X |
| Gasnafta | | | | | X | X |

6.2 Los límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos se presentan en las tablas 2 y 3.

Tabla 2.- Límites máximos permisibles para fracciones de hidrocarburos en suelo

| FRACCION DE HIDROCARBUROS | Uso de suelo predominante ¹ (mg/kg base seca) | | | Método analítico |
|---------------------------|---|--------------------------|------------|------------------|
| | Agrícola ² | Residencial ³ | Industrial | |
| Ligera | 200 | 200 | 500 | Anexo A.1 |
| Media | 1,200 | 1,200 | 5,000 | Anexo A.2 |
| Pesada | 3,000 | 3,000 | 6,000 | Anexo A.3 |

1. Para usos de suelo mixto, deberá aplicarse la especificación al menor valor de los usos de suelo involucrados.

2. Agrícola incluye suelo forestal, recreativo, y de conservación.

3. Industrial incluye comercial.

Tabla 3.- Límites máximos permisibles para hidrocarburos específicos en suelo

| Hidrocarburos específicos | Uso de suelo predominante ¹ (mg/kg base seca) | | | Método analítico |
|--------------------------------------|---|--------------------------|------------|------------------|
| | Agrícola ² | Residencial ³ | Industrial | |
| Benceno | 6 | 6 | 15 | Anexo A.4 |
| Tolueno | 40 | 40 | 100 | Anexo A.4 |
| Etilbenceno | 10 | 10 | 25 | Anexo A.4 |
| Xilenos (suma de isómeros) | 40 | 40 | 100 | Anexo A.4 |
| Benzo[a]pireno ⁴ | 2 | 2 | 10 | Anexo A.5 |
| Dibenzo[a,h]antraceno ⁴ | 2 | 2 | 10 | Anexo A.5 |
| Benzo[a]antraceno ⁴ | 2 | 2 | 10 | Anexo A.5 |
| Benzo[b]fluoranteno ⁴ | 2 | 2 | 10 | Anexo A.5 |
| Benzo[k]fluoranteno ⁴ | 8 | 8 | 80 | Anexo A.5 |
| Indeno (1,2,3-cd)pireno ⁴ | 2 | 2 | 10 | Anexo A.5 |

1. Para usos de suelo mixto, deberá aplicarse la especificación al menor valor de los usos de suelo involucrados.

2. Agrícola incluye suelo forestal, recreativo y de conservación.

3. Industrial incluye comercial.

4. La determinación de hidrocarburos aromáticos polinucleares deberá realizarse únicamente en los casos que se pretende demostrar que se está cumpliendo con los límites máximos permisibles.

7. Especificaciones para la caracterización

Para la caracterización del sitio se debe recabar información que sirva de base para conocer la dimensión de la afectación.

En caso de derrames o fugas, la caracterización se debe realizar después de haber tomado las medidas de urgente aplicación.

La caracterización del sitio debe contener como mínimo los siguientes elementos:

- Descripción del sitio y de la afectación
- Estrategia de muestreo
- Plan de muestreo
- Informe

7.1 Descripción del sitio y de la afectación

7.1.1 Se debe localizar con coordenadas geográficas UTM la zona de afectación en un plano a escala que permita su ubicación a nivel regional y local.

7.1.2 Se deben determinar las características del sitio que permitan evaluar la distribución del contaminante y del grado de afectación e indicar el uso de suelo y la topografía del mismo.

7.1.3 Cuando se trate de un derrame reciente el responsable de la contaminación debe indicar la cantidad aproximada y el tipo de contaminantes derramados.

7.1.4 Cuando se trate de un pasivo ambiental se debe realizar una recopilación de los antecedentes históricos sobre las actividades y sucesos que originaron la contaminación.

7.1.5 La caracterización debe incluir un plan de muestreo que se debe realizar conforme a lo establecido en numeral 7.3.

7.2 Estrategia de muestreo

Para ayudar a la comprensión de los numerales de este apartado, se incluye el Anexo B.

7.2.1 Se podrá aplicar una estrategia de muestreo por métodos dirigidos o estadísticos, siempre y cuando los resultados permitan delimitar la distribución horizontal y vertical de los contaminantes en el suelo, de conformidad con los límites establecidos en las tablas 2 y 3 de la presente Norma.

7.2.2 Cuando se aplique el muestreo dirigido se deben tomar como mínimo el número de puntos de muestreo en superficie establecidos en la tabla 4.

7.2.3 Cuando el muestreo dirigido no permita delimitar la distribución horizontal y vertical de la zona afectada, ni el tipo de contaminantes y su concentración, se debe realizar una estrategia de muestreo considerando métodos estadísticos.

7.2.4 La selección de los puntos de muestreo debe considerar las características del sitio.

Tabla 4.- Mínimos de puntos de muestreo de acuerdo con el área contaminada

| AREA CONTAMINADA (ha) | PUNTOS DE MUESTREO |
|----------------------------------|-------------------------------|
| HASTA 0.1 | 4 |
| 0.2 | 8 |
| 0.3 | 12 |
| 0.4 | 14 |
| 0.5 | 15 |
| 0.6 | 16 |
| 0.7 | 17 |
| 0.8 | 18 |
| 0.9 | 19 |
| 1.0 | 20 |
| 2.0 | 25 |

| | |
|-------|----|
| 3.0 | 27 |
| 4.0 | 30 |
| 5.0 | 33 |
| 10.0 | 38 |
| 15.0 | 40 |
| 20.0 | 45 |
| 30.0 | 50 |
| 40.0 | 53 |
| 50.0 | 55 |
| 100.0 | 60 |

7.3 Plan de muestreo

7.3.1 El responsable del muestreo debe integrar un Plan de Muestreo, en el que:

- Se establezcan y definan las responsabilidades del personal involucrado en cada procedimiento.
- Se sustente la ubicación y el número de los puntos de muestreo, la profundidad y el volumen de las muestras.
- Se describa la técnica de muestreo, el equipo de muestreo y las medidas de seguridad.
- Se establezcan las medidas de aseguramiento de calidad del muestreo incluyendo la cadena de custodia.
- Se especifiquen los recipientes, la preservación y el transporte de la muestra.

7.4 Especificaciones técnicas para llevar a cabo el muestreo

7.4.1 Para la toma de muestras se debe apegar al Plan de muestreo elaborado, las desviaciones al mismo se deben justificar y documentar.

7.4.2 Las muestras a tomar en un suelo contaminado siempre serán simples (material colectado en un solo punto de muestreo).

7.4.3 En el muestreo estadístico no se puede tomar muestras en los mismos puntos que los utilizados en el muestreo dirigido.

7.4.4 Evitar el uso de fluidos de perforación y la utilización de equipos y recipientes para las muestras que ocasione la pérdida de hidrocarburos volátiles y la contaminación cruzada.

7.4.5 Durante la perforación para la obtención de muestras de suelo no se debe ocasionar la contaminación de acuíferos.

7.4.6 Como un procedimiento de aseguramiento de calidad, se tomará y analizará una muestra duplicada por cada diez muestras tomadas.

- i. En los casos en que se sospeche la presencia de hidrocarburos ajenos al problema de contaminación que se esté evaluando, se podrán tomar muestras que sirvan para establecer niveles de fondo.
- ii. Cuando se pueda recuperar una muestra del producto contaminante en fase libre, debe entregarse al laboratorio junto con las muestras de suelo para calibrar el equipo de análisis y facilitar la identificación del tipo de hidrocarburo presente.

7.5 Especificaciones sobre la integridad, identificación y manejo de las muestras

7.5.1 Para seleccionar el recipiente apropiado deben observarse las especificaciones contenidas en la tabla 5 de esta Norma Oficial Mexicana.

7.5.2 Los recipientes deben ser nuevos o libres de contaminantes.

7.5.3 Cuando se requiera analizar hidrocarburos de fracción ligera y BTEX la muestra se debe tomar en recipientes independientes del resto de las fracciones.

Tabla 5.- Recipientes para las muestras, temperaturas de preservación y tiempo máximo de conservación por tipo de parámetro

| Parámetro | Tipo de recipiente | Temperatura de preservación | Tiempo máximo de conservación |
|----------------------------------|--|------------------------------------|--------------------------------------|
| Hidrocarburos Fracción Ligera | Frasco de vidrio boca ancha, con tapa y sello de teflón (Cartucho con sello que asegure la representatividad de las muestras hasta su análisis) | 4°C | 14 días |
| BTEX | | 4°C | 7 días |
| Hidrocarburos Fracción Media | Frasco de vidrio boca ancha, con tapa y sello de teflón (Cartucho con sello que asegure la representatividad de las muestras hasta su análisis) | 4°C | 14 días |
| Hidrocarburos Fracción Pesada | | 4°C | 14 días |
| HAP | | 4°C | 14 días |

1 /El tiempo máximo de conservación se refiere al lapso que no deberá ser excedido desde que se toma la muestra hasta que se realiza la extracción del analito de interés.

7.5.4 Cada muestra deberá ser sellada y etiquetada inmediatamente después de ser tomada y debe ser entregada para su análisis a un laboratorio de pruebas acreditado.

7.5.4.1 No se deben analizar muestras cuyos sellos han sido violados.

7.5.4.2 Todos los sellos deben contar con el número o clave única de la muestra.

7.5.4.3 Todas las etiquetas deben contar con la siguiente información como mínimo: nombre de la persona que tomó la muestra, fecha y hora de muestreo, nombre de la empresa, lugar del muestreo, y número o clave única misma que la del sello.

7.6 El informe de la caracterización debe contener como mínimo lo establecido en todos los numerales de este capítulo, así como los resultados de los análisis realizados, los métodos utilizados, la interpretación de los resultados, y se debe anexar la cadena de custodia correspondiente.

8. Especificaciones ambientales para la remediación.

8.1 En el caso de que la concentración de hidrocarburos en todas las muestras de suelo analizadas sean iguales o menores a los límites máximos permisibles de contaminación establecidos en las tablas 2 y 3 del capítulo 6 de esta Norma Oficial Mexicana, no serán necesarios los trabajos de remediación.

8.2 Todo aquel suelo que presente concentraciones de hidrocarburos por arriba de los límites máximos permisibles de contaminación establecidos en las tablas 2 y 3 del capítulo 6 de esta Norma Oficial Mexicana, deben ser restaurados hasta cumplir con el numeral 8.1.

8.3 En caso de pasivos ambientales y otros casos justificables se podrán determinar acciones de remediación específicas al sitio con base en estudios de evaluación de riesgo al ambiente y a la salud conforme lo establecido en la legislación vigente.

8.3.1 La evaluación de riesgo al ambiente y a la salud, tendrá como finalidad establecer cualquiera de las siguientes opciones específicas al sitio:

- a) acciones de remediación con base en niveles específicos,
- b) acciones de remediación para disminuir los riesgos y la exposición a los contaminantes,
- c) acciones de monitoreo.

8.3.2 El riesgo al ambiente se evaluará como mínimo con base en la determinación de la dispersión de los contaminantes, la determinación de la capacidad de retención de los contaminantes en el suelo y la exposición y la toxicidad de los contaminantes a los organismos blanco residentes en el sitio.

8.3.3 En el caso de que en el sitio existan especies vegetales o animales bajo protección de la legislación ambiental vigente, la evaluación del riesgo al ambiente se realizará con base en un estudio ecotoxicológico a dichas especies.

8.3.4 El estudio de evaluación de riesgo a la salud humana se hará con base a una metodología aceptada por la autoridad competente.

8.4 Durante la remediación se deberá tomar en cuenta lo siguiente:

8.4.1 Se debe evitar la transferencia de contaminantes al suelo limpio, al aire y al agua.

8.4.2 No se deben generar mayores alteraciones ambientales que las producidas por el suceso que provocó la contaminación.

8.4.3 No se debe diluir el suelo contaminado, entendiendo por ello la mezcla de suelo contaminado con suelo limpio o menos contaminado, cuando por esta acción directa se pretenda lograr concentraciones de hidrocarburos por debajo de los límites establecidos en esta Norma.

8.4.4 Sólo se permite la adición de materia orgánica como co-sustrato cuando ésta sea parte de la técnica de remediación.

8.4.5 Sólo se permite el uso de formulaciones químicas, o de microorganismos que no alteren en detrimento las características y propiedades del ecosistema.

8.4.6 No se deben utilizar microorganismos modificados a través de manipulación genética.

8.4.7 Cuando la técnica de remediación utilizada modifique el pH del suelo, se debe garantizar al final de la remediación que éste sea similar al de la zona aledaña.

8.4.8 Los lixiviados generados durante el tratamiento del suelo contaminado deberán manejarse conforme a la legislación vigente.

8.4.9 Cuando las actividades de limpieza impliquen la construcción de obra civil o hidráulica adicional a la existente se deberá cumplir con la normatividad en materia de impacto ambiental.

8.5 En el caso de que los niveles de fondo de hidrocarburos sea mayor a los límites máximos permisibles de contaminación establecidos en las tablas dos y tres del capítulo 6 de esta Norma Oficial Mexicana, los trabajos de remediación serán realizados hasta alcanzar los niveles de fondo.

9. Evaluación de la conformidad

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

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

9.2 Durante la visita de evaluación, la UV o la autoridad competente comprobarán que se mantiene el cumplimiento de las disposiciones de la presente Norma:

9.2.1 La Secretaría reconocerá las determinaciones analíticas que hayan sido muestreadas y analizadas por un laboratorio acreditado conforme a las disposiciones legales aplicables, y de acuerdo a los métodos establecidos en los anexos A.1 a A.6 de la presente Norma.

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

Esta Norma no coincide con ninguna Norma Internacional por no existir Norma Internacional sobre el tema que integre las disposiciones técnicas y de procedimientos que se establecen en la presente Norma. Sin embargo, ésta se elaboró con base en métodos analíticos y fundamentos técnicos y científicos reconocidos internacionalmente.

11. Bibliografía

Australian National Environment Protection Council. Guideline on the investigation levels for soil and Groundwater. Australia, 1999.

Canadian Council of Ministers of the Environment. Canada-wide standards for petroleum hydrocarbons (PHCs) in soil. April, May 2001. Winnipeg, Canada.

Environmental Protection Division of the Prince Edward Island Department of Technology and Environment. Petroleum Contaminated Site Remediation Guideline. Canada, 1999.

Environmental Research Advisory Council of the Canadian Association of Petroleum. Environmentally acceptable endpoints for residual petroleum hydrocarbons in soil. Canada, January 2001.

Grupo de Trabajo para establecer Criterios sobre Hidrocarburos Totales del Petróleo. Análisis de Hidrocarburos del Petróleo en el Medio Ambiente (Volumen 1) Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1998.

Grupo de Trabajo para establecer Criterios sobre Hidrocarburos Totales del Petróleo. Evaluación de Riesgo a la Salud de Sitios Liberados de Petróleo: Implementación de los Acercamientos del Grupo de Trabajo (Volumen 5) Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1997.

Grupo de Trabajo para establecer Criterios sobre Hidrocarburos Totales del Petróleo. Selección de fracciones representativas de HTP basada en consideraciones de transporte y destino. (Volumen 3) Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1997.

Grupo de Trabajo PROFEPA-SEMARNAT Procedimiento para Atención de Emergencias Ambientales, Asociadas con Sustancias Químicas, Caracterización y Restauración de Suelos, Documento Interno. México, mayo de 2002.

La Agencia de Protección Ambiental (USEPA). Lineamientos Finales para la Evaluación de Exposiciones. FR 57 (104) 22888-22938. 1992.

La Agencia de Protección Ambiental (USEPA). Metas Preliminares para la Región IX (PRGs). 2004. <http://www.epa.gov/region09/waste/sfund/prg>.

La Agencia de Protección Ambiental (USEPA). Remediaciones Supuestas. Caracterización del Sitio y Selección de Tecnologías para Sitios Contaminados con Componentes Orgánicos Volátiles en Suelos. Referencias Rápidas. Oficina de Emergencias y División de Control 5203G de Respuestas de Remediación en Sitios Peligrosos.

Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, 17a. Edición. Porrúa. México. 1999.

Ley de Aguas Nacionales. Publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 1 de diciembre de 1992.

NMX-AA-052, Protección al Ambiente Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos Municipales-Preparación de Muestras en Laboratorios para su Análisis.

NOM-EM-138-ECOL-2002, Que establece los límites máximos permisibles de contaminación en suelos afectados por hidrocarburos, publicada el 20 de agosto de 2002 en el **Diario Oficial de la Federación**.

Norma de Calidad Ambiental del Recurso Suelo y Criterios de Remediación para Suelos Contaminados. Ecuador, 2003.

NYC Department of Environmental Conservation, Division of Environmental Conservation Remediation. Spill technology and remediation series. August 1992.

Reglamento a la Ley General de Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en Materia de Residuos Peligrosos. Publicado en el **Diario Oficial de la Federación** el 25 de noviembre de 1998. México, 1998.

Reglamento de la Ley de Aguas Nacionales. Publicado en el **Diario Oficial de la Federación** el 12 de enero de 1994. México, 1994.

Saval, Susana. Remediación y restauración. En: Pemex Ambiente y Energía, Los Retos del Futuro, UNAM-Petróleos Mexicanos, México, 1995. Págs.151-189.

Saval, Susana. La Biorremediación como alternativa para la limpieza de sitios contaminados con hidrocarburos. En Memorias del Seminario Internacional sobre Restauración de Sitios Contaminados, Instituto Nacional de Ecología, México, 26 al 29 de mayo, México. 1997. Págs. 141-147.

Saval, Susana. Exitos y fracasos de la remediación de suelos. En: Conservación y Restauración de Suelos, UNAM, PUMA, SEMARNAP, Editores: Christina Siebe *et al.*, México, 1999. Págs. 511-526.

Seoanez Calvo, Mariano *et al.* Contaminación del suelo: estudios, tratamiento y gestión. 1996. Editorial Mundi-Prensa, Barcelona.

Seoanez Calvo, Mariano. El gran diccionario del medio ambiente y la contaminación. Mundi-Reusa/Coediciones. México, 1997.

Total Petroleum Hydrocarbon Criteria Working Group. Development of Fraction Specific Reference Doses (RfDs) and Reference Concentrations (RfDs) for Total Petroleum Hydrocarbons (Volume 4). Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1998. Grupo de Trabajo para establecer Criterios para el consumo máximo de varias fracciones de hidrocarburos que no hace daño a la salud humana (RfD) y la inhalación máximo del hidrocarburos que no dañará la salud humana. (Volumen 4) Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1998.

Total Petroleum Hydrocarbon Criteria Working Group. Composition of Petroleum Mixtures (Volume 2). Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1998. Grupo de Trabajo para establecer Criterios sobre Hidrocarburos Totales del Petróleo. La composición de mezclas de hidrocarburos de petróleos (Volumen 2). Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1998.

Total Petroleum Hydrocarbon Criteria Working Group. Human Health Risk-based Evaluation of Petroleum Release Sites: Implementing The Working Group Approach (Volume 5). Amherst Scientific Publishers. Amherst, Massachusetts. 1997.

12. Observancia

La vigilancia del cumplimiento de la presente Norma Oficial Mexicana corresponde a la Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales por conducto de la Procuraduría Federal de Protección al Ambiente, cuyo personal realizará los trabajos de inspección y vigilancia que sean necesarios. Las violaciones a la misma se sancionarán en los términos establecidos en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente y demás disposiciones legales aplicables.

TRANSITORIO

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

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

México, Distrito Federal, a los seis días del mes de enero de dos mil cinco.- 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.- El Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario, **Ernesto Enríquez Rubio**.- Rúbrica.

ANEXO A. METODOS ANALITICOS PARA LA DETERMINACION DE HIDROCARBUROS EN SUELOS

En este Anexo se presentan los resúmenes de los métodos analíticos que se deben utilizar para evaluar las concentraciones de los hidrocarburos presentes en los suelos a los cuales se les va a evaluar su conformidad con esta NOM.

Como se observa, no se presentan los métodos completos sino sus principales elementos para obtener resultados confiables y reproducibles, es fundamental que los laboratorios de ensayo que apliquen estos métodos utilicen las referencias bibliográficas como base para establecer sus propios protocolos de trabajo, los cuales deben cumplir con las especificaciones de este Anexo y con todas las especificaciones de control de calidad y de desempeño de los métodos de referencia.

Las muestras deben ser perfectamente homogeneizadas y cribadas con un tamiz de ± 1.0 mm en campo, lo anterior evitando en lo posible la pérdida de los compuestos volátiles antes de su envase final y transporte al laboratorio.

A.1 DETERMINACION DE HIDROCARBUROS DE FRACCION LIGERA

1.1 Método analítico

El análisis de hidrocarburos de fracción ligera deberá cubrir pesos moleculares entre C5 y C10 y puntos de ebullición entre 60°C y 170°C, que en su mayoría corresponden a sustancias volátiles.

El método de referencia es el EPA 8015B 1996 o versiones posteriores, para Hidrocarburos Rango Gasolina (GRO) modificado con el método de la Ref 2.

La determinación cuantitativa se deberá realizar con un cromatógrafo de gases con columna capilar no polar y detector de ionización de flama o detector selectivo de masas en modo TIC. Como resultado se obtiene un perfil de picos cuya separación está en función de los pesos moleculares de los hidrocarburos presentes.

1.2 Preparación de la muestra

Para el análisis es necesario extraer previamente los hidrocarburos que están presentes en la muestra de suelo homogeneizada y cribada. Debe utilizarse un sistema de Purga y Trampa, el cual está acoplado al cromatógrafo de gases con la finalidad de introducir los hidrocarburos directamente a la columna de separación, inmediatamente después de haber sido purgados del suelo y concentrados en una trampa especial, con lo cual se reduce la manipulación de la muestra y los tiempos entre la extracción y el propio análisis.

La técnica de Purga y Trampa consiste en hacer pasar una corriente de gas inerte a temperatura ambiente, a través de la muestra suspendida en agua reactivo y calentada a 40°C. Los hidrocarburos ligeros se desorben del suelo, pasan a la fase gaseosa y son entonces captados por un material adsorbente en la trampa del equipo. Posteriormente, este material se calienta y se le hace pasar a contracorriente, un gas inerte que desorbe los hidrocarburos, arrastrándolos hacia la columna del cromatógrafo.

1.3 Calibración

De acuerdo al numeral 7.4.6 de la Norma, cuando exista producto libre, éste deberá entregarse junto con la muestra para calibrar el equipo y cuantificar la cantidad de producto derramado.

Para la calibración del equipo se deberá utilizar una mezcla estandarizada de compuestos puros que simulan una gasolina. Se deberán cumplir los requisitos de calidad para métodos analíticos establecidos por la normatividad correspondiente.

| SOLUCION PATRON DE CALIBRACION DE HIDROCARBUROS FRACCION LIGERA (en metanol) | |
|---|-------------------------------|
| Compuesto | Concentración mg/L |
| pentano | 100 |
| 2 metilpentano | 100 |
| MTBE | 100 |
| 2,2,4 trimetilpentano | 100 |
| benceno | 100 |
| tolueno | 100 |
| n-nonano | 100 |
| n-decano | 100 |
| etilbenceno | 100 |
| m,p,o-xilenos | 100 |
| 1,2,4 trimetilbenceno | 100 |
| n-butilciclohexano | 100 |
| naftaleno | 100 |

| | |
|-------|-------|
| Total | 1,300 |
|-------|-------|

La curva de calibración debe iniciar al menos en 10 mg/kg y hasta el rango lineal del equipo utilizado.

1.4 Cuantificación

La cuantificación deberá realizarse por la suma de áreas de todos los picos que conforman el perfil dentro del intervalo de C5 (pentano) a C10 (naftaleno), a partir de la línea base y no con el método de valle-valle.

1.5 Reporte de resultados

Se deberá reportar la concentración de hidrocarburos de fracción ligera en mg/kg base seca, por lo cual será necesario determinar también la humedad de la muestra conforme al método del Anexo A.6 de esta Norma.

1.6 Referencias

1. Evaluation of Proposed Analytical Methods to Determine Total Petroleum Hydrocarbons in Soil and Groundwater prepared by Midwest Research Institute for USEPA Office of Underground Storage Tanks, August 14, 1990.
2. Procedures for the laboratory analysis of hydrocarbon samples in terms of carbon fractions, August 4, 2000 submitted to Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México, D.F. Prepared by Advanced Infrastructure Management Technologies Oak Ridge, Tennessee 37831-7606, managed by Lockheed Martin Energy Systems, Inc. for the U.S. Department of Energy under contract No. DE-AC05-84OR-21400.
3. EPA 5030 B (1996). Purge and Trap for Aqueous Samples (Revision 2, December 1996).
4. EPA 5035 (1996). Closed-System Purge-and-Trap and Extraction for Volatile Organics in Soil and Waste Samples (Revision 0, December 1996).
5. EPA 8015 C (2000). Non-Halogenated Organics Using GC/FID (Revision 3, November 2000).
6. Anexo AS-05 Contenido de humedad del suelo de la NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

A.2 DETERMINACION DE HIDROCARBUROS DE FRACCION MEDIA

2.1 Método analítico

El análisis de hidrocarburos de fracción media deberá cubrir pesos moleculares entre C10 y C28 y puntos de ebullición entre 170°C y 430°C.

El método de referencia es el EPA 8015B 1996 para Hidrocarburos Rango Diesel (DRO) o versiones posteriores, modificado con el método de la Referencia 1.

La determinación cuantitativa se deberá realizar con un cromatógrafo de gases con columna capilar no polar y detector de ionización de flama. Como resultado se obtiene un perfil de picos cuya separación está en función de los pesos moleculares de los hidrocarburos presentes.

2.2 Preparación de la muestra

Para el análisis es necesario extraer previamente los hidrocarburos que están presentes en la muestra de suelo homogeneizada y cribada, mediante cualquiera de las técnicas que se enlistan a continuación.

- | | |
|------------|---|
| Soxhlet. | Una muestra de suelo homogeneizada y cribada se mezcla con sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua contenida. Se coloca en un cartucho de celulosa para extraer los hidrocarburos en un equipo tipo Soxhlet. El disolvente puede ser una mezcla de acetona/hexano (1:1), o bien, cloruro de metileno/acetona (1:1). |
| Sonicación | Una muestra de suelo homogeneizada y cribada se mezcla con sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua contenida. Se somete a sonicación en presencia de un disolvente orgánico de una a tres veces, según el contenido de hidrocarburos. El disolvente puede ser una mezcla de acetona/hexano (1:1), o bien, cloruro de metileno/acetona (1:1). El extracto se separa del suelo por filtración al vacío o por centrifugación. |

Los extractos orgánicos se concentran con un concentrador Kuderna Danish a un volumen final entre 1 y 10 ml según la sensibilidad deseada.

2.3 Calibración

De acuerdo al numeral 7.4.6 de la Norma, cuando exista producto libre, éste deberá entregarse junto con la muestra para calibrar el equipo y cuantificar la cantidad de producto derramado.

Para la calibración del equipo se deberá utilizar una mezcla de compuestos puros que simulan un diesel. Se deberán cumplir los requisitos de calidad para métodos analíticos establecidos por la normatividad correspondiente.

| SOLUCION PATRON DE CALIBRACION DE HIDROCARBUROS FRACCION MEDIA (en metanol) | |
|--|----------------------------|
| Compuestos | Concentración, mg/L |
| Decano | 1,000 |
| Dodecano | 1,000 |
| Tetradecano | 1,000 |
| Hexadecano | 1,000 |
| Octadecano | 1,000 |
| Eicosano | 1,000 |
| Docosano | 1,000 |
| Tetracosano | 1,000 |
| Hexacosano | 1,000 |
| Octacosano | 1,000 |
| Total | 10,000 |

La curva de calibración debe iniciar al menos en 10 mg/kg y hasta el rango lineal del equipo utilizado.

2.4 Cuantificación

La cuantificación deberá realizarse por la suma de áreas de todos los picos que conforman el perfil dentro del intervalo de C10 a C28, a partir de la línea base y no con el método de valle-valle.

2.5 Reporte de resultados

Se deberá reportar la concentración de hidrocarburos de fracción media en mg/kg base seca, por lo cual será necesario determinar también la humedad de la muestra conforme al método del Anexo A.6 de esta Norma.

2.6 Referencias

1. "Procedures for the laboratory analysis of hydrocarbon samples in terms of carbon fractions", August 4, 2000 submitted to Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, México, D.F. Prepared by Advanced Infrastructure Management Technologies Oak Ridge, Tennessee 37831-7606, managed by Lockheed Martin Energy Systems, Inc. for the U.S. Department of Energy under contract No. DE-AC05-84OR-21400.
2. "Method for Determination of Extractable Petroleum Hydrocarbons (EPH) in Soil and Water" -Draft- February 28, 1990; prepared for Total Petroleum Hydrocarbons Method Committee by Midwest Research Institute.
3. EPA 3540 C (1996). Soxhlet Extraction (Revision 3, December 1996).
4. EPA 3550 C (2000). Ultrasonic Extraction (Revision 3, December 2000).

5. EPA 8015 C (2000). Non-Halogenated Organics Using GC/FID (Revision 3, November 2000).
6. Anexo AS-05 Contenido de humedad del suelo de la NOM-021-RECNAT-2000. Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

A.3 DETERMINACION DE HIDROCARBUROS DE LA FRACCION PESADA

3.1 Método analítico

El análisis de hidrocarburos de la fracción pesada deberá cubrir pesos moleculares mayores a C18.

Los métodos de referencia son el EPA 9071B para la extracción de los HCFP del suelo con n-hexano y su purificación y determinación gravimétrica por el método EPA 1664A.

La determinación cuantitativa se deberá realizar gravimétricamente a partir del extracto con n-hexano de la muestra de suelo cribada y secada con Na₂SO₄ anhidro y procesada con sílica gel estandarizada.

3.2 Preparación de la muestra

Para el análisis es necesario que la muestra de suelo homogeneizada y cribada sea extraída con n-hexano mediante cualquiera de las técnicas que se enlistan a continuación.

Soxhlet. Una muestra de suelo homogeneizada y cribada se mezcla con sulfato de sodio anhidro hasta eliminar el agua contenida. Se coloca en un cartucho de celulosa para extraer los hidrocarburos en un equipo tipo Soxhlet con n-hexano.

Sonicación. Una muestra de suelo homogeneizada y cribada se mezcla con sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua contenida. Se somete a sonicación en presencia del n-hexano de una a tres veces, según el contenido de hidrocarburos. El extracto se separa del suelo por filtración al vacío o por centrifugación.

3.3 Limpieza de la muestra

Un aspecto importante para la confiabilidad de este análisis radica en la limpieza de la muestra, la cual se deberá hacer con gel de sílice en una proporción de 30 gramos por cada gramo de material extraído, según se refiere en el método EPA 1664A.

Además, se debe someter la muestra en su totalidad a un proceso de homogeneización y cribado antes de iniciar el análisis; este paso es necesario para evitar sesgo en la selección de la submuestra que va a ser destinada para las determinaciones analíticas.

3.4 Calibración

Se debe utilizar una balanza analítica calibrada y se debe estandarizar la gel de sílice como se especifica en el método EPA 1664A.

3.5 Reporte del resultado

Se deberá reportar la concentración de hidrocarburos de fracción ligera en mg/kg base seca, por lo cual será necesario determinar también la humedad de la muestra conforme al método del Anexo A.6 de esta Norma.

3.6 Referencias

1. EPA 1664A (2002). n-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated n-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non-Polar Material) by Extraction and Gravimetry (revision A, July 2002).
2. EPA 9071B n-Hexane Extractable Material (HEM) for Sludge, sediment and Solid Samples , SW 846 Rev III A, 1998.
3. EPA 3540 C (1996). Soxhlet Extraction (Revision 3, December 1996).
4. EPA 3550 C (2000). Ultrasonic Extraction (Revision 3, December 2000).

5. Anexo AS-05 Contenido de humedad del suelo de la NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

A.4 DETERMINACION DE BENCENO, TOLUENO, ETILBENCENO Y XILENOS (SUMA DE ISOMEROS)

4.1 Método analítico

La determinación cuantitativa de benceno, tolueno, etilbenceno y xilenos (como la suma de los isómeros *orto-*, *meta-* y *para-*) se debe realizar en un equipo de cromatografía de gases con columnas capilares adecuadas. Pueden utilizarse cualquiera de los siguientes sistemas de detección: espectrometría de masas, o detectores de fotoionización y conductividad electrolítica colocados en serie o si no están en serie, el análisis con doble columna de polaridad diferente en forma simultánea, para la cuantificación y confirmación de los analitos de interés.

El método de referencia es el EPA 8260B 1996 o versiones posteriores para Compuestos Orgánicos Volátiles por HRGC/MSD y Purga y Trampa o el EPA 8021B 1996 o versiones posteriores para Compuestos Volátiles Aromáticos y Halogenados por Cromatografía de Gases usando Detectores de Fotoionización y Conductividad Electrolítica y Concentrador de Purga y Trampa.

4.2 Preparación de la muestra

Para el análisis es necesario extraer previamente los BTEXs que están presentes en la muestra de suelo homogeneizada y cribada. Debe utilizarse un sistema de Purga y Trampa, el cual esta acoplado al cromatógrafo de gases/espectrómetro de masas con la finalidad de introducir los hidrocarburos directamente a la columna de separación, inmediatamente después de haber sido purgados del suelo y concentrados en una trampa especial, con lo cual se reduce la manipulación de la muestra y los tiempos entre la extracción y el propio análisis.

La técnica de Purga y Trampa consiste en hacer pasar una corriente de gas inerte a temperatura ambiente, a través de la muestra suspendida en agua reactivo y calentada a 40°C. Los hidrocarburos ligeros se desorben del suelo, pasan a la fase gaseosa y son entonces captados por un material adsorbente en la trampa del equipo. Posteriormente, este material se calienta y se le hace pasar a contracorriente, un gas inerte que desorbe los hidrocarburos, arrastrándolos hacia la columna del cromatógrafo donde son separados y transferidos al espectrómetro de masas donde son identificados y cuantificados.

4.3 Calibración

Para la calibración del equipo se deberán utilizar: benceno, tolueno, etilbenceno y xilenos (isómeros *orto-*, *meta* y *para-*) puros certificados o una mezcla de materiales de referencia con certificado de análisis. Se deberán cumplir con los requisitos de calidad para métodos analíticos establecidos por la normatividad correspondiente.

La curva de calibración debe iniciar para cada compuesto en una concentración 10 veces menor al límite máximo permisible más bajo de la NOM-138-SEMARNAT-2003 y hasta el rango lineal de trabajo del método.

4.4 Cuantificación

No se debe utilizar el TIC para cuantificar, la cuantificación deberá realizarse considerando la técnica de Perfil de Extracto de Iones con el área bajo la curva del ión principal de cada compuesto a partir de la línea base.

Se deberá confirmar la identidad de cada compuesto por medio de la comparación del espectro de masas con la biblioteca de espectros del equipo.

4.5 Reporte de resultados

Se deberá reportar la concentración de los hidrocarburos de manera individual, benceno, tolueno, etilbenceno y xilenos (suma de isómeros), en mg/kg base seca, por lo cual será necesario determinar también la humedad de la muestra conforme al método del Anexo A.6 de esta Norma.

Se deberán anexar los TIC de cada uno de los BTEX identificados comparados con la biblioteca de espectros del equipo.

4.6 Referencias

1. EPA 5035 (1996). Closed-System Purge-and-Trap and Extraction for Volatile Organics in Soil and Waste Samples (Revision 0, December 1996).
2. EPA 8260 B (1996). Volatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) (Revision 2, December 1996).
3. Anexo AS-05 Contenido de humedad del suelo de la NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

A.5 DETERMINACION DE HIDROCARBUROS POLIAROMATICOS (HPAs)

5.1 Método analítico

Los métodos de referencia son el EPA 8310 1986 o el EPA 8270C 1996 o versiones posteriores, para Hidrocarburos Poliaromáticos modificados con el de la Referencia 1.

La determinación cuantitativa de hidrocarburos poliaromáticos se debe realizar en un cromatógrafo de líquidos de alta resolución con detector de DAD acoplado con un detector de fluorescencia (EPA 8310 1986) o por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (EPA 8270C 1996).

Cuando existan interferencias que no permitan identificar o cuantificar los HPAs por Cromatografía de Líquidos, se deberá utilizar Espectrometría de Masas para la identificación y cuantificación, los límites de detección aumentarán dependiendo de las interferencias, por lo que deberán estimarse e informarse en el reporte de resultados o aplicar un método de limpieza adecuado al extracto obtenido y analizar ya sea por Cromatografía de Líquidos o por espectrometría de masas.

Con estos métodos se pueden identificar y cuantificar 16 HPAs diferentes, aunque los importantes para efectos de aplicación de esta Norma son: benzo(a)pireno, dibenzo(a,h)antraceno, benzo(a)antraceno, benzo(b)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno e indeno(1,2,3-cd)pireno.

5.2 Preparación de la muestra

Para el análisis es necesario extraer previamente los hidrocarburos que están presentes en la muestra de suelo homogeneizada y cribada, mediante cualquiera de las técnicas que se enlistan a continuación.

Soxhlet. Una muestra de suelo homogeneizada y cribada se mezcla con sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua contenida. Se coloca en un cartucho de celulosa para extraer los hidrocarburos en un equipo tipo Soxhlet. El disolvente puede ser una mezcla de acetona/hexano (1:1), o bien, cloruro de metileno/acetona (1:1) (v/v).

Sonicación. Una muestra de suelo homogeneizada y cribada se mezcla con sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua contenida. Se somete a sonicación en presencia de un disolvente orgánico de una a tres veces, según el contenido de hidrocarburos. El disolvente puede ser una mezcla de acetona/hexano (1:1) (v/v), o bien, cloruro de metileno/acetona (1:1). El extracto se separa del suelo por filtración al vacío o por centrifugación.

En cualquiera de los dos casos, se puede requerir una limpieza para eliminar interferencias.

5.3 Calibración

Para la calibración del equipo se deberá utilizar al menos los siguientes compuestos puros certificados o una mezcla de materiales de referencia certificados: benzo(a)pireno, dibenzo(a,h)antraceno, benzo(a)antraceno, benzo(b)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno e indeno(1,2,3-cd)pireno. Se deberán cumplir los requisitos de calidad para métodos analíticos establecidos por la normatividad correspondiente.

En el caso de Cromatografía de Líquidos, se deben programar los detectores para tener las siguientes longitudes de onda de cuantificación en el detector de fluorescencia a los tiempos de retención de cada uno de los compuestos, el detector de DAD debe programarse de 200 a 350 nm con objeto de obtener los espectros UV que ayudarán a identificar los picos de los HPAs detectados y utilizar 270 nm para cuantificar los tres primeros HPAs.

| Compuesto | Longitud de Onda UV | Longitud de Onda de Excitación (nm) | Longitud de Onda de Emisión (nm) |
|---------------------------|---------------------|-------------------------------------|----------------------------------|
| Pireno | | 237 | 385 |
| Benzo(a)antraceno | | 277 | 376 |
| Benzo(b)fluoranteno | | 255 | 420 |
| Benzo(k)fluoranteno | | 255 | 420 |
| Benzo(a)pireno | | 255 | 420 |
| Dibenzo(a,h) antraceno | | 300 | 415 |
| Indeno(1,2,3-c ,d) pireno | | 250 | 495 |

La curva de calibración debe iniciar para cada compuesto en una concentración 10 veces menor al límite máximo permisible más bajo de la NOM-138-SEMARNAT-2003 y hasta el rango lineal de trabajo del método.

5.4 Cuantificación

Se deberá considerar el área bajo la curva de cada compuesto a partir de la línea base con la señal de la longitud de onda especificada en la tabla anterior.

En el caso de Espectrometría de Masas, no se debe utilizar el TIC para cuantificar, la cuantificación deberá realizarse considerando la técnica de Perfil de Extracto de Iones con el área bajo la curva del ión principal de cada compuesto a partir de la línea base y se deberá confirmar la identidad de cada compuesto por medio de la comparación del espectro de masas con la biblioteca de espectros del equipo.

5.5 Reporte de resultados

Se deberá reportar la concentración de benzo(a)pireno, dibenzo(a,h)antraceno, benzo(a)antraceno, benzo(b)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno e indeno(1,2,3-cd)pireno en mg/kg base seca, por lo cual será necesario determinar también la humedad de la muestra conforme al método del Anexo A.6 de esta Norma.

5.6 Referencias

1. Handbook for the HPLC Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, Agilent Technologies, HP Part No. 01050-90300.
2. EPA 3540 C (1996). Soxhlet Extraction (Revision 3, December, 1996).
3. EPA 3550 C (2000). Ultrasonic Extraction (Revision 3, December, 2000).

4. EPA 8270 D (1998). Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS) (Revision 4, January 1998).
5. EPA 8310 (1986). Polynuclear Aromatic Hydrocarbons (Revision 0, September 1986).
6. Anexo AS-05 de la NOM-021-RECNAT-2000. Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

A.6 CONTENIDO DE HUMEDAD DEL SUELO

6.1 Método analítico

El método de referencia es el Anexo AS-05 de la NOM-021-RECNAT-2000.

El método se basa en la determinación de la cantidad de agua expresada en gramos que contiene una muestra de suelo. Esta masa de agua se referencia de la masa de suelo seco de la muestra. La determinación de la masa de agua se realiza por la diferencia en peso entre la masa de suelo húmedo y la masa de suelo seco. Se considera como suelo seco aquel secado a la estufa a 105°C hasta obtener un peso constante.

En muestras de suelos con hidrocarburos de la fracción ligera y media, el secado a 105°C puede producir pérdida de masa de dichos hidrocarburos volátiles. Sin embargo, bajo este método, esto es inevitable.

6.2 Preparación de la muestra

Se coloca la muestra en un recipiente de aluminio tarado y se pesa, posteriormente, si la muestra presenta indicios de contener hidrocarburos volátiles que pudieran presentar un riesgo de explosión al colocar la muestra en la estufa, se debe dejar la muestra al menos 12 horas a temperatura ambiente para que se evaporen estos compuestos volátiles, para después ser secada en la estufa, en caso contrario, los recipientes de aluminio con la muestra homogeneizada y cribada se introducen inmediatamente en la estufa durante ocho horas como mínimo a una temperatura de 105°C posteriormente se registra el peso y se vuelven a introducir los recipientes hasta que se logre un peso constante en las muestras.

6.3 Calibración

Se debe utilizar una balanza calibrada.

6.4 Cuantificación

Se deben tener las muestras a peso constante antes de su cuantificación final, el resultado se debe calcular con el promedio de las dos últimas muestras que se leyeron para obtener el peso constante.

6.5 Reporte de resultados

El resultado se debe expresar en % con tres cifras significativas.

6.6 Referencias

Anexo AS-05 Contenido de humedad del suelo de la NOM-021-RECNAT-2000, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos.

ANEXO B Estrategia General de Muestreo

