

# Guía Técnica de Orientación para la Planeación y Realización de Muestreos Finales Comprobatorios



**GOBIERNO  
FEDERAL**

**SEMARNAT**



[www.semarnat.gob.mx](http://www.semarnat.gob.mx)

Protegiendo al medio ambiente construimos los cimientos de un México próspero para ti y tu familia



**Vivir Mejor**

# **Guía Técnica de Orientación para la Planeación y Realización de Muestreos Finales Comprobatorios**

D.R. © Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales  
Blvd. Adolfo Ruiz Cortines 4209, Col. Jardines en la Montaña  
Dirección General de Gestión Integral de Materiales y Actividades Riesgosas.

C.P. 14210, Delegación Tlalpan, México, D. F.  
Primera edición 2012

ISBN: 978-607-8246-05-2

Impreso y hecho en México.



Elaborado con aportaciones de la Agencia de Cooperación Internacional Alemana (GIZ)  
Agradecemos al Dr. W. Schmidt (Asesor GIZ Componente Sitios Contaminados y  
Residuos Peligrosos) por el apoyo brindado a la elaboración de este documento.  
Contenido: M. en C. María Rocha Jiménez, Dr. Ing. Ulises Ruíz Saucedo

# PRÓLOGO

Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales  
Subsecretaría de Gestión para la Protección Ambiental  
Dirección General de Gestión Integral de Materiales y Actividades Riesgosas

La remediación de sitios contaminados es una actividad enmarcada dentro de la protección ambiental en México que permite a la sociedad ver de manera tangible cómo es posible realizar acciones concretas de remediación atendiendo a las demandas de la sociedad para reducir los riesgos a la salud y al ambiente.

El tema de la remediación de los sitios contaminados fue recientemente integrado dentro del Programa Sectorial de Medio Ambiente y Recursos Naturales en la denominada agenda gris de la SEMARNAT y el gobierno federal. Desde ese momento la SEMARNAT asume proactivamente su rol rector en esta materia.

El Reglamento de la Ley General de Prevención y Gestión Integral de Residuos (LGPGIR) considera en su artículo 150 la ejecución de un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) como parte fundamental en el control del proceso de remediación de un sitio contaminado.

Esto último con la finalidad de comprobar que se han alcanzado las concentraciones, los niveles, los límites o los parámetros señalados en las normas oficiales mexicanas aplicables o los niveles de remediación determinados con base en la evaluación del estudio de riesgo ambiental que señale la propuesta de remediación, según sea el caso. Mediante la determinación cuantitativa de los contaminantes al final de la remediación se obtiene la información necesaria para valorar si las acciones de remediación implementadas tuvieron éxito o no.

De ahí que el objetivo principal que se establece en esta guía es dar una orientación para planear el Muestreo Final Comprobatorio (MFC), ya que los detalles técnicos de este muestreo no está señalado en las Normas Oficiales Mexicanas ni en el Reglamento de la LGPGIR, así mismo tiene como finalidad homogenizar el contenido de Planes de Muestreo Final Comprobatorio (MFC) y de esa manera disminuir los tiempos de gestión. La guía, comprende recomendaciones para el muestreo de suelo considerando los principales tipos de procesos de tratamiento de suelos contaminados que han estado en tratamiento.

En estos últimos 6 años, esta área de la Subsecretaría para la Protección Ambiental ha mostrado tener un impacto positivo en el medio ambiente y la calidad de vida de la población de los sitios donde se realizan proyectos de remediación. Los proyectos que a partir de 2003 se han iniciado o concluido tienden a resolver de manera permanente problemas ambientales que eran un reclamo de la población por lograr un medio ambiente sano y sustentable. Es de resaltar que la remediación de sitios contaminados en especial de aquellos sitios de grandes dimensiones no es una actividad sencilla o de bajos costos. En la remediación de un sitio se ven envueltos profesionistas de muy distinta índole como lo son entre otros: geólogos, ingenieros, químicos, empresas de ingeniería, prestadores de servicios de remediación, transportistas de residuos peligrosos, empresas constructoras, académicos especialistas en toxicología, por supuesto administradores, personal técnico del gobierno federal.

Sin importar que complicada pueda ser la remediación de un sitio una cosa es muy clara para todos los involucrados; la remediación de un sitio contaminado trae muchos beneficios no solo al medio ambiente, la salud y la calidad de vida de la población sino también a la economía de las áreas urbanas donde se encuentran o a los ecosistemas donde se hallan inmersos ya que al remediar un sitio se recupera el valor económico de dicho sitio y se permite su reutilización. Es por ello que nos es grato contribuir a la mejora de la gestión de la remediación de sitios contaminados a través de documentos que orienten a los responsables a mejorar la calidad de los trabajos, en este caso en particular aquellos trabajos que permiten evaluar si la remediación ha tenido éxito o no.

Para la elaboración de este documento se tomaron en consideración las experiencias que en años recientes se han acumulado en la administración pública federal en el área de remediación de sitios contaminados y opiniones de diversos expertos con respecto los Muestreos Finales Comprobatorios (MFC) y su gestión.

Sin embargo este documento se asume con sus limitantes no como una última y mejor opinión acerca de lo que debe de ser un Muestreo Final Comprobatorio (MFC), sino como un primer paso en un proceso de ordenamiento de conocimientos y experiencias que seguramente podrá y deberá ser mejorado en el futuro.

México D. F., enero de 2012.

## ÍNDICE

<b>PRÓLOGO</b>	<b>3</b>
<b>TABLAS Y FIGURAS</b>	<b>7</b>
<b>ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS</b>	<b>9</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>11</b>
<b>1. OBJETIVOS DEL MUESTREO FINAL COMPROBATORIO (MFC)</b>	<b>17</b>
1.1 COMPONENTES DEL MUESTREO FINAL CONFIRMATORIO (MFC)	17
1.2 ZONA A MUESTREARSE	17
1.3 CONTAMINANTES A EVALUARSE	18
1.4 NIVELES DE LIMPIEZA ESTABLECIDOS EN LA RESOLUCIÓN DEL PROGRAMA DE REMEDIACIÓN DEL SITIO	18
1.5 PARÁMETROS ESTADÍSTICOS A COMPARARSE CON LOS NIVELES DE REMEDIACIÓN	19
1.5.1 CRITERIOS ESTADÍSTICOS APLICABLES	19
1.6 ESPECIFICACIÓN DE TASA DE ERROR ESTADÍSTICO ACEPTABLE	21
1.7 NIVEL E INTERVALO DE CONFIANZA	21
<b>2. PLAN DEL MUESTREO FINAL COMPROBATORIO Y SU ANÁLISIS</b>	<b>23</b>
2.1 MÉTODOS ANALÍTICOS A UTILIZAR	25
2.2 DISEÑO DEL MUESTREO Y PLAN ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS DATOS	25

<b>2.3</b>	<b>PROCEDIMIENTO DE MUESTREO</b>	<b>26</b>
2.3.1	CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN ÁREAS DE EXCAVACIÓN, CUANDO EL SUELO FUE RETIRADO	26
2.3.2	CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN BIOPILAS	28
2.3.3	CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LA LOCALIZACION DE PUNTOS DE MUESTREO EN BIOPILAS	31
2.3.4	CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN BIOPILAS CON CRIBADO MECANICO PREVIO	34
2.3.5	CRITERIOS PARA LA DETERMINACION DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN AREAS CON TRATAMIENTOS IN-SITU	36
2.3.5.1	<i>Diseño de muestreo para zonas de tratamiento in situ en general:</i>	36
2.3.5.2	<i>Diseño de muestreo para zonas de tratamiento por extracción de vapores (polígonos EV):</i>	43
2.3.5.3	<i>Diseño de muestreo para zonas de tratamiento por inyección de aire (polígonos IA).</i>	44
<b>2.4</b>	<b>ASEGURAMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD EN CAMPO Y LABORATORIO</b>	<b>46</b>
<b>3.</b>	<b>TOMA DE DECISIONES</b>	<b>47</b>
<b>4.</b>	<b>GLOSARIO DE TERMINOS</b>	<b>51</b>
<b>5.</b>	<b>REFERENCIAS</b>	<b>55</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>59</b>
	<b>ANEXO 1</b>	<b>61</b>
	<b>ANEXO 2</b>	<b>70</b>

## TABLAS Y FIGURAS

TABLA 1:	TIPOS DE ERRORES.	21
TABLA 2:	EJEMPLO DE DATOS A SOLICITAR POR BIOPILA Y CELDA DE TRATAMIENTO.	30
TABLA 3:	EJEMPLO DE DATOS PARA TODAS LAS CELDAS DE TRATAMIENTO.	30
TABLA 4:	EJEMPLO DE UNIDAD DE MUESTREO A MUESTREAR SEGÚN LA LONGITUD. EN OSCURO SE SEÑALA LA UNIDAD Y EL CUADRANTE A MUESTREAR.	32
TABLA 5:	EJEMPLO DE MUESTREOS FINALES COMPROBATORIOS EN UN MISMO MATERIAL SIN CRIBADO.	33
TABLA 6:	CONDICIONES DE CUMPLIMIENTO EN MFC.	37
TABLA 7:	CONDICIONES Y CONSECUENCIAS EN MFC EN ÁREAS DE TRATAMIENTO IN-SITU.	39
TABLA 8:	EL NÚMERO DE MUESTRAS DE SUELO Y DE PUNTOS DE MUESTREO PARA LOS POLÍGONOS.	42
TABLA 9:	EL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO DE LAS ÁREAS DE EV.	44
TABLA 10:	EL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO DE LAS ÁREAS DE IA.	45
FIGURA 1:	LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN EL AREA DE EXCAVACION REGULAR: FORMA DE CUADRADO.	26
FIGURA 2:	LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN EL AREA DE EXCAVACION REGULAR: FORMA DE RECTANGULO.	27
FIGURA 3:	LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN EL AREA DE EXCAVACION IRREGULAR.	27
FIGURA 4:	FOTOGRAFÍA AÉREA DE LA LOCALIZACIÓN DE UNA CELDA DE TRATAMIENTO.	29
FIGURA 5:	DIAGRAMA DEL AREA DE LOCALIZACIÓN DE UNA CELDA DE TRATAMIENTO.	29
FIGURA 6:	DIAGRAMA DE SECCIONES TRANSVERSALES EN BIOPILAS PARA SU MUESTREO.	31
FIGURA 7:	DESCRIPCIÓN DE LOS FILTROS Y LA TOMA DE DECISIONES.	41
FIGURA 8:	GUÍAS RELEVANTES DE LA EPA SOBRE MUESTREO Y EVALUACIÓN DE SUELOS Y MEDIOS SÓLIDOS.	65
FIGURA 9:	DISTRIBUCIÓN DE DATOS.	67
FIGURA 10:	DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 08.	72
FIGURA 11:	DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 09.	74
FIGURA 12:	DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 10, VERSION $\alpha=0.01$ , $\beta = 0.2$	76
FIGURA 13:	DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 10, VERSION $\alpha=0.05$ , $\beta= 0.2$	78
FIGURA 14:	DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 10, VERSION $\alpha=0.1$ , $\beta= 0.2$	80





## ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

LGPGIR	Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos
MFC	Muestreo Final Comprobatorio
NOM	Norma Oficial Mexicana NOM-138-SEMARNAT/SS-2003 (Hidrocarburos) NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004 (Metales pesados y metaloides) NOM 133 SEMARNAT 1993 (PCB's)
NR	Niveles de Remediación
PM	Punto de Muestreo
PRSC	Programa de Remediación de Sitio Contaminado
SEMARNAT	Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales
UTM	Coordenadas Universal Transversal de Mercator (En inglés Universal Transverse Mercator, UTM)
X	Promedio
t	Valores de la distribución Student
S	Desviación estándar
n	Numero de datos de la población objetivo
UCL	Limite de Confianza Superior
n	es el tamaño de muestra
N	es el tamaño de la población de unidades de muestreo
$S_N$	Es la varianza poblacional
X	Promedio de la varianza poblacional
d	Es la precisión de la media deseada

$Z_{\alpha/2}$	Es el valor del percentil de la distribución de Z de acuerdo al grado de confiabilidad que se desee = 1.645 que corresponde a un nivel de confianza de 95%
Pst	es la proporción estimada a partir de los resultados de muestreo
Spst	es su correspondiente desviación estándar
Z	es un estadístico a un valor definido
$n_{hd}$	es el tamaño de muestra teórico para un estrato específico
$P_0$	representa la proporción de suelo que no debe de superar los niveles de remediación
h	es un estrato específico
$W_h$	es la proporción de volumen de suelo que se encuentra dentro del estrato h
$Z_{1-\alpha}$ y $Z_{1-\beta}$	son estadísticos para la distribución normal en función de la probabilidad de error tipo 1 y tipo 2; y P1 es un parámetro control que representa la proporción máxima de suelo (menor a PO) en la que aún sobrepasando los niveles de remediación se puede aceptar la hipótesis alternativa tomando en consideración la probabilidad del error tipo 2. Este parámetro es convenido previamente, bajo la consideración de su influencia significativa sobre la determinación del número de muestras, ya que si llega a igualar a PO la n se eleva a infinito.
$\alpha$	Se usa para representar la probabilidad de un falso positivo
$\beta$	Se utiliza para representar la probabilidad de una decisión de falso negativo.

## **1. INTRODUCCIÓN**



## INTRODUCCIÓN

El Muestreo Final Comprobatorio (MFC) es una figura jurídica relativamente nueva en la legislación ambiental mexicana. Con la entrada en vigor de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR) en 2004 y la entrada en vigor al inicio de 2007 de su Reglamento se cuenta ahora con la base legal para su aplicación en el marco de la ejecución de un programa de remediación.

El Muestreo en materia de sitios contaminados es un instrumento técnico a través del cual se determina el grado de contaminación de un material. Este instrumento de investigación está señalado en dos sitios en el Reglamento de la LGPGIR.

Se le menciona en primer lugar como parte del Estudio de Caracterización de un sitio contaminado y tiene la finalidad de establecer el grado y extensión de contaminación, por lo tanto el muestreo de caracterización al inicio del proceso de la elaboración del programa de la remediación tiene como finalidad determinar cuál es la extensión y alcance de la responsabilidad y en consecuencia de ello determinar el área y volumen de materiales a remediar.

El Muestreo Final Confirmatorio (MFC) es aquel que se realiza al término del proceso de remediación y tiene como finalidad el determinar si se han alcanzado las concentraciones, niveles, límites o parámetros señalados en las normas oficiales mexicanas aplicables o en su caso, los niveles de remediación determinados con base en el estudio de evaluación de riesgo ambiental (Artículo 150 fracción III del RLPGIR) y que no representan un riesgo a la salud o al ambiente. Es por ello que el Muestreo Final Comprobatorio (MFC) es un muestreo que se realiza con la finalidad de determinar si el material ha quedado "limpio", o no.

Dentro del procedimiento general de la remediación de un sitio, descrito en el Reglamento de la LGPGIR, el Muestreo Final Comprobatorio (MFC) funciona como un "control de salida o de terminación" de la responsabilidad y está asociado al denominado Aviso de Conclusión del Programa de Remediación del Sitio. Es con base en los resultados del Muestreo Final Comprobatorio (MFC) que se determina por parte de la autoridad competente en la materia, si pueden darse por concluidas las acciones de remediación o no. El criterio que se aplica en ello es la comparación de los resultados de los análisis químicos practicados a las muestras del material en remediación contra los Niveles de Remediación previamente autorizados.

Para llegar a la toma de decisión de si un sitio ha alcanzado los niveles de remediación establecidos previamente se deben establecer los siguientes elementos:

1. Objetivos de cumplimiento.
2. Plan de muestreo y análisis.
3. Toma de muestras y análisis en laboratorio.
4. Análisis estadístico de los datos colectados.
5. Toma de decisión.

Hasta el día de hoy no se habían establecido lineamientos o reglas con respecto a la ejecución de un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) y se venía aplicando de forma irregular y por analogía los señalamientos de las Normas Oficiales Mexicanas (NOM's) en la materia sin considerar que: (a.) dichas Normas Oficiales Mexicanas no prevén en su campo de aplicación la ejecución de Muestras Finales Comprobatorias (MFC's) y (b.) los muestreos de caracterización descritos en dichas normas tienen otra finalidad, otra función y otro alcance dentro del procedimiento general de la remediación de un sitio.

Con la presentación al público de esta guía de orientación se espera poder dar al público usuario de servicios, al público técnico interesado, a los responsables de la remediación de sitios contaminados con materiales y residuos peligrosos y las empresas remediadoras los lineamientos generales para la realización de Muestras Finales Comprobatorias (MFC's) desde una perspectiva adecuada y considerando que la finalidad de dichos muestreos es comprobar el éxito o fracaso de la remediación.

# **1. OBJETIVOS DEL MUESTREO FINAL COMPROBATORIO (MFC)**





# **1. OBJETIVOS DEL MUESTREO FINAL COMPROBATORIO (MFC)**

El Muestreo Final Comprobatorio (MFC) tiene como objetivo el determinar si un material contaminado (el suelo o materiales semejantes a suelos) presenta concentraciones de contaminantes por arriba o por debajo de los Niveles de Remediación previamente autorizados, entendiéndose por Niveles de Remediación ya sea los Límites Máximos Permisibles o las Concentraciones de Referencia señaladas en las Normas Oficiales Mexicanas en la materia o los Niveles de Remediación determinados a través de un estudio de evaluación de riesgos ambientales y a la salud.

Los resultados de un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) son la base material para la toma de decisiones acerca del cumplimiento de la remediación con una certidumbre aceptable. Los objetivos de cumplimiento de la remediación en un sitio se integran a partir de la definición de la cantidad total de suelo en evaluación de cumplimiento, la especificación de contaminantes a evaluarse, el establecimiento de los niveles de remediación (limpieza) a cumplirse, la declaración del parámetro estadístico a compararse y la especificación de incertidumbre aceptable en la toma de decisión.

## **1.1 COMPONENTES DEL MUESTREO FINAL CONFIRMATORIO (MFC)**

Los elementos de un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) son:

1. Niveles de Remediación (Objetivos de cumplimiento).
2. Plan de muestreo y de los análisis químicos a realizar.
3. Toma de muestras y análisis en laboratorio.
4. Análisis estadístico de los datos colectados.
5. Toma de decisión.

La evaluación de cumplimiento se da dentro del marco del procedimiento administrativo [SEMARNAT-07-036] - Conclusión de la remediación.

## **1.2 ZONA A MUESTREARSE**

La cantidad total de suelo en evaluación de cumplimiento es el conjunto del cual se elegirán las muestras, es decir, el suelo que se ha remediado, ya sean pilas o celdas, zonas de excavación, zonas de tratamiento in-situ o zonas de remediación o limpieza de otra naturaleza.

Debe comprender todo el suelo que se definió en el programa de remediación del sitio contaminado como contaminado (esto último antes de la remediación), señalándose su ubicación, sus dimensiones y

su geometría, esto a través de un plano a escala que permita observar adecuadamente el sitio, el plano debe de contar con coordenadas (UTM según el Reglamento de la LGPGIR) y en el que se debe de señalar claramente, según corresponda: el área, el volumen, la altura, la profundidad, el ancho, el largo de las áreas en tratamiento y en el caso de las celdas o pilas de tratamiento, además de su localización es necesario indicar el volumen en banco y volumen con abundamiento.

Se reitera que, en caso de que corresponda, se deben definir las dimensiones y geometría de las excavaciones realizadas para evaluar que no haya remanentes de contaminación en paredes y/o fondo de éstas, pues serán parte de la zona a muestrearse para evaluación del cumplimiento.

La definición de la zona a muestrear es muy importante pues determina junto con otros criterios el número de puntos de muestreo. La definición de la zona a muestrearse debe quedar señalada en el Plan de Muestreo Final Comprobatorio (MFC).

### **1.3 CONTAMINANTES A EVALUARSE**

Se requiere de las siguientes tres informaciones:

1. Identificación y concentraciones de los contaminantes existentes encontrados durante la caracterización del sitio y de los cuales se concluyó que se requería remediación.
2. Concentraciones iniciales de los contaminantes previos a la remediación.
3. Contaminantes que se analizarán en las muestras del sitio tomadas durante el Muestreo Final Comprobatorio (MFC) y que serán la base para su evaluación de cumplimiento.

### **1.4 NIVELES DE LIMPIEZA ESTABLECIDOS EN LA RESOLUCIÓN DEL PROGRAMA DE REMEDIACIÓN DEL SITIO**

Los Niveles de Remediación deben señalarse previamente en la Propuesta de Remediación (presentada por el responsable de la contaminación) y estar señalados y aprobados en el Resolutivo emitido por la SEMARNAT, con base en cualquiera de los siguientes criterios:

- Niveles de referencia. Son los establecidos en la normatividad nacional vigente, actualmente las normas vigentes en la materia son: NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, NOM 133 SEMARNAT 1993.
- Evaluación de riesgo a la salud y/o ambiental. Son los niveles determinados considerando las características específicas del sitio contaminado mediante el procedimiento que evalúa las rutas y vías de exposición, la toxicidad de los contaminantes, y la exposición de receptores potenciales (población humana o biota, recursos naturales no biológicos). También, pueden ser aquellos niveles o concentraciones, calculadas con base en riesgo y que se han acordado previamente con la SEMARNAT, cuando se presenten parámetros (contaminantes) que no se señalen en las normas o cuyos valores de referencia se encuentran en listados internacionales y el caso lo amerite.

- Niveles de fondo. Aquellos establecidos de acuerdo con los valores presentes de los contaminantes de interés que existieron previo a la contaminación en el sitio. Estos niveles se determinan muestreando sitios aledaños al de interés, que no hayan sido contaminados y con características naturales semejantes a las que existieron en el sitio contaminado.

## **1.5 PARÁMETROS ESTADÍSTICOS A COMPARARSE CON LOS NIVELES DE REMEDIACIÓN**

Deben especificarse los criterios que se aplicaran para comparar los Niveles de Remediación (Estándares de Limpieza) con las concentraciones de los contaminantes de interés o las sustancias químicas de interés que resulten del Muestreo Final Comprobatorio (MFC) así mismo debe quedar definido el criterio de cumplimiento y sus modalidades:

- a. Se aplicará para determinar el cumplimiento solo el criterio de que todas las muestras deben cumplir con los niveles de remediación o si,
- b. Se aplicará adicionalmente al anterior criterio una prueba estadística para determinar si un área muestreada cumple o no con los Niveles de Remediación (NR), en qué medida cumple con los Niveles de Remediación (NR) y cuáles son las acciones a realizar en caso de no haber cumplido y dependiendo del grado de cumplimiento.

Tales características o criterios pueden ser la Media, la Mediana, o el Percentil 95 de las concentraciones u otros criterios estadísticos. En otras palabras, debe decidirse y señalarse si además del Nivel de Remediación se pretende aplicar un valor o criterio estadístico adicionales. Un ejemplo de ello es que en un sitio puede aplicarse la Media y comprobar si el conjunto de los resultados del Muestreo Final Comprobatorio (MFC) están por debajo del Nivel de Remediación o si un valor percentil alto de los resultados del Muestreo Final Comprobatorio (MFC) no debe excederse más de 5 o 10 por ciento del Nivel de Remediación para todo el sitio.

### **1.5.1 CRITERIOS ESTADÍSTICOS APLICABLES**

#### **MEDIA**

La media o promedio es una medida de tendencia central que resulta al efectuar una serie determinada de operaciones con un conjunto de números y que, en determinadas condiciones, puede representar por sí solo a todo el conjunto. Existen distintos tipos de medias, tales como la media geométrica, la media ponderada y la media armónica aunque en el lenguaje común, el término se refiere generalmente a la media aritmética (Wiki, 2012).

La Media logra ser un parámetro útil de comparación cuando la contaminación en un sitio es uniforme con muy poca dispersión o con un intervalo pequeño entre los extremos de las concentraciones presentes en éste; también es un parámetro apropiado en el caso de que el interés sea la exposición promedio o el riesgo crónico. En contraste, en una dispersión grande de los datos con relación a su Media, dicho parámetro

no refleja adecuadamente las partes de mayor contaminación (focos rojos) en el sitio. Además, cuando se utiliza la Media como parámetro de comparación es importante tomar en cuenta la cantidad de datos que se encuentren debajo del límite de detección, pues no puede calcularse el estimado simple de la media.

## PROPORCIONES O PERCENTILES

Se considerara en este documento a una proporción o un percentil como sinónimo de un Limite Superior de Confianza. El límite de confianza es la frontera superior o inferior de un intervalo de confianza de una población de datos, por ejemplo el límite superior de confianza de 95% está dado por el valor limite del intervalo de confianza asociado a todos los datos de una población con dicha seguridad (Proucl 4.01, 2010).

El Limite Superior de Confianza: se refiere al límite superior de un intervalo de confianza para un parámetro de interés por ejemplo la media de una población (OSWER, 2002).

Los Limites de Confianza de la media: es un estimado de un intervalo para la media, estos intervalos son deseados porque el estimado de la media varía de acuerdo a la población de datos base para su cálculo, un intervalo de confianza genera limites superiores e inferiores para el intervalo de la media. Este intervalo es una indicación de cuanta incertidumbre existe en nuestro estimado de la verdadera media. Entre más estrecho es este intervalo más precisa es la estimación. Estos límites de confianza son expresados como un coeficiente de confianza. A pesar de que la elección de dicho coeficiente es arbitraria en la práctica se han utilizado frecuentemente coeficientes de confianza de 90%, 95% y 99%, siendo el coeficiente de confianza de 95% el más comúnmente aplicado (Snedecor and Cochran, 1989).

El nivel de confianza: es el valor de la probabilidad asociado  $(1-\alpha)$  a un intervalo de confianza, es expresado usualmente como un porcentaje. Por ejemplo  $\alpha = 0.05 = 5\%$ , en ese caso el nivel de confianza es de  $(1-0.05) = 0.95$  o bien 95%.

Un método para el cálculo del Limite Superior de Confianza es el que se señala a continuación.

$$\text{Ecuación 01} \quad UCL_{1-\alpha} = \bar{X} + \frac{t_{\alpha, n-1} * S}{\sqrt{n}}$$

Donde:

- X: Promedio
- t: Valores de la distribución Student
- S: Desviación estándar
- n: Numero de datos de la población objetivo
- UCL: Limite de Confianza Superior

Las proporciones o percentiles altos pertenecen a la cola de una distribución de las concentraciones de los contaminantes y permiten controlar los datos con valores grandes. Existen métodos disponibles para proporciones que no se afectan por concentraciones debajo del Límite de Detección (LD), siempre y cuando el Límite de Detección esté debajo del nivel de remediación.

## MEDIANA

El valor de un conjunto numérico que divide equitativamente el número de valores mayores y menores. Por ejemplo, en un conjunto que contiene nueve números, la mediana sería el quinto número.

## 1.6 ESPECIFICACIÓN DE TASA DE ERROR ESTADÍSTICO ACEPTABLE

Las variaciones en el muestreo y en el análisis de laboratorio introducen incertidumbre en la decisión de cumplimiento de los Niveles de Remediación (NR).

Como resultado de la incertidumbre y el arreglo de las hipótesis nula y alternativa, el sitio puede determinarse limpio cuando, de hecho, no lo está, resultando en una decisión de falso positivo (Error Tipo I); o al contrario puede decidirse que se requiere remediación adicional cuando no es así, esto es una decisión de falso negativo (Error Tipo 2). La letra griega alfa ( $\alpha$ ) se usa para representar la probabilidad de un falso positivo y la letra beta ( $\beta$ ) se utiliza para representar la probabilidad de una decisión de falso negativo.

**TABLA 1: TIPOS DE ERRORES**

Decisión basada en los datos de muestreo	Condición verdadera	
	Limpio	Contaminado
Limpio	Correcto Potencia ( $1-\beta$ )	Falso positivo (probabilidad de $\alpha$ )
Contaminado	Falso negativo (probabilidad de $\beta$ )	Correcto Potencia ( $1-\alpha$ )

Se pueden reducir ambos errores al mismo tiempo que se aumenta el porcentaje de tomar la decisión correcta, desafortunadamente esta reducción generalmente sólo puede lograrse aumentando el muestreo, lo cual puede ser muy costoso.

## 1.7 NIVEL E INTERVALO DE CONFIANZA

Los pasos a considerarse (EPA, 1992, citado por Byrnes, 1994 pág. 30) para establecer probabilidades aceptables de error son:

- Definir los errores de decisión falso positivo y falso negativo y describir las consecuencias de cada tipo de error.
- Evaluar las consecuencias de acuerdo al nivel de importancia con énfasis en las consecuencias ambientales, de salud pública, económicos, sociales y políticos.
- Determinar cuál es el error más importante el falso positivo o el falso negativo.
- Establecer la probabilidad aceptable de ocurrencia de estos errores. En literatura se recomienda que con ayuda de un especialista en estadística.

- Asociar el establecimiento de la probabilidad en una declaración formal de los niveles de incertidumbre que pueden aceptarse en los resultados.
- Revisar la decisión. Es necesario, que se puedan revisar o añadir mediciones cuantitativas que permitirán evaluar la incertidumbre en la decisión. Para el último punto se considera que parte de las mediciones cuantitativas a tomar en cuenta para la revisión de la decisión son las tablas de incertidumbre generada por el laboratorio para cada uno de los parámetros analizados (se puede tomar como referencia la norma NMX-CH-140-IMNC. Guía para la evaluación de la incertidumbre en los resultados de las mediciones).

Debe de tenerse en consideración que la aplicación de estos criterios estadísticos son adicionales a la aplicación del criterio principal que es el que todas las muestras cumplan con los niveles de remediación.

**Dependiendo del caso y su complejidad pueden o no ser aplicables estos criterios. La aplicación de criterios estadísticos adicionales es recomendable en casos en los cuales se realicen tratamientos *in situ*.**

## **2. PLAN DEL MUESTREO FINAL COMPROBATORIO Y SU ANÁLISIS**





## **2. PLAN DEL MUESTREO FINAL COMPROBATORIO Y SU ANÁLISIS**

Los componentes del plan de muestreo y de análisis son:

1. Métodos analíticos a utilizar.
2. Procedimiento de Muestreo (incluyendo equipo a utilizarse y responsabilidades del personal involucrado en cada procedimiento).
3. Diseño del muestreo y plan análisis estadístico de los datos.
4. Aseguramiento y control de calidad en campo y laboratorio.
5. Transporte, almacenamiento y preservación de las muestras.

### **2.1 MÉTODOS ANALÍTICOS A UTILIZAR**

En el caso que nos ocupa se refiere a los métodos de análisis la mayoría de los cuales ya están establecidos en la normatividad aplicable, por ejemplo los señalados en las NOM-138-SEMARNAT/SS-2003 y NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004. También puede referirse a los métodos de análisis que tienen acreditados los laboratorios en EMA sin estar normados.

### **2.2 DISEÑO DEL MUESTREO Y PLAN ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS DATOS**

Los siguientes aspectos son de considerarse en el diseño del plan de muestreo:

- Tipo de muestreo a realizar (sistemático, aleatorio, estratificado, etc.).
- Señalamiento de si se trata de un muestreo para un área de excavación, para pilas de suelo tratado, para un área de suelo en tratamiento in situ, si se trata de muestreos de otros materiales.
- Marco de muestreo (total de unidades de muestreo, volumen del suelo, área o áreas del suelo a muestrear, profundidades de muestreo).
- Método o fórmula para definir la cantidad de puntos de muestreo de acuerdo al tipo de muestreo seleccionado (por ejemplo si se trata de un muestreo sistemático).
- Correcciones considerando aspectos específicos del sitio.
- Número de muestras por punto de muestreo, especificando profundidades, y aspectos de manejo de muestra.
- Ubicación de las muestras.

- Equipo a utilizarse.
- Responsabilidades del personal involucrado en cada procedimiento.
- Nombre y datos del laboratorio de análisis, incluyendo signatario del muestreo.
- Fechas de realización.

## 2.3 PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

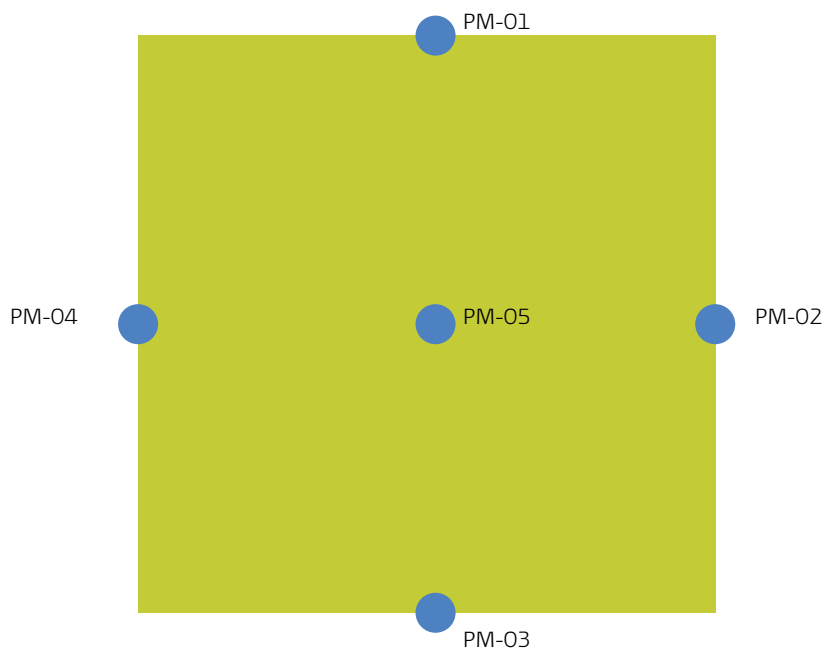
Es recomendable que antes de la realización de un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) se realice un Muestreo Preliminar (MP) con la finalidad de tener un buen margen de seguridad que los resultados del MFC sean exitosos. Las experiencias recopiladas en los últimos años muestran que cuando no se realiza un MP entonces es muy probable que ocurran MFC subsecuentes.

### 2.3.1 CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN ÁREAS DE EXCAVACIÓN, CUANDO EL SUELO FUE RETIRADO

a. Cuando el área de contaminación es < a 1000 m<sup>2</sup>- FORMA REGULAR: Forma de un cuadrado:

Número de muestras y distribución: una muestra en cada pared (4) y una en el fondo (1), total 5 muestras. En todos los casos (a a d) se requiere tener un plano de localización.

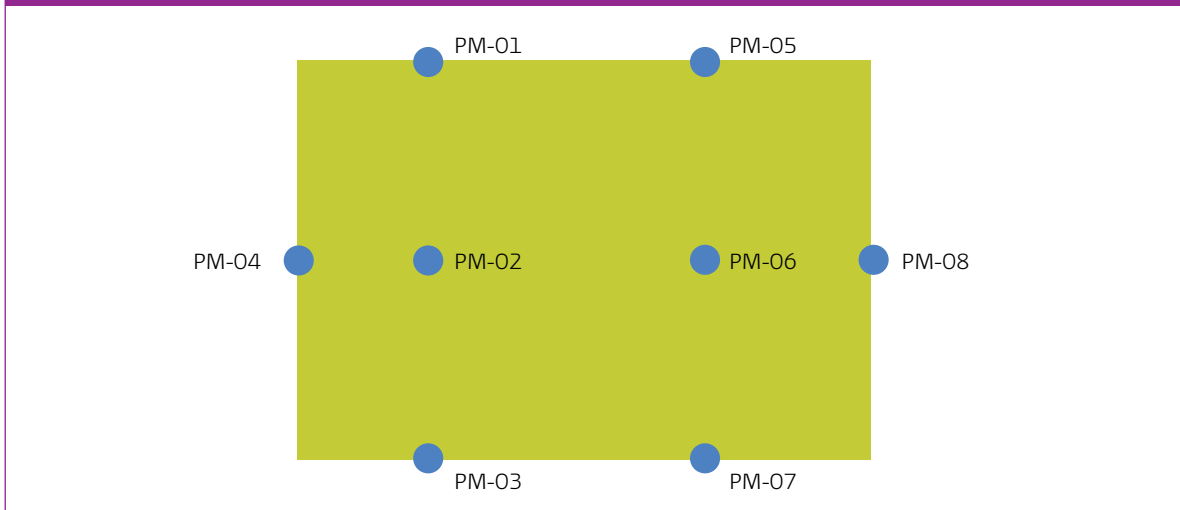
**FIGURA 1: LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN EL AREA DE EXCAVACION REGULAR: FORMA DE CUADRADO**



b. Cuando el área de contaminación es  $< 1000 \text{ m}^2$ - FORMA REGULAR: Forma de un rectángulo:

Número de muestras y distribución: una muestra en cada pared corta (2), dos en cada pared larga (4) y dos en el fondo (2), total 8 muestras.

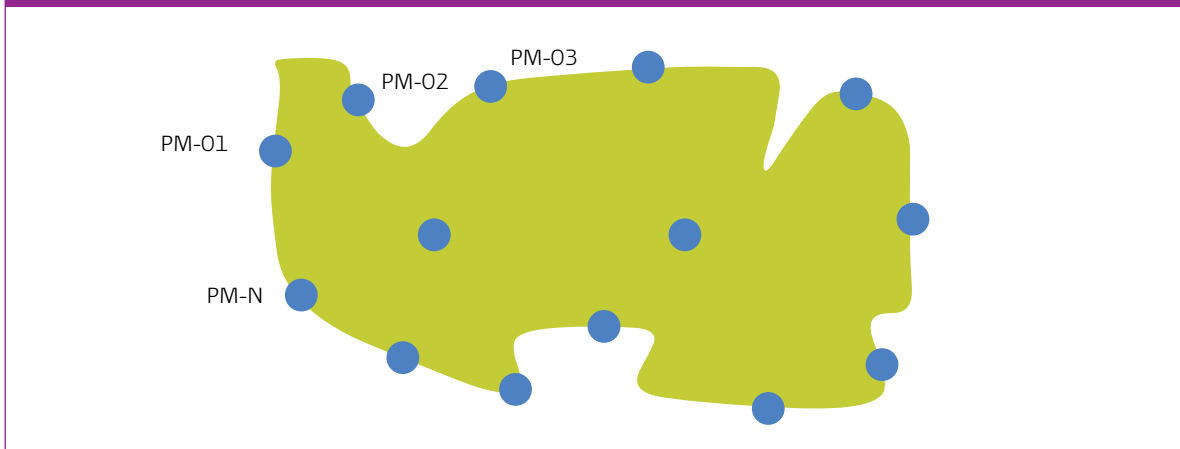
**FIGURA 2: LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN EL AREA DE EXCAVACION REGULAR: FORMA DE RECTANGULO**



c. Cuando el área de contaminación es de  $1000 \text{ m}^2$  y hasta  $5000 \text{ m}^2$ : FORMA IRRREGULAR:

Número de muestras y distribución: una muestra por cada 15 – 20 metros lineales en las paredes del perímetro del área excavada y 2 en el fondo según la superficie (áreas hasta  $1000 \text{ m}^2$ ) y 4 o 10 muestras para áreas de hasta  $5000 \text{ m}^2$ , según sea el caso.

**FIGURA 3: LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN EL AREA DE EXCAVACION IRRREGULAR**



- d. Cuando el área de contaminación es de 1,000 m<sup>2</sup> (0.1 hectáreas) hasta 9,000 m<sup>2</sup> (0.9 hectáreas).  
FORMA RREGULAR.

**Número de muestras y distribución:**

d.1. una muestra (1) por cada 100 m lineales en cada pared corta o larga (distancia/75-100 = N),

d.2. dos muestra (2) en el fondo por cada 1000 m<sup>2</sup>.

- e. 10,000 m<sup>2</sup> (1 hectárea) 150,000 m<sup>2</sup> (15 hectáreas).

FORMA RREGULAR

**Número de muestras y distribución:**

e.1. una muestra (1) por cada 100 m lineales en cada pared corta o larga (distancia/75-100 = N),

e.2. NPM en el fondo según la siguiente ecuación.

A partir de 1 hectárea y hasta 15 hectáreas se aplicara la siguiente ecuación en la determinación del número de puntos de muestreo.

$$NPM = 18 + 2.3694 * A$$

Donde:

NPM: Número de Puntos de Muestreo;

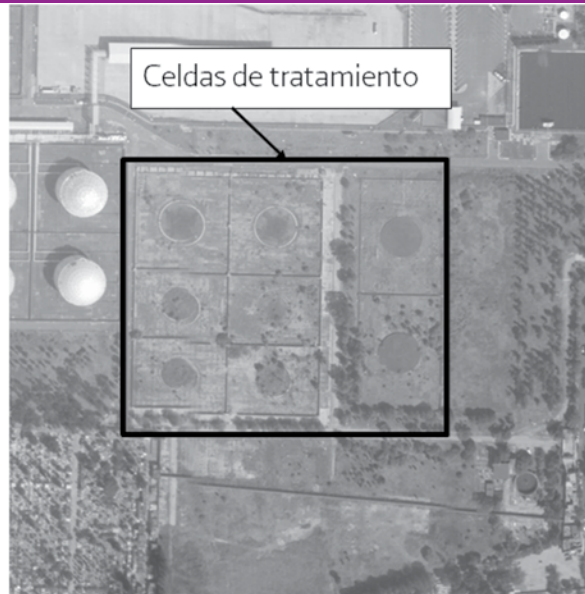
A: superficie en hectáreas

Por ejemplo el total de puntos de muestreo para un área de 6,000 m<sup>2</sup> y 750 metros lineales de perímetro es de 12 muestras en el fondo mas 8 muestras en las paredes. En total son 20 puntos de muestreo más 2 duplicados.

### 2.3.2 CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN BIOPILAS

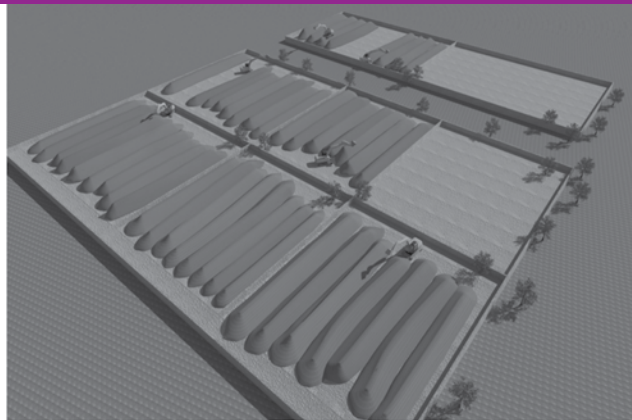
- Se requiere tener un plano de localización de las biopilas y de las celdas de tratamiento.
- Se debe de contar con los metros lineales de cada biopila y con el volumen medido en banco y con abundamiento de cada biopila, el volumen total de cada celda de tratamiento y el total de todas las celdas de tratamiento.
- Se requiere el volumen de suelo medido en banco (calculado por área y profundidad de excavación) y el volumen de suelo por abundamiento debido a que en la planeación y la ejecución de la remediación los volúmenes pueden variar y también porque de otra manera se dan cifras distintas al solicitar la autorización del PRSC y al momento de la conclusión de la remediación. El suelo se abunda con aprox. 17 – 20 % más de volumen al ser excavado, en algunos casos el abundamiento llega al 30%.

**FIGURA 4: FOTOGRAFÍA AÉREA DE LA LOCALIZACIÓN DE UNA CELDA DE TRATAMIENTO**



Fuente: PEMEX REF 2009 -2010

**FIGURA 5: DIAGRAMA DEL ÁREA DE LOCALIZACIÓN DE UNA CELDA DE TRATAMIENTO**



Fuente: PEMEX REF 2009 -2010

**TABLA 2: EJEMPLO DE DATOS A SOLICITAR POR BIOPILA Y CELDA DE TRATAMIENTO.**

Celda	Biopila	Longitud (m)	Alto (cm)	Volumen medido en banco (m <sup>3</sup> )	Volumen con abundamiento (m <sup>3</sup> )	No. de unidades de muestreo	Distancia entre unidades de muestreo	Acumulado de unidades	Volumen de biopila / volumen total
I	1	70	595	1639.4	1918.1	70	1	70	12.06%
	2	70	595	1481.2	1733	70	1	140	10.90%
	3	70	595	1478.8	1730.2	70	1	210	10.88%
	4	70	595	1372.7	1606.1	70	1	280	10.10%
	5	70	595	1377.7	1611.9	70	1	350	10.14%
	6	70	595	1257.9	1471.8	70	1	420	9.26%
	7	70	595	1182.4	1383.4	70	1	490	8.70%
	8	70	595	792.3	927	70	1	560	5.83%
	9	70	595	913.8	1069.2	70	1	630	6.72%
	10	70	595	1011.4	1183.3	70	1	700	7.44%
	11	70	595	1081.5	1265.4	70	1	770	7.96%
Total				13589.1	15899.4				

**TABLA 3: EJEMPLO DE DATOS PARA TODAS LAS CELDAS DE TRATAMIENTO.**

Celda	Volumen por celda medido en banco	Volumen por celda medido con abundamiento	Volumen de biopila / volumen total
I	13,589	15,899	13.87%
II	11,652	13,633	11.89%
III	13,306	15,568	13.58%
IV	7,868	9,206	8.03%
V	7,465	8,734	7.62%
VI	7,511	8,788	7.66%
VII	9,094	10,639	9.28%
VIII	13,758	16,097	14.04%
IX	13,758	16,097	14.04%
Total	98,000	114,660	100.0%

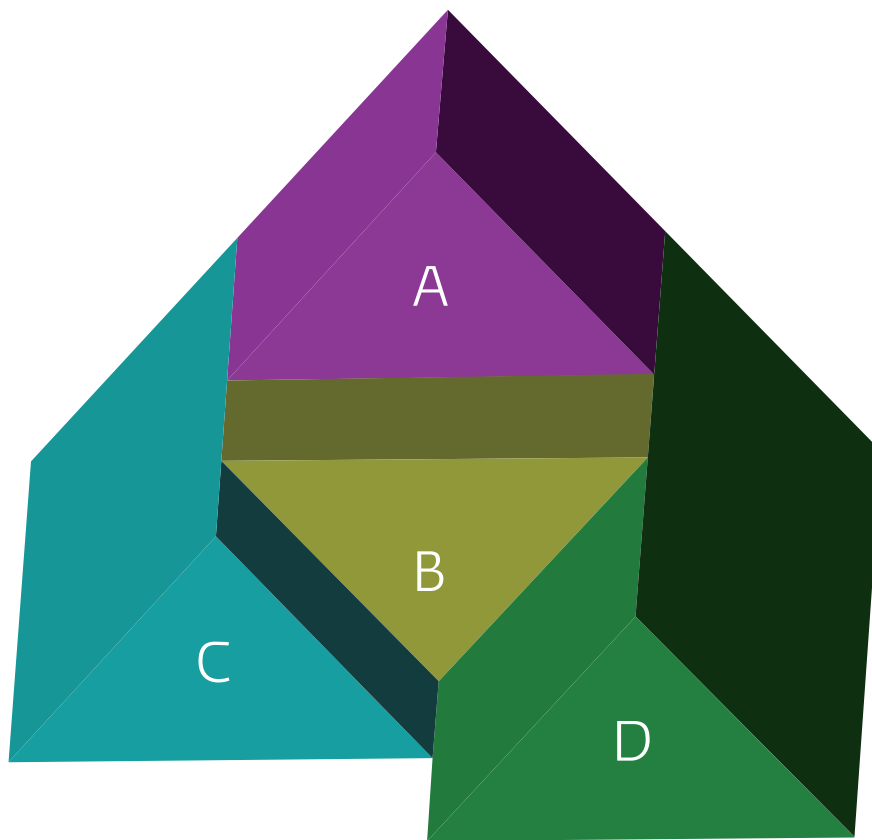
- Los metros lineales por biopila sirven para determinar la localización y espesor de las unidades de muestreo en donde se tomara la muestra. Una unidad de muestreo según las condiciones del sitio y el suelo tiene una longitud de 1 m, para biopilas mas altas esta longitud es menor (por ejemplo 0.25 m).
- Por regla general se debe de requerir que se aplique 1 muestra simple por cada 250 – 300 m<sup>3</sup>, cuando se trate de tratamiento de remediación por biopilas y landfarming con aeración mecánica (con excavadora “mano de chango” o similar, sin cribado industrial previo). La densidad de muestreo de las biopilas puede variar en más o menos 10 – 15 %. La densidad de muestreo de todas las biopilas debe de estar siempre alrededor de 5 - 10 % de la regla general (1 Muestra /250 – 300 m<sup>3</sup> ± 5 – 10 %).

- Se debe solicitar un duplicado por cada 10 muestras.
- En biopilas de longitudes menores a 50 m, cada biopila debe de ser muestreada por lo menos una vez. Para biopilas mayores a 50 m de longitud por lo menos 2 veces. SIN EXCEPCION.
- Las muestras se toman aleatoriamente siguiendo el siguiente esquema.

### 2.3.3 CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LA LOCALIZACIÓN DE PUNTOS DE MUESTREO EN BIOPILAS

En la figura siguiente se muestra la división de los cuadrantes para las biopilas del tratamiento, esta se encuentra dividida en 4 triángulos de dimensiones semejantes. Dependiendo del cuadrante en que se encuentre la toma de muestra es la profundidad a la que corresponderá, siendo para los cuadrantes A, C y D una Prof. de 0.8m (80 cm) y para el cuadrante B 1.8 m (180 cm).

**FIGURA 6. DIAGRAMA DE SECCIONES TRANSVERSALES EN BIOPILAS PARA SU MUESTREO**



FUENTE: PEMEX REF 2009 -2010.



**TABLA 4: EJEMPLO DE UNIDAD DE MUESTREO A MUESTREAR SEGÚN LA LONGITUD.  
EN OSCURO SE SEÑALA LA UNIDAD Y EL CUADRANTE A MUESTREAR.**

A	B	C	D
1	2	3	4
5	6	7	8
9	10	11	12
13	14	15	16
17	18	19	20
21	22	23	24
25	26	27	28
29	30	31	32
33	34	35	36
37	38	39	40
41	42	43	44
45	46	47	48
49	50	51	52
53	54	55	56
57	58	59	60
61	62	63	64
65	66	67	68
69	70	71	72
73	74	75	76
77	78	79	80
81	82	83	84
85	86	87	88
89	90	91	92
93	94	95	96
97	98	99	100
101	102	103	104
105	106	107	108
109	110	111	112
113	114	115	116
117	118	119	120
121	122	123	124
125	126	127	128
129	130	131	132
133	134	135	136
137	138	139	140
141	142	143	144
145	146	147	148

La realización de un tratamiento con aeración mecánica sin cribado puede llevar a que se realicen varios Muestreos Finales Comprobatorios del mismo material hasta que se comprueba que ha cumplido con los Niveles de Remediación (NR). Este riesgo aumenta los costos de muestreo y análisis. En el siguiente ejemplo de un caso real se muestra como en un mismo volumen (aprox. 18,072 m<sup>3</sup>) de material en tratamiento se tuvieron que efectuar 4 Muestreos Finales Comprobatorios (MFC) hasta que todo el volumen de material cumplió con los Niveles de Remediación (NR). Esto se debe a que el tratamiento sin cribado conduce a que los grumos del material sean grandes y junto con la existencia de materiales extraños (por ejemplo rocas, escombro, raíces) conduce a una aeración del material problemática y deficiente.

**TABLA 5: EJEMPLO DE MUESTREOS FINALES COMPROBATORIOS EN UN MISMO MATERIAL SIN CRIBADO.**

Primer Muestreo Final Comprobatorio	Biocelda muestreada	Volumen medido en banco m <sup>3</sup>	Volumen con abudamiento m <sup>3</sup>	No. de biopilas muestreadas	No. de muestras	No. de muestras (con ajuste)	Densidad
	1	5,006.22	6031.62	8	16	18	335
	2	4132.35	4978.74	10	20	22	226
	3	5,861.41	7061.93	11	23	24	294
	Total	14,999.98	18,072.29	29	59	64	282
Segundo Muestreo Final Comprobatorio	Biocelda muestreada	Volumen medido en banco m <sup>3</sup>	Volumen con abudamiento m <sup>3</sup>	No. de biopilas muestreadas	No. de muestras	No. de muestras (con ajuste)	Densidad
	1	4382.47	5280.11	7	15	16	330
	2	2890.67	3482.75	5	14	16	218
	3	2597.78	3129.85	5	10	11	285
	Total	9870.92	11892.71	17	39	43	277
Tercer Muestreo Final Comprobatorio	Biocelda muestreada	Volumen medido en banco m <sup>3</sup>	Volumen con abudamiento m <sup>3</sup>	No. de biopilas muestreadas	No. de muestras	No. de muestras (con ajuste)	Densidad
	1	3,212.66	3870.67	5	10	11	352
	2	972.71	1171.95	2	4	5	234
	3	535.33	644.97	1	2	2	322
	Total	4,720.70	5,687.59	8	16	18	316

Cuarto Muestreo Final Comprobatorio	Biocelda muestreada	Volumen medido en banco m <sup>3</sup>	Volumen con abundamiento m <sup>3</sup>	No. de biopilas muestreadas	No. de muestras	No. de muestras (con ajuste)	Densidad
	1	1,964.45	2366.81	3	6	6	394
	2						
	3						
	Total	1,964.45	2366.81	3	6	6	394

Muestreo	Volumen medido en banco m <sup>3</sup>	Volumen con abundamiento m <sup>3</sup>	No. de muestras (con ajuste)	Densidad
1o.			64	
2o.			43	
3o.			18	
4o.			6	
	14,999.98	18,072.29	131	138

En este ejemplo la densidad de muestreo para el volumen de suelo en tratamiento paso de alrededor 390m<sup>3</sup>/muestra a 138m<sup>3</sup>/muestra. El número de muestras y análisis se duplicó y triplicó (considerando que cada muestra debía ser analizada a las 3 fracciones de los hidrocarburos de petróleo señaladas en la NOM 138 SEMARNAT/SS 2003). El aumento de costo por muestreos y análisis aumenta considerablemente además de que el tiempo de tratamiento se extendió varios meses más.

### 2.3.4 CRITERIOS PARA LA DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN BIOPILAS CON CRIBADO MECANICO PREVIO

Para determinar el número total de muestras en este caso se puede aplicar el siguiente procedimiento, cuando se propone un muestreo sistemático con una distribución equidistante entre puntos muestreados a lo largo de las unidades de muestreo. El tamaño de muestra se calculó utilizando un muestreo aleatorio irrestricto para lo cual se aplicó la siguiente ecuación.

$$\text{Ecuación 02} \quad n = \frac{N * S_N^2 * Z_{\alpha/2}^2}{N * d^2 + S_N^2 * Z_{\alpha/2}^2}$$

Donde

n: es el tamaño de muestra

N: es el tamaño de la población de unidades de muestreo

- $S_N$  Es la varianza poblacional.
- X: Promedio de la varianza poblacional.
- d: Es la precisión de la media deseada.
- $Z_{\alpha/2}$ : Es el valor del percentil de la distribución de Z de acuerdo al grado de confiabilidad que se desee = 1.645 que corresponde a un nivel de confianza de 95%.

Para mostrar el uso de la ecuación se presentan los siguientes ejemplos:

Ejemplo 1:

<b>n:</b>	es el tamaño de muestra	
<b>N:</b>	es el tamaño de la población de unidades de muestreo	= 5338
<b><math>S_N</math></b>	Es la varianza poblacional	= 878,377.6238
	Promedio de la varianza poblacional	= 2340.6522
<b>d:</b>	Es la precisión de la media deseada	= precisión (15%) x promedio de la varianza (de los datos de concentración iniciales en el suelo) (2340.6522) = 0.15 * 2340.6522 = 351.1
<b><math>Z_{\alpha/2}</math></b>	Es el valor del percentil de la distribución de Z de acuerdo al grado de confiabilidad que se desee	= 1.645 que corresponde a un nivel de confianza de 95%
	Volumen de suelo	= 98,000.06 m <sup>3</sup>

En el ejemplo que se señala da como resultado lo siguiente:

- El tamaño de la muestra calculado es de  $n = 19$ .
- Al tamaño de muestra obtenido se le agregó un 10% como medida de seguridad, dando un tamaño de muestra de  $n = 21$ , este dato se obtuvo al tomar una muestra estadística de cinco celdas.
- Se realizó una extrapolación a los 98,000.06 m<sup>3</sup>, por lo que nos da un resultado de 38 muestras para el volumen total.
- Se realizó un ajuste para lograr al menos 2 muestras por pila nos da un total de 158 muestras sin duplicado, 173 muestras incluidos los duplicados.
- Este ajuste se debe a que la precisión aplicada es de 15% y la densidad de muestreo era de 98,000/38) = 2578.9 m<sup>3</sup> por muestra. Considerando el ajuste se tenía una densidad de muestreo de 620.2 m<sup>3</sup>/muestra pero con el mínimo de 2 muestras por biopila.
- El número de muestras por cada 10,000 m<sup>3</sup> de suelo tratado es de aprox. 15 más 1 duplicado por cada 10 muestras simples. Entonces el tamaño de muestra definido fue de 158 de un universo de 5,338 unidades. Para hacer un muestreo sistemático equidistante se tiene que muestrear cada 33 unidades (5338/158). El arranque es aleatorio, así que usando la función aleatoria del Excel, se selecciona al azar un número entre 1 y 33. Cada biopila debe de ser muestreada por lo menos 2 veces.

### Ejemplo 2:

<b>n:</b>	es el tamaño de muestra	
<b>N:</b>	es el tamaño de la población de unidades de muestreo	= 1456.8
<b>S<sub>N</sub></b>	Es la varianza poblacional de la fracción media base seca	= 558,457.29
	Promedio de la varianza poblacional	= 1,211.3
<b>d:</b>	Es la precisión de la media deseada	= precisión (21%) x promedio de la varianza (de los datos de concentración iniciales en el suelo) = 0.21 * 1,211.3 = 254.373
<b>Z<sub>α/2</sub></b>	Es el valor del percentil de la distribución de Z de acuerdo al grado de confiabilidad que se desee	= 1.645 que corresponde a un nivel de confianza de 95%
	Volumen de suelo	= 35,000 m <sup>3</sup>

En el ejemplo que se señala da como resultado lo siguiente:

- El tamaño de la muestra calculado es de  $n = 56$
- El numero de duplicados es de 6
- El total de muestras es de 62 **incluidos los duplicados**.
- Entonces el tamaño de muestra definido fue de 62 de un universo de 1456.8 unidades. Para hacer un muestreo sistemático equidistante se tiene que muestrear cada 23.5 unidades (1456.8/62). El arranque es aleatorio, así que usando la función aleatoria del Excel, se selecciona al azar un número entre 1 y 23. La densidad de muestreo (con la precisión de 21%) es de (35,000/56) = 625 m<sup>3</sup>/muestra
- Cada biopila debe de ser muestreada por lo menos dos veces.

En estos caso la densidad de muestreo puede variar entre 400 – 600 m<sup>3</sup>/muestra ( $\pm 5\%$ ), el motivo de esto es que el material cribado muestra una mayor homogenización en el tamaño de grumo y no presenta materiales no valorables como son rocas, residuos de demolición o raíces. La aeración mecánica posterior al cribado conduce a mejores resultados y a tiempos de tratamiento menores.

## 2.3.5 CRITERIOS PARA LA DETERMINACION DEL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO EN AREAS CON TRATAMIENTOS *IN-SITU*

### 2.3.5.1 *Diseño de muestreo para zonas de tratamiento in situ en general:*

Se aplica un modelo con dos tipos de tasas de error: Tasas de Error Tipo 1 y Tipo 2. Estas tasas de error reflejan las variaciones dentro del desarrollo del muestreo y las variaciones intrínsecas al sitio. Las Tasas de Error Tipo 1 y Tipo 2 significan que los resultados de un muestreo pueden resultar en un falso positivo (error Tipo 1), es decir, se declara al sitio limpio cuando en realidad no es así, o puede resultar en un falso negativo (error Tipo 2), donde se declara al sitio contaminado cuando en realidad cumple con los niveles de limpieza.

El símbolo  $\alpha$  representa la probabilidad de una decisión de falso positivo (error Tipo 1) y el símbolo  $\beta$  representa la probabilidad de una decisión de falso negativo (error Tipo 2).

Los valores de este tipo de errores deben de ser consensuados con la autoridad y establecidos de manera previa a la ejecución del muestreo, bajo la consideración de que si son reducidos, la probabilidad de tomar la decisión correcta aumenta, aunque esto implica un incremento considerable en el número de muestras (EPA, 1989).

En la literatura, guías de referencia y otros casos de estudio se han propuesto o manejado comúnmente valores de 0.01, 0.05 y 0.1 para  $\alpha$  y de 0.15-0.20 para  $\beta$  (EPA, 1989; EPA, 1992; Patil y Tailie, 1994; EPA, 1996; Gibbons y Coleman, 2001; MDA, 2003; EPA, 2006).

Valores de las Tazas de error para el Muestreos Finales Comprobatorios (MFC): De acuerdo a lo reportado en literatura, se ha establecido que una primera aproximación al problema del muestreo puede darse con los siguientes valores:  $\alpha=0.05$  y de  $\beta=0.2$ .

Estos valores dependen de los objetivos del proyecto de remediación y las circunstancias del terreno, ya que se le da mayor peso a evitar los falsos positivos (evitar erróneamente decir que un sitio está limpio) que a un falso negativo (EPA, 1989; EPA, 1996; EPA, 2006). De esta manera, se puede tener un 95% de certidumbre de que se declarará correctamente que el sitio no ha sido remediado y un 80% de probabilidad de declarar correctamente que el sitio está limpio.

El esquema que se muestra en la siguiente tabla se puede considerar conservador para beneficio de una mayor seguridad para el ambiente y la salud humana (pero implica una mayor carga hacia el remediador), no obstante, establece de antemano que la prioridad es la correcta remediación del sitio, dentro de tiempo y costos razonables, guardando un equilibrio entre los dos tipos de error.

**TABLA 6: CONDICIONES DE CUMPLIMIENTO EN MFC**

Decisión en base a muestreo	Condición verdadera del sitio	
Cumplido	Cumplido (decisión correcta, Poder= $1-\beta$ )	No Cumplido (Error tipo 1, Falso positivo, $P=\alpha$ )
No Cumplido	Cumplido (Error tipo 2, falso negativo, $P=\beta$ )	No cumplido (decisión correcta, Certidumbre= $1-\alpha$ )

El muestreo y el análisis estadístico considera que existe un nivel de incertidumbre sobre la decisión a tomar con base en los resultados obtenidos y que como consecuencia de esto, es posible decidir que un sitio está limpio cuando en realidad no es así o viceversa. En el primer caso y de acuerdo a si los niveles fueron establecidos en función a una evaluación de riesgo, implica una potencial amenaza a la salud o el ambiente. En el segundo caso, implica un mayor costo económico al tener que continuar con el tratamiento del sitio a pesar de que realmente se hayan cumplido los objetivos. Ambas situaciones son consideradas y ponderadas durante el análisis estadístico (falsos positivos y falsos negativos).

El muestreo bajo esta perspectiva considera que una vez obtenidos los resultados del muestreo final, se aplica un primer filtro para simplificar el proceso de análisis. Se puede dar el caso en que todos los valores de concentración reportados por el muestreo se encuentren por debajo de los niveles de limpieza y dado que el tamaño de muestra es estadísticamente representativo del material tratado, se puede concluir que el suelo efectivamente esta remediado. En caso contrario, se pasa a un segundo filtro de datos y toma de decisiones.

El muestreo considera la aplicación de un segundo filtro para simplificar el análisis de los resultados. Este segundo filtro está diseñado para evaluar la eficiencia general del tratamiento, ya que es directamente dependiente de las concentraciones reportadas por el muestreo. En caso de resultar afirmativo (la media de las concentraciones está por debajo de los niveles de remediación autorizados), demuestra un tratamiento relativamente homogéneo, ya que la varianza es un parámetro importante para aplicar esta prueba y da pie a establecer con mayor seguridad la segunda toma de decisiones (tercer filtro). En caso de ser negativo, (que la media este por arriba de los Niveles de Remediación autorizados) puede deberse a dos situaciones:

- que el tratamiento aún no fue suficiente ni siquiera para garantizar que la concentración promedio del material alcanzara los niveles de remediación, o
- que el tratamiento sí fue eficiente pero que pueden existir algunos valores extremos (concentraciones muy altas) que afectan el resultado de la prueba y que requieran de una consideración especial.

El muestreo considera que para aplicar este segundo filtro, se emplea un procedimiento estadístico para determinar la media de los datos de muestreo junto con su desviación estándar e intervalos de confianza. Se aplica la siguiente fórmula para establecer el límite superior de porcentaje de confianza de una cola 100 (1- $\alpha$ ) alrededor de la media de la población (EPA, 1989; PEMEX 2009-2010):

$$\text{Ecuación 03} \quad \mu U \alpha = x + t_{1-\alpha,df} * \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Donde:

- X: es la media estimada de las concentraciones
- S: es su correspondiente desviación estándar
- n: es el tamaño de muestra
- t: es un parámetro estadístico a un valor de  $\alpha$  y grados de libertad definidos

Este límite superior es usado para tomar la decisión en base a:

Condición	Consecuencia
Si $\mu U \alpha <$ nivel de remediación	Concluir que la concentración promedio es estadísticamente menor al Nivel de Remediación autorizado.
Si $\mu U \beta \geq$ nivel de remediación	Concluir que la concentración promedio no es estadísticamente menor al Nivel de Remediación autorizado.

El muestreo considera que una vez que se ha definido estadísticamente si la concentración media del material muestreado está o no por debajo de los niveles de limpieza, es necesario definir qué proporción del material es la que efectivamente se encuentra por debajo del nivel de limpieza. Para ello se emplea una prueba no paramétrica basada en una distribución binomial. Cada resultado analítico es codificado con "1" si sobrepasa el nivel de limpieza, y con "0" si está por debajo.

La proporción de suelo es estimada a partir de esta codificación de datos. Si la proporción de "0" es alta, la proporción de suelo contaminado es mínima y se puede decir que la gran mayoría del suelo ha cumplido

con los niveles de limpieza, quedando solo un remanente que es estadísticamente menor a la proporción establecida y que puede ser tratado de manera específica y puntual. Por el otro lado, si la proporción de "1" es alta, la proporción de suelo contaminado es mayor al criterio previamente permitido, indicando que puede no tratarse de cuestiones puntuales y en realidad sean áreas mayores de suelo todavía impactado.

El muestreo considera la aplicación de un tercer filtro para simplificar el análisis de los resultados. Para aplicar este tercer y último filtro, se emplea un procedimiento estadístico para determinar la proporción de los datos de muestreo que sobrepasan los criterios de limpieza junto con su desviación estándar e intervalos de confianza. Esta proporción del muestreo es un estimado de toda el área o volumen analizado, por lo que es necesario proveerlo de un rango de valores para estadísticamente asegurar la confiabilidad del resultado. Se aplica la siguiente fórmula para establecer el límite superior de porcentaje de confianza de una cola 100 (1- $\alpha$ ) (EPA, 1989; PEMEX 2009-2010):

Ecuación 04 
$$P \cup \alpha = P_{st} + Z_{1-\alpha} * S_{pst}$$

Donde:

Pst: es la proporción estimada a partir de los resultados de muestreo

Spst: es su correspondiente desviación estándar

Z: es un estadístico a un valor de  $\alpha$  definido

Este límite superior es usado para tomar la decisión en base a:

**TABLA 7: CONDICIONES Y CONSECUENCIAS EN MFC EN ÁREAS DE TRATAMIENTO IN SITU.**

Condición	Consecuencia
Si $P \cup \alpha < P_0$ , donde $P_0$ es el valor de proporción de suelo contaminado máximo permisible.	Concluir que la proporción de suelo por encima de los niveles de remediación es estadísticamente menor a la proporción permitida. Esto indicaría que solo algunas concentraciones puntuales requieren de una decisión específica.
Si $P \cup \alpha \geq P_0$	Concluir que la proporción de suelo por encima de los niveles de remediación es estadísticamente mayor a la proporción permitida.

En función a la proporción obtenida (ej. 12, 20 o 50%), se evaluará si se requiere una acción sobre un volumen específico de suelo o si se requiere un tratamiento total del suelo.

Esta prueba se podrá aplicar para cada contaminante en cuestión, y para tomar una decisión de total cumplimiento se deberá de garantizar que la proporción de cada contaminante este por debajo de los niveles de remediación. De lo contrario, se aplicarán las acciones correctivas en función al contaminante en cuestión y en función a otros parámetros como son: el análisis de riesgo a la salud, la profundidad de la contaminación, así como la atenuación natural.



El tamaño de la muestra para cada estrato se determinará usando la siguiente ecuación (EPA, 1989; PEMEX 2009-2010):

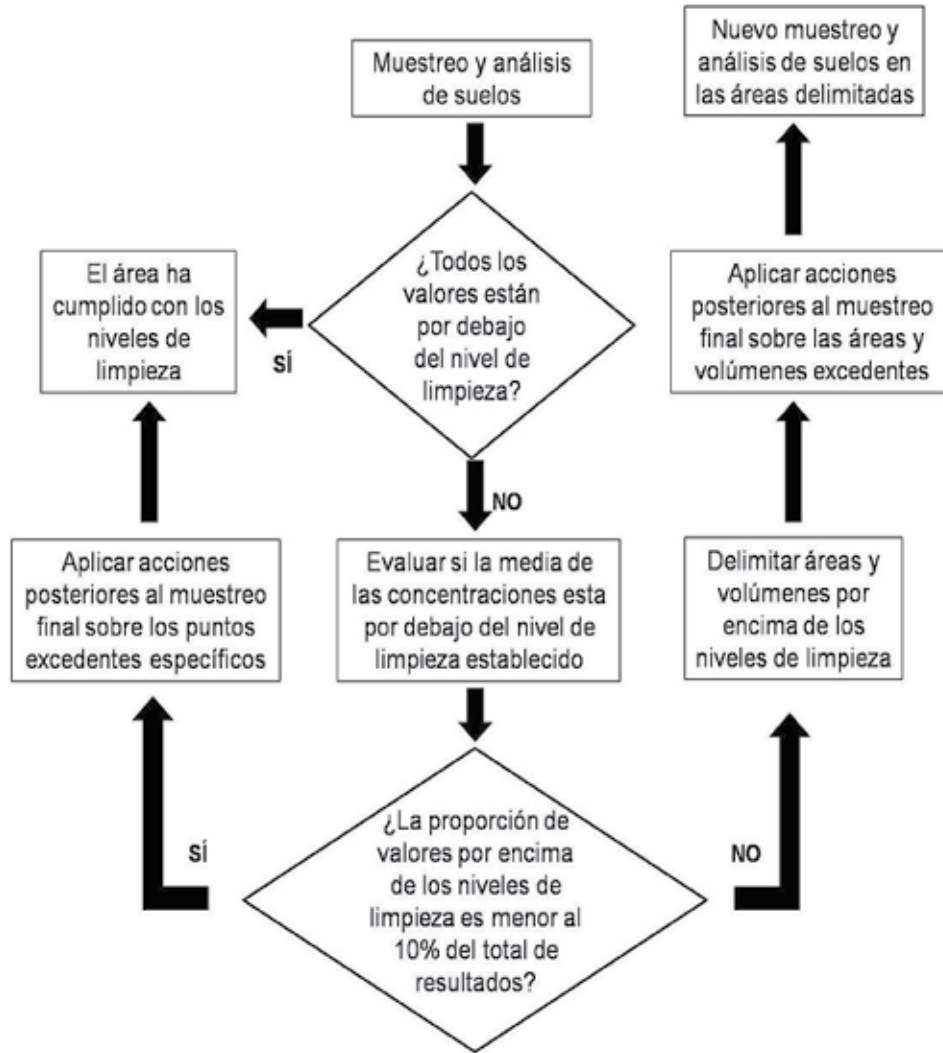
$$\text{Ecuación 05} \quad n_{hd} = P_o (1 - P_o) \left[ \frac{Z_{1-\alpha} + Z_{1-\beta}}{P_o - P_1} \right]^2 W_h$$

Donde:

- $n_{hd}$ : es el tamaño de muestra teórico para un estrato específico
- $P_o$ : representa la proporción de suelo que no debe de superar los niveles de remediación
- $h$ : es un estrato específico
- $W_h$ : es la proporción de volumen de suelo que se encuentra dentro del estrato  $h$
- $Z_{1-\alpha}$  y  $Z_{1-\beta}$ : son estadísticos para la distribución normal en función de la probabilidad de error tipo 1 y tipo 2; y  $P_1$  es un parámetro control que representa la proporción máxima de suelo (menor a  $P_o$ ) en la que aún sobrepasando los niveles de remediación se puede aceptar la hipótesis alternativa tomando en consideración la probabilidad del error Tipo 2. Este parámetro es convenido previamente, bajo la consideración de su influencia significativa sobre la determinación del número de muestras, ya que si llega a igualar a  $P_o$  la  $n$  se eleva a infinito.

En el siguiente diagrama se describen los filtros y la toma de decisiones, como se puede observar si un área no pasa el tercer filtro, se realizan acciones de remediación adicionales y posteriormente se realiza un nuevo Muestreo Final Comprobatorio (MFC), después de haber aplicado las medidas de remediación posteriores al Muestreo Final Comprobatorio (MFC) inicial.

FIGURA 7: DESCRIPCION DE LOS FILTROS Y LA TOMA DE DECISIONES



Ejemplo de aplicación de la ecuación para determinar el número de muestras

Se consideran los siguientes valores:

Valor	Variables
10%	Ph = PO Solo se permitirá que cuando mucho el 10% del suelo sobrepase los niveles de limpieza, para en función de esto tomar decisiones específicas.
$W_n$	En función a las proporciones presentadas en la tabla 1.
0.05	$\alpha$
0.20	$\beta$
4%	$P_1$ Se estimó de manera que se logrará un tamaño de muestra equivalente al empleado durante la etapa 1 de remediación.
1.645	$Z_{1-\alpha}$
0.842	$Z_{1-\beta}$

En función a lo anterior, se calculó el número de muestras teórico (nhd) y el teórico redondeado al número inmediato superior para cada estrato (polígono).

Posteriormente se determinó la n final redondeado al número par inmediato superior (en caso de ser necesario), dado que se pretenden manejar dos muestras por pozo.

Dentro de cada estrato (polígono), se establecerá una malla de muestreo y se realizará una ubicación aleatoria dentro de cada celda del punto de muestreo (pozo). Cada punto de muestreo constará de dos profundidades de muestreo, siendo la primera a 1.2 m y la segunda a 2.4 m de tal manera que los resultados del muestreo final puedan ser comparables con los datos obtenidos durante el muestreo inicial, el cual manejó estas profundidades.

**TABLA 8: EL NÚMERO DE MUESTRAS DE SUELO Y DE PUNTOS DE MUESTREO PARA LOS POLÍGONOS.**

Polígono	nhd	nhd redondeado	n final	pozos
P1	22.81	23	24	12
P2	20.15	20	20	10
P3	23.36	24	24	12
TOTAL	66.32	67	68	34

Nota: área total de tratamiento 13,008.40 m<sup>2</sup>. Representa una densidad de muestreo de un pozo de muestreo por cada 382 m<sup>2</sup> aproximadamente

La aleatorización es importante para poder realizar consideraciones de probabilidad y confianza sobre los resultados del muestreo. Cada punto de muestreo será ubicado de manera independiente a los otros puntos. Por su parte, la distribución sistemática de los puntos garantiza ubicar todos los puntos de manera uniforme sobre el polígono a evaluar y define fronteras para cada muestra tomada (tamaño de la celda).

### 2.3.5.2 Diseño de muestreo para zonas de tratamiento por extracción de vapores (polígonos EV):

Se plantea un muestreo estratificado en función al volumen de suelo que cada polígono de EV representa con respecto al volumen total. De esta manera se determina un tamaño de muestra que sea representativo de toda la población, y las muestras se distribuyen dentro de cada estrato (polígono) en función a la proporción que representan.

El tamaño de la muestra para cada estrato se determinará usando la siguiente ecuación (EPA, 1989; PEMEX 2009-2010):

$$\text{Ecuación O6} \quad n_{hd} = P_o (1 - P_o) \left[ \frac{Z_{1-\alpha} + Z_{1-\beta}}{P_o - P_1} \right]^2 W_h$$

Donde:

- $n_{hd}$  es el tamaño de muestra teórico para un estrato específico
- $P_h$  representa la proporción de suelo que no debe de superar los niveles de limpieza y dado que es la misma para todos los estratos se considera igual a  $P_o$
- $h$  es un estrato específico
- $W_h$  es la proporción de volumen de suelo que se encuentra dentro del estrato  $h$
- $Z_{1-\alpha}$  y  $Z_{1-\beta}$  son estadísticos para la distribución normal en función de la probabilidad de error tipo 1 y tipo 2; y  $P_1$  es un parámetro control que representa la proporción máxima de suelo (menor a  $P_o$ ) en la que aún sobrepasando los niveles de remediación se puede aceptar la hipótesis alternativa tomando en consideración la probabilidad del error tipo 2. Este parámetro es convenido previamente, bajo la consideración de su influencia significativa sobre la determinación del número de muestras, ya que si llega a igualar a  $P_o$  la  $n$  se eleva a infinito.

Ejemplo de aplicación de la ecuación para determinar el número de muestras

Se consideran los siguientes valores:

Valor	Variables
10%	$P_h = P_o$ Solo se permitirá que cuando mucho el 10% del suelo sobrepase los niveles de limpieza, para en función de esto tomar decisiones específicas.
$W_h$	en función a las proporciones presentadas en la tabla 1.
0.05	$\alpha$
0.20	$\beta$
4%	$P_1$ Se estimó de manera que se logrará un tamaño de muestra equivalente al empleado durante la etapa 1 de remediación.
1.645	$Z_{1-\alpha}$
0.842	$Z_{1-\beta}$

En función a lo anterior, se calculó el número de muestras teórico ( $n_{hd}$ ) y el teórico redondeado al número inmediato superior para cada estrato (polígono EV). Posteriormente este número fue redondeado al múltiplo de tres inmediato, dado que se pretenden manejar tres muestras por pozo.

Dentro de cada estrato (polígono EV), se establecerá una malla de muestreo y se realizará una ubicación aleatoria dentro de cada celda del punto de muestreo (pozo). Cada punto de muestreo constará de tres profundidades de muestreo (1.2, 2.4 y 3.5 m), de tal manera que los resultados del muestreo final puedan ser comparables con los datos obtenidos durante el muestreo inicial, el cual manejó estas tres profundidades.

**TABLA 9: EL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO DE LAS ÁREAS DE EV.**

Polígono	nhd	nhd redondeado	n final	pozos
EV1	26.24	27	27	9
EV2	53.76	54	54	18
EV3	71.63	72	72	24
TOTAL	151.63	153	153	51

Nota: área total de tratamiento por EV es 11,048.65m<sup>2</sup>. Representa una densidad de muestreo de un pozo de muestreo por cada 216 m<sup>2</sup> aproximadamente

### 2.3.5.3 Diseño de muestreo para zonas de tratamiento por inyección de aire (polígonos IA).

En polígonos de tratamiento por inyección de aire, en donde el suelo fue tratado in-situ por debajo del nivel freático (nivel de aguas subterráneas), se determina un tamaño de muestra que sea representativo de la población, y las muestras se distribuyen dentro del mismo.

El tamaño de la muestra para cada estrato se determinará usando la siguiente ecuación (EPA, 1989; PEMEX 2009-2010):

$$\text{Ecuación 07} \quad n_{hd} = P_h(1 - P_h) * \left\{ \frac{Z_{1-\alpha} + Z_{1-\beta}}{P_0 - P_1} \right\}^2 W_h$$

Donde:

- $n_{hd}$ : es el tamaño de muestra teórico para un estrato específico
- $P_h$ : representa la proporción de suelo que no debe de superar los niveles de limpieza y dado que es la misma para todos los estratos se considera igual a  $P_0$
- $h$ : es un estrato específico
- $W_h$ : es la proporción de volumen de suelo que se encuentra dentro del estrato  $h$
- $Z_{1-\alpha}$  y  $Z_{1-\beta}$ : son estadísticos para la distribución normal en función de la probabilidad de error tipo 1 y tipo 2; y  $P_1$  es un parámetro control que representa la proporción máxima de suelo (menor a  $P_0$ ) en la que aún sobrepasando los niveles de remediación se puede aceptar la hipótesis alternativa tomando en consideración la probabilidad del error Tipo 2. Este parámetro es convenido previamente, bajo la consideración de su influencia significativa sobre la determinación del

número de muestras, ya que si llega a igualar a  $P_0$  la  $n$  se eleva a infinito.

Ejemplo de aplicación de la ecuación para determinar el número de muestras.

Se consideran los siguientes valores:

Valor	Variabes
10%	$P_h = P_0$ Solo se permitirá que cuando mucho el 10% del suelo sobrepase los niveles de limpieza, para en función de esto tomar decisiones específicas.
$W_h$	en función a las proporciones presentadas en la tabla 1.
0.05	$\alpha$
0.20	$\beta$
4%	$P_1$ Se estimó de manera que se logrará un tamaño de muestra equivalente al empleado durante la etapa 1 de remediación.
1.645	$Z_{1-\alpha}$
0.842	$Z_{1-\beta}$
	Los estratos a muestrear se encuentran desde 3.5 hasta 8.4 metros mediante una red de puntos de inyección a cada 7 metros, y el cual integra la tercera población o grupo de suelo por evaluar.

En función a lo anterior, se calculó el número de muestras teórico ( $n_{hd}$ ) y el teórico redondeado al número inmediato superior. Posteriormente este número fue redondeado al múltiplo par inmediato, dado que se pretenden manejar cuatro muestras por pozo.

Dentro del polígono se establecerá una malla de muestreo, para sí tener el panorama integrar de la zona saturada y no saturada en esta área de tratamiento. Cada punto de muestreo IA constará de cuatro profundidades de muestreo (4.8, 6.0, 7.2 y 8.4 m), de tal manera que los resultados del muestreo final puedan ser comparables con los datos obtenidos durante el muestreo inicial, el cual manejó estas cuatro profundidades.

**TABLA 10: EL NÚMERO DE PUNTOS DE MUESTREO DE LAS ÁREAS DE IA.**

Polígono	nhd	nhd redondeado	n final	pozos
AM-IA1	95.47	96	96	24
Total	95.47	96	96	24

Nota: Área total de EV es 5,177.62 m<sup>2</sup>. Representa una densidad de muestreo de un pozo de muestreo por cada 215 m<sup>2</sup> aproximadamente.

#### CONDICIONES A SEGUIR EN LA LOCALIZACION DE PUNTOS DE MUESTREO

En la localización de los puntos de muestreo para el MFC en áreas con tratamiento *in situ* deberán seguirse las siguientes consideraciones:

1. Los puntos de muestreo (PM) deberán ser equidistantes de los pozos de venteo o extracción de vapores.
2. Tanto el interior del área como los linderos u orillas del área contaminada deben de ser muestreados.
3. Las profundidades de muestreo deben ser acordes a las profundidades de la contaminación e incluir tanto los márgenes inferiores como superiores.

## 2.4 ASEGURAMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD EN CAMPO Y LABORATORIO

Los procedimientos de aseguramiento y control de calidad son evaluados por la SEMARNAT. Estos procedimientos requirieren de:

1. El muestreo sea realizado por signatario(s) acreditado(s) ante la EMA.
2. El Laboratorio debe de ser acreditado por la EMA y aprobado por la PROFEPA.
3. Se presenten cadenas de custodia originales para todas las muestra tomada y que estas estén firmadas por signatarios autorizados.
4. Qué se tome una muestra duplicado por cada diez obtenidas.
5. Se haya solicitado, con por lo menos diez días hábiles de anticipación, a PROFEPA que esté presente durante el muestreo y se observe su presencia con su firma en la cadena de custodia original.
6. Observando, mediante la presentación de un reporte de laboratorio original firmado por signatario autorizado, que los análisis químicos se realicen en laboratorios acreditados ante EMA y aprobados por PROFEPA.
7. Se presenten cromatogramas (espectrograma) que respalden los resultados presentados.
8. Transporte, almacenamiento y preservación de las muestras sea descrito y registrado.
9. El reporte fotográfico debe contener en cada imagen la fecha y hora del MFC.
10. Manejo de valores menores al Límite de Detección (LD) en la tabla de resultados resumidos del MFC.
11. Debe de señalarse numéricamente los LD's de las sustancias analizadas.
  - Concentración = Límite de detección.
  - Concentración = Mínimo valor detectado.

### **3. TOMA DE DECISIONES**





### 3. TOMA DE DECISIONES

Los criterios para considerar si un sitio ha quedado remediado en tratamientos a un lado del sitio (biopilas y tratamientos semejantes) son:

Criterio	Consecuencia
Concentraciones de todas las muestras < Nivel de Remediación	Limpio (cumplió con los NR) puede concluir la remediación

En caso de que una biopila muestre concentraciones por arriba de los Niveles de Remediación dicha biopila continúa en tratamiento y se realiza con posterioridad un nuevo Muestreo Final Comprobatorio (MFC) bajo las mismas premisas y condiciones que el primer MFC. Esto aplica para cualquier MFC subsecuente.

Los criterios para considerar si un sitio ha quedado remediado en tratamientos in situ (EV, IA o semejantes) son:

Filtro	Criterio	Consecuencia
Primer	Concentraciones de todas las muestras < Nivel de Remediación	Limpio (cumplió con los NR) puede concluir la remediación
Segundo	Media de Concentraciones de un polígono < Niveles de Remediación	Limpio (cumplió con los NR) puede concluir la remediación
Tercer	La proporción indica un valor < 0.1 Prueba de hipótesis	Limpio (cumplió con los NR) puede concluir la remediación

Acciones a implementar en base a los resultados del muestreo final: de acuerdo con los filtros y a la aplicación de las pruebas estadísticas propuestas, se aplicarán las distintas acciones en función a los siguientes escenarios:

- a. Si todos los resultados analíticos están por debajo de los niveles de remediación: Dado que se considera que el número de muestras es representativo de la población de estudio, se declarará que el área ha sido tratada satisfactoriamente y que las concentraciones de suelo están por debajo de los niveles de remediación autorizados.
- b. Si la prueba de hipótesis (segundo filtro) refleja que la media está por debajo de los niveles establecidos, y la prueba de hipótesis (tercer filtro) sobre la proporción indica que se está por debajo del 0.1, entonces: Dado que las pruebas estadísticas empleadas permiten establecer que el sitio ha sido remediado satisfactoriamente, y que los resultados por encima de los niveles de remediación se pueden atribuir a factores puntuales más que a patrones de contaminación, **se realizará lo siguiente: (b.1) continuar el tratamiento en el polígono o (b.2) realizar la extracción del suelo a partir de las muestras que hayan reportado valores por encima de los niveles, tomando como zona de inicio de los trabajos el punto de muestreo y profundidad** específica para realizar una excavación de forma radial, verificando con equipo de campo (por ejemplo sonda petrosense) las concentraciones del suelo removido, hasta que se alcancen los Niveles de Remediación en las paredes y fondo de la excavación, lo cual será corroborado después de la conclusión de trabajos por un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) subsecuente de suelos

por un laboratorio acreditado ante EMA y aprobado por PROFEPA. Una vez concluidas estas acciones, y comprobado a través del MFC subsecuente que se cumplieron con los Niveles de Remediación se declarará que el área ha sido tratada satisfactoriamente y que las concentraciones de suelo en los polígonos están por debajo de los niveles establecidos por la autoridad,

- c. Si la prueba de hipótesis (segundo filtro) refleja que la media está por encima de los niveles establecidos, y la prueba de hipótesis (tercer filtro) sobre la proporción indica que se está por debajo del 0.1, entonces: Debido a que la segunda prueba (de proporciones) permitiría concluir que la media fue influenciada por la presencia de algunos valores extremos, pero que realmente las concentraciones excedentes están dadas por datos puntuales y no por una gran proporción del total de resultados, se aplicarían las mismas acciones que con el supuesto anterior.
- d. Si la prueba de hipótesis (segundo filtro) refleja que la media está por encima o por debajo de los niveles establecidos, y la prueba de hipótesis (tercer filtro) sobre la proporción indica que se está por encima del 0.1, entonces: dado que las pruebas estadísticas empleadas indicarían que el polígono en cuestión no ha sido remediado satisfactoriamente, y que los resultados por encima de los niveles de remediación se pueden atribuir más a patrones de contaminación que a cuestiones meramente puntuales, sería necesario aplicar un esquema de evaluación de los resultados más detallado para un posible re-tratamiento o plan **emergente. En primer lugar, se elaborarían mapas interpolados de distribución de contaminantes (mapas de iso-concentración), empleando para ello la totalidad de resultados y agrupados por profundidad de muestreo, para así identificar patrones en superficie y a profundidad que permitan delimitar áreas y volúmenes por encima de los niveles de remediación. Posteriormente, se realizará (d.1) la continuación del tratamiento o (d.2) la extracción del suelo a partir de las áreas y volúmenes previamente delimitados en campo, verificando con equipo portátil (por ejemplo sonda petrosense) las concentraciones del suelo removido, hasta que se alcancen los Niveles de Remediación en las paredes y fondo de la excavación o hasta alcanzar la profundidad máxima de remediación. Las mediciones de campo serán corroboradas por un muestreo de suelos de dichas paredes y fondos en laboratorio acreditado. Una vez concluidas estas acciones y removido todo el volumen de suelo por encima de los niveles de remediación, se procederá a realizar un Muestreo Final Comprobatorio (MFC) subsecuente y los análisis de suelos realizado por un laboratorio acreditado ante EMA y aprobado por PROFEPA. sobre las zonas previamente acotadas para garantizar que el área ha sido remediada satisfactoriamente.**

## **4. GLOSARIO DE TÉRMINOS**



## 4. GLOSARIO DE TERMINOS

**POBLACIÓN OBJETIVO.** Conjunto del que se elige la muestra.

**MUESTRA.** Pequeña parte de la población.

**PARAMETRO POBLACIONAL.** Magnitud medible que permite presentar en forma más simple las características principales de una población, parámetros poblacionales: media, varianza,  $p$  (probabilidad de éxito), mediana, momentos, curtosis.

**ESTIMACIÓN. O INFERENCIA ESTADÍSTICA.** Hecho de deducir ciertos hechos acerca de la población a partir de los resultados encontrados en muestras.

**ESTADÍSTICO O ESTADÍSTICO MUESTRAL.** Toda cantidad que se obtiene de una muestra con el propósito de estimar un parámetro poblacional.

**MUESTREO:** Proceso de obtener muestras.

**MEDIA.** Promedio aritmético de un parámetro en toda la población de las muestras.

**VARIANZA.** Medida de la dispersión de un parámetro con respecto a la media del mismo.

**DESVIACIÓN ESTÁNDAR O ERROR ESTÁNDAR.** La raíz cuadrada de la varianza. A veces también se le denomina error estándar.

**ESTIMADOR INSESGADO.** Es aquel estadístico que su media o su esperanza matemática es igual al parámetro poblacional.

**ESTIMADOR MÁS EFICIENTE.** Aquel estadístico, de entre varios con el mismo valor, que presenta una varianza más pequeña.

**NIVEL DE CONFIANZA.** Porcentaje de confianza. Probabilidad previa de que el intervalo de confianza a calcular contenga al verdadero valor del parámetro. Se indica por  $1-\alpha$  y habitualmente se da en porcentaje  $(1-\alpha)\%$ .

**CONFIABILIDAD.** Afirmación del error o precisión de la estimación.

**INTERVALOS DE CONFIANZA.** Intervalo establecido que está entre los límites de confianza.

**LÍMITES DECONFIANZA.** Par de números entre los cuales (intervalo de confianza) se estima que estará un parámetro poblacional con probabilidad determinada (nivel de confianza) de acierto.

**PERCENTIL.** Porcentaje del área unitaria total bajo la curva de densidad a la izquierda de una ordenada.

**CUARTIL.** Múltiplos del percentil 25 (25, 50, y 75%)

**CURTOSIS.** En una distribución, es la medida del grado de concentración de valores cercanos a la media.

**HIPÓTESIS NULA.** Es la suposición o conjetura que se va a probar o a rechazar.

**HIPÓTESIS ALTERNATIVA (S).** Cualquier suposición o conjetura (puede ser una o varias) que difiera de la hipótesis nula.

**PRUEBAS DE HIPÓTESIS.** Procedimientos que permiten decidir si se acepta o descarta una hipótesis o que determinan si las muestras observadas difieren de manera significativa de los resultados esperados, también se les denomina pruebas de significancia o reglas de decisiones. Para que una prueba de hipótesis sea buena deben minimizarse los errores de decisión.

**NIVEL DE SIGNIFICANCIA.** Probabilidad máxima que se estaría dispuesto a cometer un error de tipo I. a menudo esta probabilidad se especifica antes de tomar las muestras, para que los resultados que se obtengan no influyan en la decisión. En la práctica, se acostumbra que el nivel de significancia de 0.05 o 5%.

**ERROR TIPO I.** Rechazar la hipótesis nula cuando es cierta.

**ERROR TIPO II.** Aceptar la hipótesis nula cuando es falsa.

**DISTRIBUCIONES ESPECIALES DE PROBABILIDAD:** Binomial, Normal, Poisson, Multinomial, Hipergeométrica, Uniforme, Cauchy, Gamma, Beta, Ji cuadrada, t de Student, F, Normal bivariada, Diversas: 1. Geométrica, 2. Pascal o binomial negativa, 3. Exponencial, 4. De Weibull, 5. De Maxwell.

Fuentes: Cochran, 1998; Spiegel et al, 2010; y, Saval anexo 3 en SEMARNAT, 2010; wikipedia.

## **5. REFERENCIAS**





## 5. REFERENCIAS

Getty, Rik. Statistical confidence as it relates to soil sampling at Rocky Flats. June, 2006.

Gibbons, Robert; Coleman, David. Statistical Methods for Detection and Quantification of Environmental Contamination. July, 2001.

Gilbert, Richard. Statistical Methods for Environmental Pollution Monitoring. February, 1987.

Minnesota Department of Agriculture. Draft soil sampling design plan using EPA data quality objectives. April, 2003.

Patil, G.P.; Taillie, C. Statistical evaluation of the attainment of interim cleanup standards at hazardous waste sites. Environmental and Ecological Statistics 1, 333-351. 1994.

United States Environmental Protection Agency. Soil Screening Guidance: Technical Background Document Table of Contents. July, 1996.

United States Environmental Protection Agency. Methods for evaluating the attainment of cleanups standards, Vol. 1., February, 1989.

United States Environmental Protection Agency. Preparation of soil sampling protocols: Sampling techniques and strategies. July, 1992.

United States Environmental Protection Agency. Guidance on systematic planning using the data quality objectives process. February, 2006.

United States Environmental Protection Agency. Methods for -Evaluating the Attainment of Cleanup Standards Volume 1: Soils and Solid Media, February, 1986.

Pemex 2009-2010. Programa de Remediación de la Ex Refinería 18 de marzo, propuestas de muestreos finales comprobatorios.

Propuesta de plan de muestreo final comprobatorio para las áreas de amortiguamiento del predio norte de la ex refinería 18 de marzo. 2010. No publicado.

Recopilación de resultados de MFC en biopilas del predio norte de la Ex Refinería 18 de marzo. 2010. No publicado.



## **ANEXOS**



# ANEXO 1

Traducción del documento MÉTODOS PARA EVALUAR EL CUMPLIMIENTO DE LOS NIVELES (ESTÁNDARES) DE LIMPIEZA. VOL. 1 SUELO Y MEDIOS SÓLIDOS. USEPA EPA 230/02-89-042.

## RESUMEN EJECUTIVO

Se enfatizan los métodos estadísticos, debido a que es una necesidad práctica decidir si un sitio alcanza los niveles de limpieza establecidos, a pesar de la incertidumbre. La incertidumbre surge debido a los responsables de la gestión de la remediación se enfrentan a que solo es posible muestrear y analizar una pequeña porción del suelo en el sitio y aun así se debe tomar decisiones acerca de todo el sitio.

Los métodos en este documento abordan los límites de limpieza teniendo tres componentes que influyen en el total rigor del estándar. El primer componente es la magnitud, nivel o concentración que se considera protege la salud humana y el ambiente. El segundo componente del estándar es el muestreo que es hecho para evaluar si un sitio está arriba o abajo del estándar. El componente final es como los resultados se comparan con el estándar para decidir si las acciones de remediación fueron exitosas. Todos estos tres componentes son importantes. La falla en cualquiera de ellos puede acarrear mucha menor limpieza a la deseada. Los responsables de la gestión deben ver más allá del nivel de limpieza y explorar el muestreo y el análisis que permitirán la evaluación del sitio con respecto al estándar de limpieza.

Los conceptos y soluciones a las dificultades potenciales se presentan en secuencia con una introducción al razonamiento estadístico requerido para implantar estos métodos. Cuando se describen las actividades de planeación; se requiere la participación de aspectos estadísticos y no estadísticos. Los aspectos estadísticos del campo de muestreo se presentan. Finalmente, una serie de capítulos metodológicos se presentan para considerar el estándar de limpieza como:

- 1) Una condición de promedio.
- 2) Como un valor a ser rara vez excedido.
- 3) Definido por pequeños discretos puntos rojos (hot spots) que pueden estar presentes.
- 4) Amplias áreas que deben definirse y caracterizarse.

El Capítulo Uno presenta lo necesario para la guía y su aplicación con estándares con base en riesgo, bajo varias alternativas de tratamiento, y en varias partes del programa Superfund. Los estándares desarrollados y utilizados depende de ciertos factores, y las tres categorías de estándares usados por la USEPA se discuten: basados en la tecnología, basados en niveles de fondo, y basados en riesgo.

Los métodos estadísticos descritos en este manual son útiles en varias fases de implantación de la tecnología de tratamiento, prueba, piloto, y a gran escala. Además, los métodos en este manual aplican para varias circunstancias programáticas incluyendo sitios Superfund y la aplicación de acciones de remediación.

El Capítulo Dos señala conceptos estadísticos relacionados a la evaluación del cumplimiento de la limpieza. Se presentan discusiones de la forma de las hipótesis nula y alternativa, tipos de errores, curvas de potencia estadística, y datos especiales como menos que el límite de detección y valores atípicos.

El responsable del sitio inevitablemente confronta la posibilidad de error al evaluar el cumplimiento del estándar de limpieza: ¿realmente está el sitio contaminado porque pocas muestras están arriba del estándar? Contrariamente, ¿un sitio realmente está limpio porque el muestreo revela que la mayoría de las muestras están dentro del estándar de limpieza? Los métodos estadísticos demostrados en esta guía permiten hacer la toma de decisiones bajo incertidumbre y extrapolación válidas de la información que puede defenderse y usarse con confianza para determinar si un sitio alcanza el nivel de limpieza.

El procedimiento en este documento es a favor de proteger el ambiente y la salud humana. Si la incertidumbre es grande o el muestreo inadecuado, estos métodos concluyen que el área de muestreo no cumple con el nivel de limpieza. Entonces, la hipótesis nula, en terminología estadística, es que el sitio no cumple con el estándar hasta que se adquieren suficientes datos para concluir lo contrario.

El Capítulo Tres discute los pasos para especificar los objetivos de cumplimiento. La definición de los objetivos de cumplimiento es la primera tarea en la evaluación de si un sitio ha cumplido el nivel de limpieza. Los objetivos de cumplimiento no son especificados por estadísticos, pero deben proveerse por evaluadores de riesgo, ingenieros, y científicos del suelo. Especificar los objetivos involucra especificar las sustancias químicas de interés y los niveles de limpieza, así como elegir, el área a ser remediada.

El Capítulo Cuatro presenta enfoques para el diseño de planes de muestreo y análisis para verificación de la remediación. La especificación de este plan requiere consideración de cómo proteger al ambiente y la salud humana y cómo alcanzar adecuada precisión a costo razonable en el muestreo y en el análisis.

Los diseños de muestreo considerados en este documento son muestreo aleatorio, muestreo estratificado, muestreo sistemático, y muestreo secuencial. Las diferencias en estos enfoques, incluyen ventajas y desventajas, ambas se discuten y se muestran gráficamente. Con cualquier plan, los métodos de análisis deben ser consistentes con el diseño del muestreo.

El objetivo primario del plan de análisis involucra tomar la decisión con respecto cómo tratar el nivel de limpieza aplicable.

El Capítulo Cinco discute los aspectos estadísticos en los procedimientos en campo. Se discuten los procedimientos usados para establecer ubicaciones de muestras aleatorias y sistemáticas. Además, se discuten e ilustran las ventajas y desventajas de métodos para submuestreo en profundidad. Los tres enfoques presentados son muestreo discreto a profundidad, compuesta en profundidad, y muestreo aleatorio en profundidad.

El Capítulo Seis describe procedimientos para determinar si hay confianza de que la concentración media del contaminante en un área muestreada es menor que el estándar de limpieza, basado en los resultados de un conjunto de muestras. Se dan fórmulas básicas y se usan ejemplos para ilustrarlas. El punto primario es que para asegurar con una confianza que la media del sitio está debajo del nivel de limpieza por una distancia determinada de un límite de confianza.

Los tópicos: determinación del tamaño de la muestra, cálculo de la media, desviación estándar, y intervalo de confianza, y decidir si el área de muestreo cumple con el estándar de limpieza, se discuten para tres planes de muestreo.

- Muestreo aleatorio simple
- Muestreo estratificado aleatorio
- Muestreo sistemático

El Capítulo Siete presenta diversas fases que permiten la evaluación de que si una porción especificada o una porción de suelo en un sitio contaminado con residuos peligrosos está debajo del límite de limpieza. Los métodos descritos aplican si hay interés en verificar que solo una pequeña porción o porcentaje del suelo en el sitio excede el estándar de limpieza.

Una forma de implementar estos métodos es usar reglas simples de excedencia. Un tamaño de muestra y un número de excedencias son especificadas coincidiendo con un nivel aceptable de certidumbre y nivel de limpieza. Si se obtiene el número pre-especificado de muestras y el número de excedencias es menor o igual al número permitido de excedencias se juzga que el sitio está limpio. Si hay más excedencias que las permitidas entonces no puede verificarse la limpieza. A mayores excedencias permitidas, se necesitan más muestras de suelo para mantener el rendimiento del método.

Capítulo Ocho trata el muestreo secuencial como un método para probar percentiles. A diferencia de los métodos de tamaños de muestra fijos discutidos en los dos capítulos previos, con el muestreo secuencial, se ejecuta una prueba estadística para cada muestra o pequeño lote de muestras que es colectado y analizado. La prueba entonces hace una de tres decisiones: el sitio ha cumplido con el nivel de limpieza, el sitio no ha cumplido con el nivel de limpieza, o elegir otra(s) muestra(s). Los hallazgos del muestreo secuencial pueden responder rápidamente a sitios muy limpios o muy contaminados y ofrecer ahorros en costos. Aunque estos procedimientos permiten un menor tamaño de muestra en promedio que los procedimientos con tamaño de muestra fijo, para ser prácticos, requiere de métodos de laboratorio de rápida respuesta.

El Capítulo Nueve ilustra el diseño de planes de muestreo para encontrar puntos con remanente de contaminación focos rojos (hot spots). Se trata acerca de las conclusiones que pueden dibujar con respecto a la presencia o ausencia de focos rojos. Los focos rojos se definen generalmente como áreas relativamente pequeñas, localizadas, y elípticas con contaminantes a concentraciones que rebasan los límites de limpieza. Se proporcionan tablas para ayudar a determinar el espaciamiento de las mallas y detección de focos rojos de varios tamaños con diferentes probabilidades.

En el Capítulo Diez se discute acerca de los métodos geoestadísticos, que proporcionan un método para mapear datos espacialmente que permiten la interpolación entre puntos de datos existentes y un método para estimar la precisión de la interpolación. Las aplicaciones Geoestadísticas son descritas como un proceso de dos pasos. Primero, la relación espacial es modelada con un variograma y entonces el variograma es usado él un algoritmo kriging para estimar las concentraciones en puntos donde no se muestreo. El indicador y la probabilidad kriging son muy útiles para propósitos de verificación de la remediación.

Los métodos Geoestadísticos tienen muchas aplicaciones en la tecnología de remediación de suelos, especialmente cuando necesita caracterizarse la extensión de la contaminación. Este capítulo incluye una guía para ayudar a decidir si un análisis geoestadístico de los datos y los métodos de evaluación son apropiados para usar en actividades de remediación del suelo que involucran remoción, homogeneización y enjuague.



Antes de aplicar las técnicas krigging se requiere de estudio posterior de parte del usuario. Se listan documentos de referencia. Porque el krigging no puede implementarse convenientemente o prácticamente sin una computadora y un software apropiado, una familiaridad de primer nivel con la metodología a lo largo con el uso de paquetes de software es deseable para explorar ejemplos de aplicaciones y escenarios de datos. EPA ha desarrollado la primera versión de un paquete de software geoestadístico que puede obtenerse siguiendo las instrucciones al final del capítulo 10.

## **CAPÍTULO UNO: INTRODUCCIÓN**

Los siguientes factores son importantes para decidir si un sitio alcanza los niveles de limpieza:

- La extensión espacial del muestreo y el tamaño del área muestreada.
- El número de muestras tomadas.
- La estrategia de toma de muestras.
- La forma en que los datos son analizados.

Este documento discute métodos de análisis de datos y estadísticos para evaluar la efectividad de las acciones de remediación. Sin embargo, hay muchos otros aspectos técnicos a este problema. Es esencial la participación de científicos especialistas en suelos, ingenieros, geólogos, hidrólogos, geoquímicos, y analistas químicos. Debe haber diálogo en este grupo, incluyendo especialistas en estadística, para que cada miembro entienda y considere el punto de vista de los otros. Solo a través de la colaboración puede desarrollarse efectivamente el esquema para evaluar la efectividad de las acciones de remediación.

Este documento no intenta dirigir otros aspectos tales como:

- Protocolos de toma de muestras.
- Áreas de la zona vadosa de interés bajo diferentes situaciones.
- La influencia de la química del suelo.
- Tipos de residuos o procesos industriales.
- Procedimientos de lixiviación que aproximan los procesos de intemperismo esperados y consideraciones de riesgo.
- Métodos de análisis útiles para matrices de suelo particulares.
- Aspectos de la remediación de suelos.

La siguiente figura se muestra la tabla 1.1 lista otras guías relevantes de la EPA sobre muestreo y evaluación de suelos y medios sólidos que aplican, tanto componentes estadísticos como otros componentes técnicos de un programa de muestreo y análisis.

La selección de los métodos estadísticos para uso en la evaluación del cumplimiento de los estándares de limpieza depende de las características de los datos. En suelos las concentraciones de contaminantes cambian relativamente lentamente, con poca variación estacional. En el agua subterránea, el número de mediciones disponibles para caracterización espacial está limitado a patrones estacionales que pueden existir en los datos.

**FIGURA 8: GUÍAS RELEVANTES DE LA EPA SOBRE MUESTREO Y EVALUACIÓN DE SUELOS Y MEDIOS SÓLIDOS**

Title	Sponsoring Office	Date	ID Number
Preparation of Soil Sampling Protocol: Techniques and Strategies	EMSL-LV ORD	August 1983	EPA 600 4-83-020
Soil Sampling Quality Assurance User's Guide	EMSL-LV ORD	May 1984	EPA 600 4-84-043
Verification of PCB Spill Cleanup by Sampling and Analysis	OTS OPTS	August 1985	EPA 560 5-85-026
Guidance Document for Cleanup of Surface Impoundment Sites	OERR OSWER	June 1986	OSWER DIRECTIVE 9380.0-6
Test methods for Evaluating Solid Waste	OSW OSWER	November 1987	SW-846
Draft Surface Impoundment Clean Closure Guidance Manual	OEWS OSWER	March 1987	OSWER DIRECTIVE 9476.0-8.C
Data Quality Objectives for Remedial Response Activities: Development Process	OERR OSWER	March 1987	EPA 540 G-87/003
Data Quality Objectives for Remedial Response Activities: Example Scenario RI/FS Activities at a Site with Contaminated Soils and Ground Water	OERR OSWER	March 1987	EPA 540 G-87/004

Los métodos descritos en este documento pueden ser útiles para:

- Verificar la limpieza inicial de las acciones de atención a emergencias ambientales a la contaminación obvia.
- Evaluar la utilidad de la tecnología de remediación en tratar contaminantes con respecto a un estándar particular.
- Para contestar las siguientes preguntas: ¿cuánto es suficiente? ¿Cuándo parar de limpiar? ¿cuánto se debe muestrear? ¿qué patrón o método de diseño de muestreo debe aplicarse? ¿cómo minimizar la oportunidad de decir que el sitio está contaminado cuando está básicamente limpio? Y la pregunta última ¿cómo saber que el estándar ha sido alcanzado en la totalidad de sitio, conociendo que la decisión se basa en un conjunto de datos que es incompleto e incierto?
- Estudios de tratabilidad (¿protocolos de prueba?).
- Estudios de tratabilidad a escala de laboratorio o piloto.
- Tratamiento de suelo por modificación química. Para no dañar la estabilización/solidificación de tratamiento muestreando. Los planes de monitoreo deben desarrollarse antes de que se realice la mezcla. El muestreo puede ocurrir por tomar muestras en posiciones ubicadas aleatoriamente a través del sitio y entonces derramar en moldes cilíndricos del material después de que se mezcla y antes de colocarse. Deben obtenerse suficientes moldes para las evaluaciones iniciales del sitio y para monitorear el proceso de envejecimiento del material estabilizado. Durante el análisis, las concentraciones son medidas de

los lixiviados obtenidos de un método de extracción aceptado. La evaluación de los lixiviados de los moldes permiten la determinación de si el material tratado cumple o continúa cumpliendo con el nivel de limpieza relevante.

- Tratamientos in situ. No debe utilizarse muestreo sistemático después de implantar una tecnología de tratamiento que implique arreglo de pozos, pues regularmente este arreglo implica algún patrón, por lo que las muestras podrían ubicarse en áreas con altas o bajas concentraciones. Se recomienda muestreo aleatorio para evitar este problema. Además el sistema en el suelo debe estar en estado estacionario durante el programa de muestreo. Lo que requiere que los procesos de extracción estén apagados y hayan permitido al sistema regresar a su balance original. Esto puede tomar algo de tiempo dependiendo de las características del sistema.
- Remisión o excavación de suelo. Debe hacerse muestreo para verificar que se ha excavado suficiente suelo y asegurar que el suelo limpio no ha sido necesariamente removido. En este caso pueden ser útiles las aplicaciones geoestadísticas y los planes de muestreo y análisis para identificar focos rojos que debe removerse.

## **CAPÍTULO 2. INTRODUCCION A CONCEPTOS ESTADÍSTICOS Y DECISIONES**

Para balancear dos escenarios posibles: que el sitio esté contaminado cuando el muestreo muestra que se cumplió con el nivel de limpieza y que el sitio esté limpio cuando las muestras señalan que sigue contaminado, se usan estrategias estadísticas.

Los métodos estadísticos realizan una poderosa y útil función que permiten extrapolar desde un conjunto de muestras al sitio completo con una manera científicamente confiable.

Este capítulo presenta conceptos estadísticos y su aplicación específica para la evaluación de estándares de limpieza. Se discute y promueve el entendimiento de conceptos como hipótesis nula y alternativa, tipos de errores, potencia estadística, y manejo de estructuras especiales de datos como menores que el límite de detección y valores atípicos. Sin embargo, no es necesario leer este capítulo para aplicar los métodos en este manual.

### **2.1 FORMULACIÓN DE HIPÓTESIS E INCERTIDUMBRE**

Conclusiones que se pueden formular:

- El sitio cumple con los estándares de limpieza.
- El sitio no cumple con los estándares de limpieza.
- Se requiere más información para hacer la decisión con un nivel de confianza específico.

En la terminología aplicada en este documento, la hipótesis nula es que el sitio no cumple con el nivel de limpieza.

Estableciendo  $\Phi$  como el valor verdadero (pero desconocido) de una particular propiedad del suelo, tal como la concentración media de una sustancia química específica de todo el sitio. La hipótesis nula es:

$H_0: \Phi \geq$  Estándar de limpieza (Contaminado).

Y la hipótesis alternativa es:

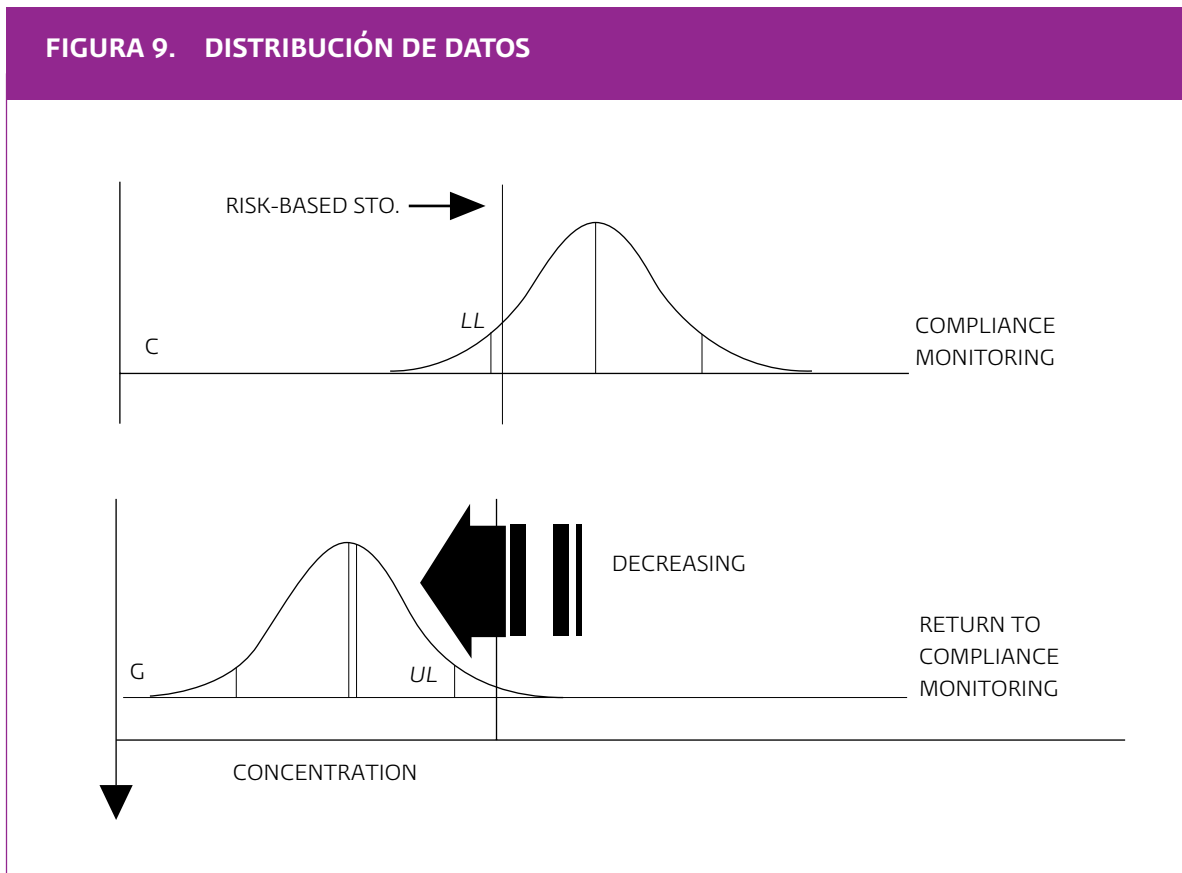
$H_1: \Phi <$  Estándar de limpieza (Remediado o limpio).

Al plantear como hipótesis nula que el sitio está contaminado no se tomará la decisión de que ya está remediado hasta que no se demuestre que hay que rechazar la hipótesis nula.

Si se invirtieran las hipótesis nula y alternativa podría resultar en niveles de limpieza muy diferentes.

Cuando se especifican los objetivos de la remediación del sitio es muy importante decir que el sitio se considerará limpio hasta que el programa de muestreo indique con confianza razonable que las concentraciones de los contaminantes del sitio completo son estadísticamente menores que el nivel de limpieza. Esta descripción en que el sitio será designado limpio solo después de que se observe que la gran mayoría de los datos está debajo del estándar de limpieza. Sin embargo, el cumplimiento frecuentemente se describe erróneamente diciendo que las concentraciones del sitio no excederán el estándar de limpieza. Esta segunda prescripción puede resultar que la mayoría de los datos sean mayores al estándar de limpieza.

**FIGURA 9. DISTRIBUCIÓN DE DATOS**



Las variaciones en el muestreo y en el análisis de laboratorio introducen incertidumbre en la decisión de cumplimiento del estándar de limpieza. Como resultado de la incertidumbre y el arreglo de las hipótesis nula y alternativa, el sitio puede determinarse limpio cuando, de hecho, no lo está, resultando en una decisión de falso positivo (Error Tipo I); o al contrario puede decidirse que se requiere remediación adicional cuando no es así falso negativo (Error tipo 2). La letra griega alfa ( $\alpha$ ) se usa para representar la probabilidad de un falso positivo y la letra beta ( $\beta$ ) se utiliza para representar la probabilidad de una decisión de falso negativo.

Decisión basada en los datos de muestreo	Condición verdadera	
	Limpio	Contaminado
Limpio	Correcto Potencia ( $1-\beta$ )	Falso positivo (probabilidad de $\alpha$ )
Contaminado	Falso negativo (probabilidad de $\beta$ )	Correcto Potencia ( $1-\alpha$ )

Se pueden reducir ambos errores al mismo tiempo que se aumenta el porcentaje de tomar la decisión correcta, desafortunadamente esta reducción generalmente sólo puede lograrse aumentando el muestreo, lo cual puede ser muy costoso.

## 2.2. CURVAS DE POTENCIA Y MÉTODOS PARA EXPRESAR LA INCERTIDUMBRE Y DESARROLLAR REQUERIMIENTOS DE TAMAÑOS DE MUESTRAS

La probabilidad de declarar un área muestreada limpia depende de la media de la concentración de la población. Las curvas de potencia muestran la probabilidad de decidir el cumplimiento de un sitio sobre el eje vertical y la verdadera, pero siempre desconocida, concentración media de la población sobre el eje horizontal.

Los siguientes aspectos especifican la forma y ubicación de la curva de potencia:

- El coeficiente de variación de la población.
- El método de selección de la muestra (el plan de muestreo).
- La prueba estadística se utilizarse.
- La tasa de falso positivo.
- Y el tamaño de la muestra.

Hay dos usos importantes de las curvas de potencia. El primero es facilitar la comprensión del concepto que, aunque el sitio esté actualmente limpio, un conjunto de muestras del sitio pueden sugerir que está contaminado. Mientras más limpio esté el sitio, menos es la oportunidad e que esto pase. Al contrario, un sitio puede estar contaminado, pero una particular conjunto de muestras sugerir que está limpio. De igual manera mientras más contaminado esté el sitio, menor es la probabilidad de que esto ocurra. Las

oportunidades de estos errores se controlan por la posición y la forma de la curva de potencia con relación al estándar de limpieza. La forma ideal de la curva de potencia es una función escalón que tiene una probabilidad de 1 de declarar al sitio limpio si la concentración verdadera es menor que el estándar de limpieza y una probabilidad cero de declarar el sitio limpio cuando la concentración es mayor que el estándar de limpieza.

El segundo uso de una curva de potencia es ayudar a decidir un apropiado tamaño de muestra para el programa de muestreo. A menor variabilidad y más muestras tomadas, la curva de potencia es más cercana a la función escalón ideal descrita antes. Además, el intercambio en las tasas de falso positivo y falso negativo influye la posición de la curva de potencia. Se pueden utilizar las curvas de potencia del apéndice A para hacer el proceso de determinación del tamaño de la muestra de una de dos maneras:

- Eligiendo la curva de potencia deseada para las pruebas estadísticas y determinar desde esta curva en tamaño de muestra requerida, o
- eligiendo el tamaño de muestra a tomarse y determinando la curva de potencia resultante para el procedimiento estadístico.

Los capítulos 6, 7 y 8 proporcionan métodos específicos para hacer las determinaciones del tamaño de muestra.

## **2.3. CRITERIO DE CUMPLIMIENTO**

Deben especificarse las características de las concentraciones de los contaminantes de interés o las sustancias químicas de interés a compararse con el estándar de limpieza para definir la prueba estadística a utilizar para determinar si un área muestreada cumple o no el estándar de limpieza. Tales características pueden ser la media, la mediana, o el percentil 95 de las concentraciones. En otras palabras, debe decidirse si el estándar de limpieza se pretende aplicar al valor medio de manera que la media del sitio debe estar debajo del estándar de limpieza o si el estándar de limpieza es un valor percentil alto que debe excederse rara vez en sólo 5 o 10 % del sitio.

### **2.3.1. MEDIA**

Si la media es un resumen útil de la distribución depende de las características del área de muestreo y de los objetivos de limpieza. En una misma área con contaminación uniforme y muy poca dispersión o intervalo en las mediciones de las concentraciones, la media no trabaja bien. Si la dispersión de los datos es grande en relación con la media, las condiciones medias pueden no reflejar adecuadamente las partes más altamente contaminadas de la población. Si el interés es la exposición promedio o el riesgo crónico, la media puede ser un parámetro apropiado.

Cuando se utilice la media, deben considerarse el número de medidas que probablemente se registren como debajo del límite de detección. Con muchas observaciones debajo del límite de detección, la estimación simple de la población no puede calcularse.

## 2.3.2. PROPORCIONES O PERCENTILES

Los percentiles altos o las proporciones pertenecen a la cola de una distribución y permiten controlar los valores de grandes concentraciones. El percentil 50, la mediana, pueden ser una alternativa a la media.

Existen métodos disponibles para proporciones que no se afectan por concentraciones debajo del límite de detección, siempre y cuando el límite de detección esté debajo del estándar de limpieza.

## ANEXO 2

### APLICACIÓN DE ECUACIONES ESTADÍSTICAS Y SUS RESULTADOS EN LA DETERMINACIÓN DE NÚMEROS DE MUESTRAS

Si consideramos un caso ejemplar y comparamos los resultados de la aplicación de los siguientes tres métodos tenemos los siguientes resultados en cuanto a la determinación del número de puntos de muestreo, es de considerarse que estas ecuaciones NO son dependientes de la extensión a muestrear, lo cual muestra una de las fallas fundamentales de aplicar métodos estadísticos sin una evaluación crítica.

Ecuación	Parámetros					Número de Puntos de Muestreo
	$\alpha$	$\beta$	t	PO	P1	
<b>Ecuación 08</b>						
$n_{td} = \frac{\alpha^2}{C_s^2} * \left( \frac{Z_{1-\beta} + Z_{1-\alpha}}{C_s - \mu_1} \right)^2$	0.1	0.2	0.5			18
	0.05					25
	0.01					40
<b>Ecuación 09</b>						
$n_{td} = \left( \sum_{i=1}^L W_i \frac{W_i + \sigma_i}{\sqrt{C_s}} \right) * \left( \frac{Z_{1-\beta} + Z_{1-\alpha}}{C_s - \mu_1} \right) * \frac{W_i + \sigma_i}{\sqrt{C_s}}$	0.1	0.2	0.5			1.8
	0.05					2.47
	0.01					4.01
<b>Ecuación 10</b>						
$n_{td} = \left( \frac{Z_{1-\beta} \sqrt{P_1(1-P_1)} + Z_{1-\alpha} \sqrt{P_0(1-P_0)}}{P_0 - P_1} \right)^2$	0.1	0.2		0.1	0.2	59
	0.05					83
	0.01					140

### CONCLUSIONES

- Como puede observarse en la determinación del número de puntos de muestreo la aplicación de las ecuaciones resulta en tres órdenes de magnitud distintos (101, 102, 103).
- La estimación se realizó con los mismos parámetros o condiciones de seguridad (errores tipo 1 y 2).
- La elección de los parámetros es relativamente arbitraria. Un aumento de 10% en el error  $\alpha$  por ejemplo genera variaciones de 40 a 50% en el número de puntos de muestreo.

- Los resultados nos muestran que la aplicación de estas ecuaciones estadísticas deben de ser corregidas por criterios empíricos, antes de aplicarse en un problema real.
- Los criterios aplicables a la corrección de ecuaciones estadísticas son: la densidad de muestreo por volumen o área y la distribución homogénea por subgrupos (por sub volúmenes del volumen total de material a muestrear).

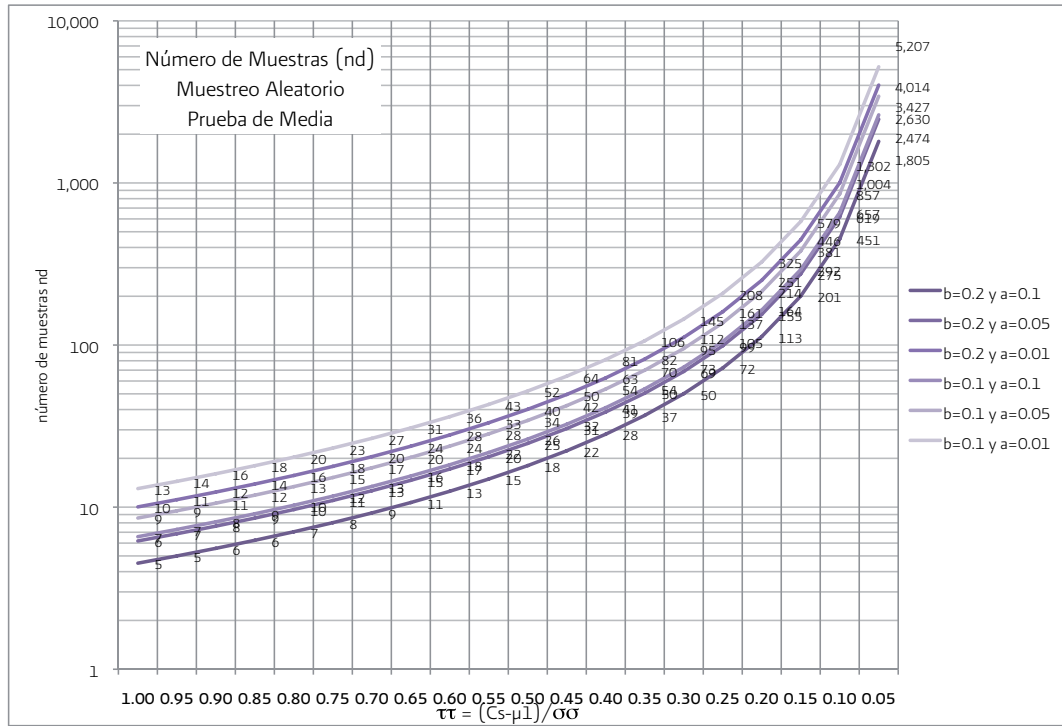
MUESTREO ALEATORIO PRUEBA CON LA MEDIA

Ecuación 11 
$$n_d = \overline{\alpha^2} * \left( \frac{z_{1-\beta} + z_{1-\alpha}}{C_s - \mu_1} \right)^2$$

	n = tamaño de muestra					
	$\beta=0.2$			$\beta=0.1$		
	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$
t	0.1	0.05	0.01	0.1	0.05	0.01
1.00	5	6	10	7	9	13
0.95	5	7	11	7	9	14
0.90	6	8	12	8	11	16
0.85	6	9	14	9	12	18
0.80	7	10	16	10	13	20
0.75	8	11	18	12	15	23
0.70	9	13	20	13	17	27
0.65	11	15	24	16	20	31
0.60	13	17	28	18	24	36
0.55	15	20	33	22	28	43
0.50	18	25	40	26	34	52
0.45	22	31	50	32	42	64
0.40	28	39	63	41	54	81
0.35	37	50	82	54	70	106
0.30	50	69	112	73	95	145
0.25	72	99	161	105	137	208
0.20	113	155	251	164	214	325
0.15	201	275	446	292	381	579
0.10	451	619	1,004	657	857	1,302
0.05	1,805	2,474	4,014	2,630	3,427	5,207



**FIGURA 10: DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 08**

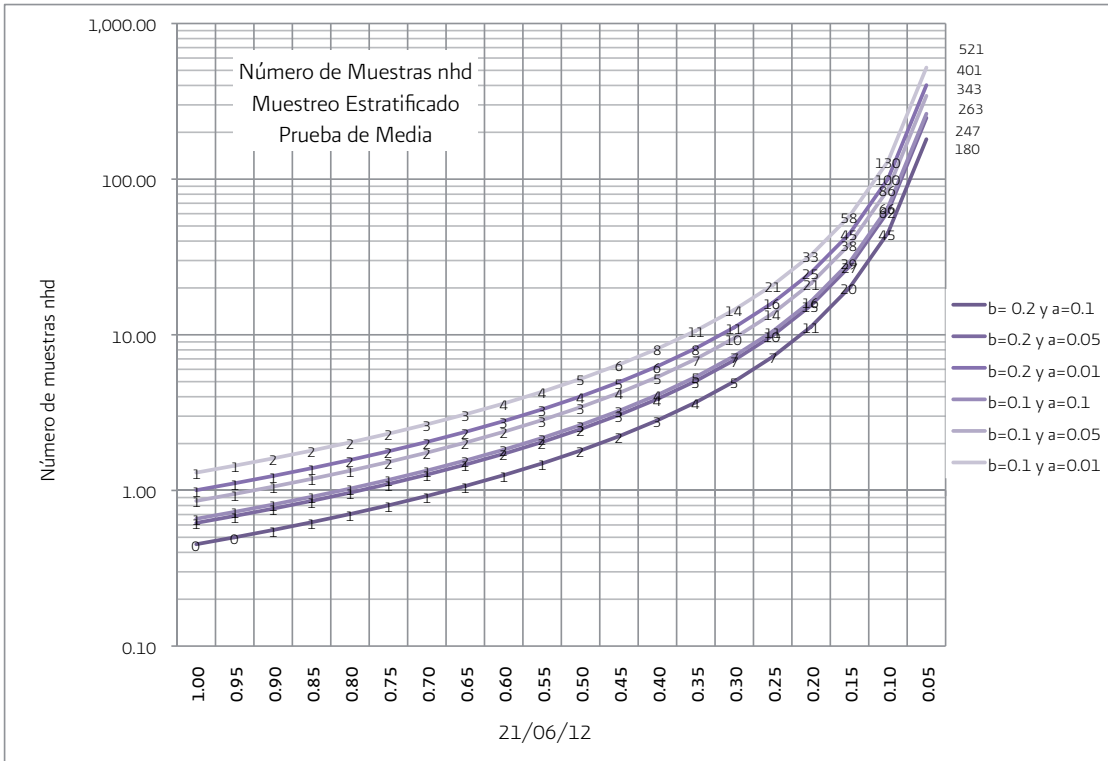


MUESTREO ESTRATIFICADO PRUEBA CON LA MEDIA

Ecuación 12 
$$n_{hd} = \left( \sum_{h=1}^L W_h \sigma_h \sqrt{C_h} \right) * \left( \frac{Z_{1-\alpha} + Z_{1-\beta}}{C_S - \mu_1} \right) + \frac{W_h * \sigma_h}{\sqrt{C_h}}$$

Wh: 0.100	n = tamaño de muestra					
número de estratos	$\beta=0.2$			$\beta=0.1$		
10	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$
t	0.1	0.05	0.01	0.1	0.05	0.01
1.00	0.45	0.62	1.00	0.66	0.86	1.30
0.95	0.50	0.69	1.11	0.73	0.95	1.44
0.90	0.56	0.76	1.24	0.81	1.06	1.61
0.85	0.62	0.86	1.39	0.91	1.19	1.80
0.80	0.70	0.97	1.57	1.03	1.34	2.03
0.75	0.80	1.10	1.78	1.17	1.52	2.31
0.70	0.92	1.26	2.05	1.34	1.75	2.66
0.65	1.07	1.46	2.38	1.56	2.03	3.08
0.60	1.25	1.72	2.79	1.83	2.38	3.62
0.55	1.49	2.04	3.32	2.17	2.83	4.30
0.50	1.80	2.47	4.01	2.63	3.43	5.21
0.45	2.23	3.05	4.96	3.25	4.23	6.43
0.40	2.82	3.87	6.27	4.11	5.35	8.14
0.35	3.68	5.05	8.19	5.37	6.99	10.63
0.30	5.01	6.87	11.15	7.30	9.52	14.46
0.25	7.22	9.90	16.06	10.52	13.71	20.83
0.20	11.28	15.46	25.09	16.44	21.42	32.54
0.15	20.05	27.49	44.61	29.22	38.08	57.86
0.10	45.11	61.85	100.36	65.74	85.67	130.18
0.05	180.46	247.41	401.45	262.96	342.69	520.71

FIGURA 11: DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 09

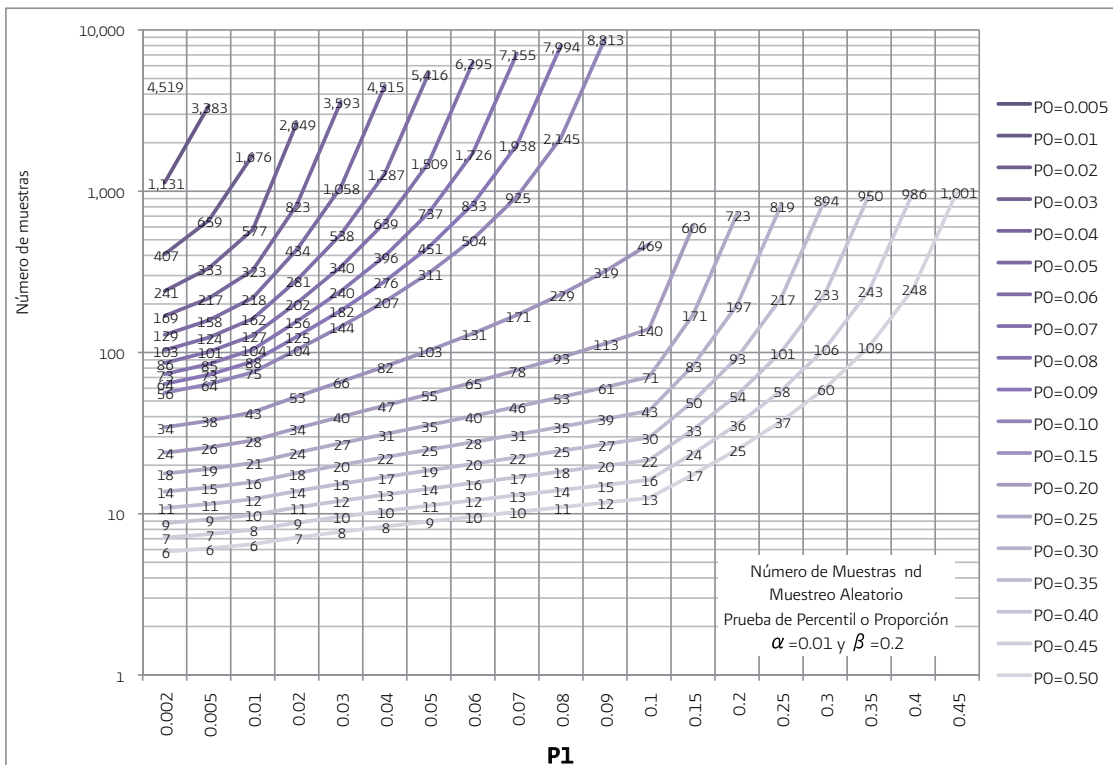


MUESTREO ALEATORIO PRUEBA CON PROPORCION O PERCENTIL

Ecuación 13 
$$n_{hd} = \left( \frac{Z_{1-\beta} \sqrt{P_1(1-P_1)} + Z_{1-\beta} \sqrt{P_0(1-P_0)}}{P_0 - P_1} \right)^2$$

ECUACION 10, VERSION $\alpha=00.1, \beta= 0.2$																			
$\alpha=$	0.1	$Z_{1-\alpha} = 1.282$																	
$\beta=$	0.2	$Z_{1-\beta} = 0.842$																	
PO	P1																		
	0.002	0.005	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.35	0.4	0.45
0.5	2	2	2	2	3	3	3	4	4	4	5	5	7	11	16	26	48	111	449
0.45	2	2	3	3	3	4	4	5	5	5	6	6	10	15	25	47	108	441	
0.4	3	3	3	4	4	5	5	6	7	7	8	9	14	23	44	103	424		
0.35	3	4	4	5	6	6	7	8	9	10	11	12	21	40	95	398			
0.3	4	5	5	6	7	8	10	11	12	14	16	18	35	85	363				
0.25	6	6	7	9	10	12	14	16	18	21	25	29	73	318					
0.2	8	9	10	12	15	18	22	26	31	38	47	59	265						
0.15	11	13	15	20	25	32	41	53	71	96	136	202							
0.1	19	22	27	39	57	84	129	214	399	940	3,913								
0.09	21	25	32	48	72	113	189	357	846	3,544									
0.08	24	29	38	60	97	164	314	750	3,166										
0.07	29	35	47	79	138	269	652	2,778											
0.06	35	44	60	111	223	551	2,381												
0.05	44	57	82	175	447	1,975													
0.04	58	79	125	341	1,559														
0.03	84	124	229	1,133															
0.02	145	254	693																
0.01	426	1,398																	
0.005	1,822																		

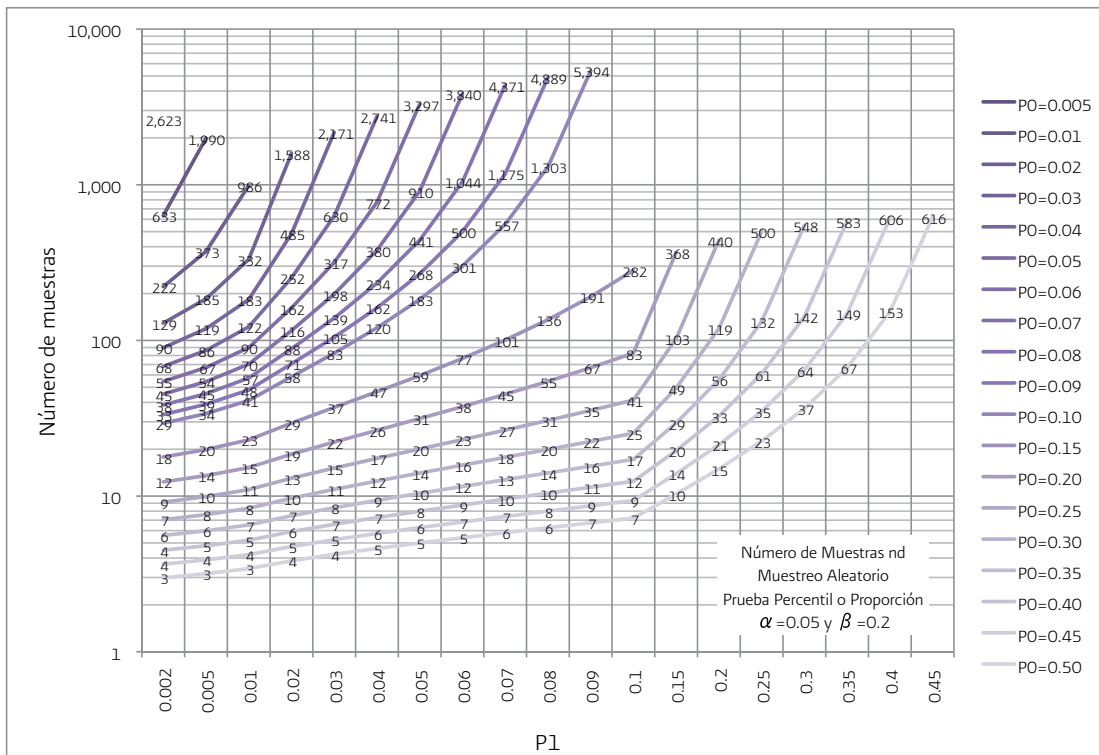
**FIGURA 12: DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 10, VERSION  $\alpha=0.01$ ,  $\beta= 0.2$**



ECUACION 10, VERSION  $\alpha=0.05$ ,  $\beta= 0.2$

$\alpha=$	0.05	$Z_{1-\alpha} = 1.645$																		
$\beta=$	0.2	$Z_{1-\beta} = 0.842$																		
PO	PI																			
		0.002	0.005	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.35	0.4	0.45
0.5	3	3	3	4	4	5	5	5	6	6	6	7	7	10	15	23	37	67	153	616
0.45	4	4	4	5	5	6	6	7	7	8	8	9	9	14	21	35	64	149	606	
0.4	4	5	5	6	7	7	8	9	10	10	10	11	12	20	33	61	142	583		
0.35	6	6	7	7	8	9	10	12	13	14	14	16	17	29	56	132	548			
0.3	7	8	8	10	11	12	14	16	18	20	20	22	25	49	119	500				
0.25	9	10	11	13	15	17	20	23	27	31	31	35	41	103	440					
0.2	12	14	15	19	22	26	31	38	45	55	55	67	83	368						
0.15	18	20	23	29	37	47	59	77	101	136	136	191	282							
0.1	29	34	41	58	83	120	183	301	557	1,303	1,303	5,394								
0.09	33	39	48	71	105	162	268	500	1,175	4,889										
0.08	38	45	57	88	139	234	441	1,044	4,371											
0.07	45	54	70	116	198	380	910	3,840												
0.06	55	67	90	162	317	772	3,297													
0.05	68	86	122	252	630	2,741														
0.04	90	119	183	485	2,171															
0.03	129	185	332	1,588																
0.02	222	373	986																	
0.01	633	1,990																		
0.005	2,623																			

**FIGURA 13: DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 10, VERSION  $\alpha=0.05$ ,  $\beta=0.2$**

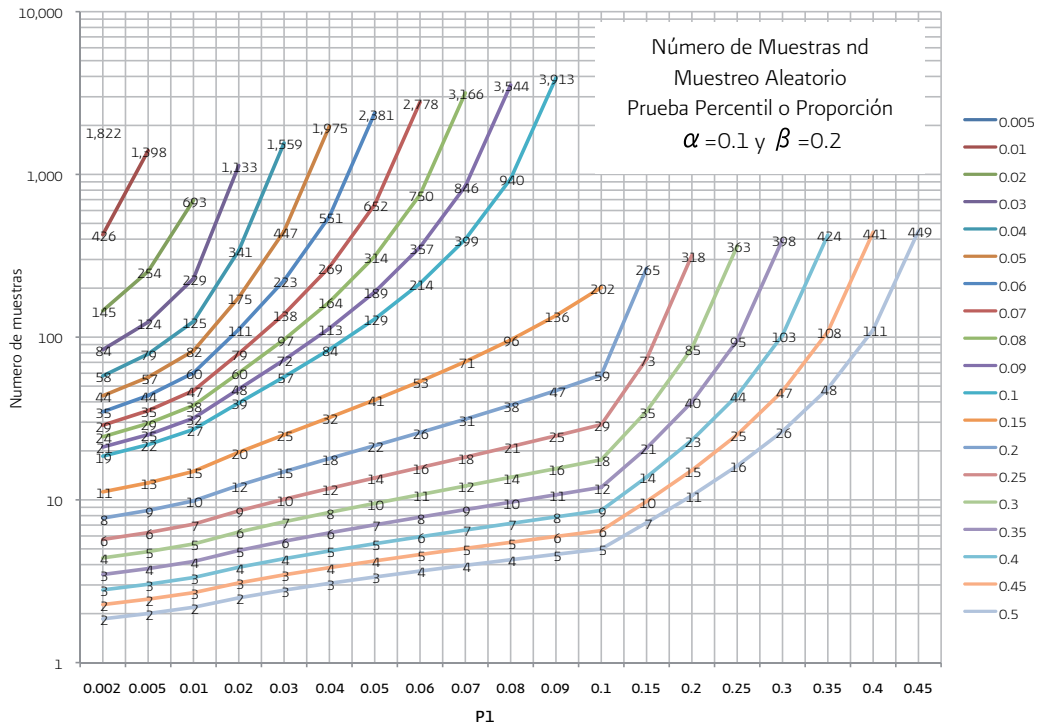


ECUACION 10, VERSION  $\alpha=0.1, \beta=0.2$

$\alpha=$	0.01	$Z_{1-\alpha} = 2.326$																			
$\beta=$	0.2	$Z_{1-\beta} = 0.842$																			
$P_0$	$P_1$	0.002	0.005	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.1	0.15	0.2	0.25	0.3	0.35	0.4	0.45	
0.5	6	6	6	6	7	8	8	9	10	10	11	12	13	13	17	25	37	60	109	248	1,001
0.45	7	7	7	8	9	10	10	11	12	13	14	15	16	24	36	58	106	243	986		
0.4	9	9	9	10	11	12	13	14	16	17	18	20	22	33	54	101	233	950			
0.35	11	11	11	12	14	15	17	19	20	22	25	27	30	50	93	217	894				
0.3	14	15	15	16	18	20	22	25	28	31	35	39	43	83	197	819					
0.25	18	19	19	21	24	27	31	35	40	46	53	61	71	171	723						
0.2	24	26	28	28	34	40	47	55	65	78	93	113	140	606							
0.15	34	38	43	43	53	66	82	103	131	171	229	319	469								
0.1	56	64	75	75	104	144	207	311	504	925	2,145	8,813									
0.09	64	73	88	88	125	182	276	451	833	1,938	7,994										
0.08	73	85	104	104	156	240	396	737	1,726	7,155											
0.07	86	101	127	127	202	340	639	1,509	6,295												
0.06	103	124	162	162	281	538	1,287	5,416													
0.05	129	158	218	218	434	1,058	4,515														
0.04	169	217	323	323	823	3,593															
0.03	241	333	577	577	2,649																
0.02	407	659	1,676																		
0.01	1,131	3,383																			
0.005	4,519																				



**FIGURA 14: DISTRIBUCIÓN DE DATOS ECUACION 10, VERSION  $\alpha=0.1$ ,  $\beta=0.2$**







***Guía Técnica de Orientación para la Planeación y Realización de Muestreos Finales Comprobatorios***

Se terminó de imprimir en el mes agosto de 2012,  
en Representaciones Comerciales y/o Miguel Fernández Domínguez  
Yucatán No. 9-B, Col. Héroes de Padierna, México, D.F., C.P. 10700

El tiro consta de 3 000 ejemplares

El cuidado de la edición estuvo a cargo de la Coordinación General de Comunicación Social,  
el contenido es responsabilidad de la Dirección General de Gestión Integral  
de Materiales y Actividades Riesgosas

