



NORMA MEXICANA

NMX-AA-013-SCFI-2006

RESIDUOS SÓLIDOS - DETERMINACIÓN DE pH – MÉTODO DE PRUEBA

SOLID WASTE - pH DETERMINATION – TEST METHOD

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALS-INDEQUIM S.A. DE C.V.
- BUFETE QUÍMICO, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C. LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICOS
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CONCENTRADOS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL S.A. DE C.V.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES S.A. DE C.V.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA DGCENICA
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DEL GRUPO MICROANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO, INDUSTRIAL Y AGRÍCOLA S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SAS
- LABORATORIOS ABC, QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS Y SUMINISTROS INDUSTRIALES, QUANTUM S.A. DE C.V.
- MICROECOL, S.A. DE C.V.
- ON-SITE ANALÍTICA DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- RESIDUOS INDUSTRIALES MULTIQUM, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
- LABORATORIO CENTRAL DE CALIDAD DE AGUAS

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2	RESUMEN	2
3	REFERENCIAS	2
4	DEFINICIONES	3
5	INTERFERENCIAS	3
6	SEGURIDAD	4
7	EQUIPO Y MATERIALES	5
8	REACTIVOS Y PATRONES	5
9	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	6
10	CONTROL DE CALIDAD	6
11	CALIBRACIÓN	13
12	PROCEDIMIENTO	13
13	CÁLCULOS	14
14	DESEMPEÑO DEL MÉTODO	14
15	MANEJO DE RESIDUOS	15
16	VIGENCIA	15
17	BIBLIOGRAFÍA	15
18	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	16

NORMA MEXICANA

NMX-AA-013-SCFI-2006

RESIDUOS SÓLIDOS - DETERMINACIÓN DE pH – MÉTODO DE PRUEBA.

SOLID WASTE - pH DETERMINATION – TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente define como materiales peligrosos a los: “Elementos, sustancias, compuestos, residuos o mezclas de ellos que, independientemente de su estado físico, representen un riesgo para el ambiente, la salud o los recursos naturales, por sus características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables o biológico-infecciosas”.

La corrosividad es una de las características con las que se identifican los residuos peligrosos; la NOM-052-SEMARNAT-2005, define que un residuo es considerado peligroso por corrosividad, cuando es capaz de corroer el acero al carbón (SAE 1020) a una velocidad de 6,35 milímetros o más por año, o bien si presenta un pH menor o igual a 2 ó mayor o igual a 12,5.

Pueden reaccionar peligrosamente con otros residuos o provocar la propagación de contaminantes tóxicos, o bien que son capaces de corroer el acero en ciertas condiciones y en cierto tiempo, con lo cual pueden llegar a fugarse de sus contenedores y liberar otros residuos.

El método establecido en esta norma mexicana, para la determinación de corrosividad es confiable, debido a que durante su desarrollo se fundamentó en procedimientos esenciales que fueron analizados con óptimos resultados, de manera que todos los requerimientos de desempeño especificados se deben cumplir.

Durante el desarrollo del método, se recomienda que el laboratorio no omita ninguna de las especificaciones establecidas en el mismo. Los términos “debe”, “puede” y “deberá” que se mencionan sirven para realzar la importancia de las especificaciones establecidas para producir datos verificables en los rangos de trabajo del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Este método describe el procedimiento para medir el pH en residuos sólidos y semisólidos.

1.2 Campo de aplicación

Este método es de aplicación nacional para determinar si un residuo en estado sólido o semisólido se considera peligroso si presenta la característica de corrosividad por tener un pH sobre la escala menor o igual a pH 2,0 o mayor o igual a pH 12,5.

2 RESUMEN

El pH de la muestra, se mide electrométicamente, utilizando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo combinado. El instrumento de medición, se calibra utilizando una serie de disoluciones estándares de pH conocido en el intervalo de pH 2,0 a pH 12,5 aproximadamente.

Pesar aproximadamente 20 g de muestra, agregar agua destilada, agitar constantemente y medir el pH con una cinta, varilla o papel indicador de pH, verificar la calibración del potenciómetro con un mínimo de dos disoluciones estándar, medir el pH directamente en la muestra con el potenciómetro. Las mediciones se realizan por triplicado en forma independiente para cada muestra.

3 REFERENCIAS

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

NOM-052-SEMARNAT-2005

Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 23 de junio de 2006.

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana, se establecen las siguientes definiciones:

4.1 Blanco de campo:

Alícuota de agua reactivo que es colocada en un envase para muestra en el laboratorio, empacada para el muestreo, y tratada como una muestra en todos los aspectos, incluyendo el contacto con los equipos de campo y expuesta a las condiciones del sitio de muestreo, almacenaje, preservación y todos los procedimientos analíticos, los cuales pueden incluir filtración. El propósito del blanco de campo es determinar cual procedimiento de campo o transporte de muestra y ambiente ha contaminado la muestra.

4.2 Desviación estándar:

Cuando se utiliza este estadístico en el presente método, se refiere a la desviación estándar de la (s) muestra (s), calculada a partir de $n-1$ y no a la de la población (σ) la cual se calcula a partir de n .

4.3 Material de referencia para calibración:

Disolución preparada a partir de un material de referencia diluido y/o una disolución patrón se utiliza para calibrar la respuesta del instrumento con respecto a la concentración del analito.

4.4 Disolución del Material de Referencia para verificación de la calibración:

Disolución del Material de Referencia preparada a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, se utiliza para verificar la calibración inicial en el tiempo.

4.5 Potencial hidrógeno (pH):

El pH es el valor del logaritmo base 10 del inverso de la concentración de iones hidrógeno y se mide por medio de un electrodo de vidrio, que mide el potencial comparado con una referencia (calomel) en un potenciómetro, o un electrodo combinado.

5 INTERFERENCIAS

5.1 El error de sodio a niveles de $\text{pH} > 10$ puede ser reducida o eliminada utilizando un electrodo para bajo error de sodio.

5.2 Muestras con valores de $\text{pH} < 1$ pueden dar lecturas erróneas.

- 5.3** Los materiales aceitosos presentes en las muestras (aceite, diesel, etc.), pueden perjudicar la respuesta del electrodo ya que se adhieren a su superficie. Estas capas pueden generalmente ser eliminadas por medio de un enjuague o un lavado con detergente, continuando con un enjuague de agua destilada. Puede ser necesario un tratamiento adicional con ácido clorhídrico (1:10) para eliminar cualquier película sobrante.
- 5.4** Los efectos de la temperatura en la medición electrométrica del pH resultan de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la salida del electrodo a diferentes temperaturas. Esta interferencia puede ser controlada con instrumentos, que tienen compensación de temperatura o calibrando el sistema del electrodo a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de temperatura, es el cambio de pH debido a los cambios en la muestra conforme cambia la temperatura. Este error depende de la muestra y no puede ser controlado. Por lo tanto, esto deberá señalarse reportando tanto el pH como la temperatura al momento del análisis.

6 SEGURIDAD

- 6.1** Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Se debe tener un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 6.2** La carcinogenicidad de todos los reactivos no ha sido determinada con precisión; de todas maneras; cada sustancia química debe ser tratada como potencial peligro a la salud. La exposición a estas sustancias químicas debe ser reducida al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice monitoreos de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén disponibles para los analistas.

7 EQUIPO Y MATERIALES

7.1 Equipo.

- Medidor de pH.- Numerosos instrumentos están comercialmente disponibles con diferentes especificaciones y equipo opcional, debe tener compensador automático de temperatura.
- Electrodo de vidrio.
- Electrodo de referencia.- Podría utilizarse un electrodo de cloruro de plata-plata u otro electrodo de referencia de potencial constante.
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 g
- Agitador magnético y barra agitadora cubierta de politetrafluoroetileno (PTFE).

NOTA 1: Los electrodos combinados que incorporan tanto las funciones de medición como las de referencia conviene utilizarlos y están disponibles con sólido y materiales tipo gel que requieren un mantenimiento mínimo.

8 REACTIVOS Y PATRONES

Los reactivos que se mencionan deben ser grado reactivo, a menos que sea especificada alguna otra calidad.

8.1 Reactivos:

- Agua reactivo, ASTM tipo I
- Carbonato de calcio (CaCO_3)

8.2 Disoluciones:

- Disoluciones amortiguadoras comerciales de valor de pH 1,0, pH 4,0, pH 7,0 y pH 10,0 con certificados de trazabilidad.

8.2.2 Disolución amortiguadora a pH 12,45 a 25° C [Disolución saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$].- Colocar 100 g de CaCO_3 en un crisol de platino dentro de una mufla, calentar lentamente hasta 1 000 °C, calcinar durante 45 min., enfriar en un desecador a temperatura ambiente, agregar el contenido del crisol en un matraz que contenga 250 ml de agua, calentar a ebullición agitando constantemente, enfriar y filtrar el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ formado a través de

un papel filtro de porosidad media. Colectar el sólido y secarlo a 110° C, pulverizar en un mortero y almacenar en frasco cerrado dentro de un desecador.

- 8.2.3** Preparar la disolución saturada de Ca(OH)_2 , agitando vigorosamente aproximadamente 3 g del sólido en 1 L de agua reactivo recién hervida (libre de CO_2), a temperatura ambiente, guardar en frasco de polietileno de alta densidad o polipropileno (no poroso a gases), esta disolución se debe dejar reposar durante 30 minutos, el valor del pH de esta disolución es de 12,45. Esta disolución se debe usar dentro de las próximas 72 h.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 9.1** Cantidad mínima de muestra: 100 g.
- 9.2** Preservación: Temperatura 4° C
- 9.3** Tiempo máximo previo al análisis: Las muestras deberán analizarse tan pronto como sea posible.

10 CONTROL DE CALIDAD

- 10.1** Aspectos generales:
- 10.1.1** Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa formal de control de calidad (CC).
- 10.1.2** El desempeño del laboratorio se debe comparar con los criterios establecidos en la sección de desempeño, con objeto de evaluar si los resultados de los análisis cumplen con las especificaciones del método.
- 10.1.3** El analista debe hacer una demostración inicial de su habilidad para generar una exactitud y precisión aceptables por este método. El procedimiento debe realizarse como se menciona en el inciso 10.2.
- 10.1.4** Cada vez que se realice una modificación al método o que se cambie al analista responsable de llevar a cabo esta medición, el analista designado debe repetir el procedimiento mencionado en el inciso 10.2, si el cambio va a afectar alguno de los parámetros de desempeño del método, el laboratorio debe demostrar que los nuevos parámetros son iguales o mejores que los anteriores.

10.1.5 No se permite el uso de técnicas determinativas alternativas y/o cambios que degraden la ejecución del método. Si se utiliza una técnica analítica que no sea la especificada en este método, dicha técnica debe tener especificaciones iguales o mejores que la descrita en este documento para el analito de interés.

10.1.6 Es obligatorio para el laboratorio mantener los registros de las modificaciones realizadas a este método. Estos registros deben de incluir lo siguiente:

- La justificación por escrito de la necesidad de realizar modificaciones al método para ese analito.
- Resultados de todas las pruebas de control de calidad comparadas del método modificado con el método original, dichos datos deben incluir todos los parámetros mencionados en la sección de desempeño del método.
- Información que permita a un evaluador externo validar cada medición mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final. Lo anterior debe estar debidamente registrado e incluir, al menos los siguientes puntos:
 - Identificación de la muestra;
 - Número del lote analítico en el cual se analizó la muestra;
 - Fecha del análisis;
 - Procedimiento cronológico utilizado;
 - Cantidad de muestra utilizada;
 - Número de muestras de control de calidad analizadas en el lote;
 - Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
 - Registros de bitácoras, en cintas magnéticas o en otros respaldos de información;
 - Información cruda reportada por los equipos o por los analistas;
 - Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados del lote analítico; y
 - Los nombres, títulos, direcciones y número de teléfono de los analistas que ejecutaron los análisis y modificaciones y el

encargado del control de calidad que presencié y verificó los análisis y sus modificaciones.

10.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

10.2.1 Intervalo de trabajo del método (ITM): El ITM debe ser de 1 a 13 unidades de pH.

10.2.1.1 La calibración del potenciómetro debe realizarse al inicio con las disoluciones amortiguadoras pH 4 y pH 7.

10.2.1.2 Dependiendo del valor del pH de la muestra, si es menor a pH 4, calibrar el equipo con los materiales de referencia de valor pH 2,0 y pH 4,0. Si el valor de la muestra es mayor a pH 7 y menor a pH 10 calibrar el equipo con los materiales de referencia de valor pH 7,0 y pH 10,0, si el valor de la muestra es mayor a pH 10 y menor a pH 13 se debe calibrar el equipo con los materiales de referencia de valor pH 10,0 y pH 12,45.

10.2.2 Exactitud inicial del método.- Calcular la exactitud inicial del método de la siguiente forma:

10.2.2.1 A partir de una disolución amortiguadora de referencia de pH 7,0, dividir en 8 porciones la muestra y realizar el análisis completo en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

10.2.2.2 Analizar las ocho muestras y registrar los resultados.

10.2.2.3 Calcular el porcentaje de recuperación:

$$\%R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el porcentaje de recuperación
VE	es el valor Encontrado (valor medido de la muestra)
VR	es el valor Real (valor asignado a la muestra)

10.2.2.4 Calcular el promedio y la desviación estándar del %R.

10.2.2.5 Comparar los valores de la media y la desviación estándar del %R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

10.2.2.6 Si los valores no cumplen con lo especificado, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente de desempeño inicial del método (EDIM).

10.2.2.7 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

10.2.3 Precisión inicial del método.- Calcular la precisión inicial del método de la siguiente forma:

10.2.3.1 Con los resultados de las ocho muestras preparadas en la sección anterior elaborar una tabla donde se coloquen los ocho valores apareados (cuatro filas con dos valores apareados).

10.2.3.2 Calcular la diferencia porcentual relativa (DPR) con la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 (X_1 - X_2)/(X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR	es la diferencia porcentual relativa
X ₁	es el valor medido de la muestra original
X ₂	es el valor medido de la muestra duplicada.

10.2.3.3 Calcular la media aritmética del DPR.

10.2.3.4 Comparar los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

10.2.3.5 Si los valores no cumplen con los especificados, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el EDIM.

10.2.3.6 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

10.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma:

- | | |
|---------|---|
| 1 | Muestra sintética de control de calidad (MCC) |
| 2 | Muestra real No. 1 |
| 3 | Muestra real No. 2 |
| 4 | Muestra real No. 1 duplicada (MD) |
| 5 a 9 | Muestras reales Nos. 3 a 10 |
| 10 | Muestra de verificación de la calibración continua (MVCC) |
| 11 | MCC No. 2 |
| 12 | Muestra real No. 11 |
| 13 | Muestra real No. 12 |
| 14 | Muestra real No. 11 duplicada (MD) |
| 15 a 20 | Muestras reales Nos. 13 a 20, etc. |

Para lotes mayores, debe analizarse al menos un 10% de MCC y 10% de MDs.

10.4 Muestras de control de calidad

10.4.1 Muestras duplicadas (MD): Son muestras reales o de control de calidad que se preparan a partir de una misma, la variación entre ellas solo es debida al error aleatorio de la pareja analista-método.

10.4.2 Muestras sintéticas de control de calidad (MCC): Son muestras preparadas a partir de disoluciones amortiguadoras de referencia que se utilizan para determinar la exactitud y precisión de la pareja analista-método.

10.4.2.1 Las MCC se deben preparar con disoluciones amortiguadoras de pH 2,0, pH 4,0, pH 7,0, pH 10,0 y pH 12,45.

10.4.2.2 Deben prepararse a partir de disoluciones amortiguadoras diferentes a los que se utilizaron para la calibración y por personal diferente.

NOTA 2: Se recomienda que el analista no conozca el valor de las disoluciones de MCC con el objeto de asegurar la veracidad de la medición.

Muestra de verificación de la calibración continua (MVCC): Se utiliza para verificar que la calibración sigue vigente a través del mismo día de trabajo.

10.4.3.1 Se debe utilizar la disolución amortiguadora de valor pH 7,0 y analizarla cada diez muestras dentro del lote analítico.

10.4.3.2 La variación máxima permitida es de $\pm 1\%$, si el valor encontrado, es mayor, entonces se debe realizar una nueva calibración, repetir el análisis de las cinco muestras anteriores y proseguir con el análisis del lote analítico.

10.5 Control de calidad estadístico.- En esta sección se especifica como debe realizarse el control de calidad estadístico obligatorio para este método:

10.5.1 Gráficas de control de exactitud.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de exactitud para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras de MCC, antes de tener este número de datos, se pueden utilizar como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial

del método. Para elaborar la gráfica de control de exactitud deberá utilizarse el siguiente procedimiento:

- 10.5.1.1** Calcular el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\%R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el porcentaje de recuperación
VE	es el valor medido de la muestra de CC
VR	es el valor asignado a la muestra de CC.

- 10.5.1.2** Con al menos doce datos, calcular la media aritmética (X) y la desviación estándar para el %R.

- 10.5.1.3** Los límites de control son los siguientes:

- a) Límite de control superior = $X + 3s$
- b) Límite de advertencia superior = $X + 2s$
- c) Límite de control inferior = $X - 3s$
- d) Límite de advertencia inferior = $X - 2s$

- 10.5.1.4** Construir una gráfica de control dibujando una línea paralela al eje de las abscisas (X), representando la media como una línea central y líneas paralelas a la línea central, representando los límites de control y los límites de advertencia superior e inferior.

- 10.5.1.5** Cada valor de exactitud obtenido de las MCC de cada lote analizado deberá graficarse y estar dentro de los límites de control superior e inferior.

- 10.5.1.6** Si un valor de exactitud es mayor a $\pm 3s$, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

- 10.5.2** Gráficas de control de precisión.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de precisión para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para poder iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos veinticuatro datos de muestras duplicadas, antes de tener este número de datos, pueden utilizarse como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial del método. Para elaborar la gráfica de control de precisión deberá utilizarse el siguiente procedimiento:

- 10.5.2.1** Calcular la diferencia porcentual relativa de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 \left| X_1 - X_2 \right| / (X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR	es la diferencia porcentual relativa
X_1	es el valor medido de la muestra original
X_2	es el valor medido de la muestra duplicada.
$ X_1 - X_2 $	es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos

- 10.5.2.2** Con al menos doce datos de la DPR, calcular el promedio.

- 10.5.2.3** Determinar los límites de control de la siguiente forma:

Límite Superior de Control (LSC) = 3,27 R

Límite Superior de Advertencia (LSA) = 2,51 R

Donde:

R es el promedio de las DPR calculadas

- 10.5.2.4** Construir una gráfica de control dibujando líneas paralelas al eje-X, representando el LSA y el LSC.

- 10.5.2.5** Cada valor del DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado deberá graficarse y deberá ser menor que el LSC.

- 10.5.2.6** Si un valor de precisión es mayor a las especificaciones mencionadas en el inciso anterior, deberán rechazarse todos los resultados del lote analítico, determinar las causas del problema y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en la bitácora del analista.

- 10.6** Validación de modificaciones del método o de métodos alternos.- Para validar las modificaciones que se efectúen a este método o para la utilización de métodos alternos deberá seguirse el siguiente procedimiento:

- 10.6.1** Si se realizan modificaciones al presente método, deberán validarse de acuerdo a lo que se presenta en el inciso 10.2.

- 10.6.2** Si se utiliza un método alternativo cuya fuente sea un método estandarizado por alguna Institución de carácter internacional o reconocido internacionalmente (p.e. ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etc.), aplicar el inciso 10.2.

10.6.3 Si se utiliza algún método no estandarizado, deberá evidenciarse, además de los parámetros mencionados en el inciso 10.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales sólo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.

10.7 Dependiendo de los requerimientos del programa específico de control de calidad de algún proyecto, pueden requerirse muestras dobles de campo, para evaluar la precisión y exactitud del muestreo y las técnicas de transportación de la muestra y otras muestras especiales de control de calidad como muestras adicionales y muestras adicionales duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

11 CALIBRACIÓN

11.1 Debido a la extensa variedad de medidores de pH y accesorios, los procedimientos de operación detallados no se incluyen en este método. Cada analista debe estar familiarizado con todas las funciones del instrumento. Es recomendable una atención especial para el cuidado de los electrodos y la calibración a pH 1 y pH 12,45.

11.2 Cada sistema instrumento/electrodo, debe ser calibrado con un mínimo de dos puntos que incluyan el pH esperado de las muestras y con una diferencia mínima de tres unidades de pH. (pH 1,0, pH 4,0, pH 7,0 y pH 10,0), cuando se tengan muestras cuyo valor inicial del pH sea mayor a 11,0 entonces calibrar el equipo con las disoluciones amortiguadoras de pH 7,0 y pH 12,45, cuando se tengan valores menores a 2,0 se debe calibrar el equipo con disoluciones amortiguadoras de valor pH 1,0 y pH 7,0, se deben realizar las calibraciones y las mediciones a $25 \pm 1,0^{\circ} \text{C}$. Repetir los ajustes en porciones consecutivas de las dos disoluciones de calibración hasta que las lecturas se encuentren dentro de 0,05 unidades de pH del valor de la disolución de calibración.

12 PROCEDIMIENTO

12.1 Colocar 20 g de muestra en un vaso de 50 ml, agregar 20 ml de agua reactivo, cubrir con un vidrio de reloj y agitar durante 5 minutos, si la muestra es higroscópica o no se tiene una suspensión fluida, se puede agregar mas agua, registrar la dilución efectuada.

NOTA 3: Si el residuo es higroscópico y absorbe toda el agua reactivo, experimentar con 20 g de residuo y 40 ml de agua reactivo.

12.2 Dejar reposar la muestra durante 15 minutos. Permitir que los sólidos sedimenten, filtrar a través de papel filtro o centrifugar.

12.3 Ajustar la altura de los electrodos hasta que se sumerjan solo lo suficiente en el sobrenadante de la muestra. Registrar el pH y la temperatura de la muestra.

12.4 Si la temperatura de la muestra difiere por más de 2°C de la disolución de calibración, deben corregirse los valores de pH medidos. Para los instrumentos que están equipados con compensadores automáticos o manuales que se ajustan electrónicamente para las diferencias de temperatura, remitirse a las instrucciones del fabricante.

12.5 Realizar la medición por triplicado en forma independiente a cada muestra.

12.6 Lavar los electrodos con agua destilada antes de efectuar cualquier medición.

13 CÁLCULOS

13.1 El valor que despliega el equipo se reporta directamente.

13.2 Reportar con tres cifras significativas (p. ej. 7,81)

13.3 Se deben reportar todos los valores de control de calidad.

14 DESEMPEÑO DEL MÉTODO

14.1 Límite de detección del método: No establecido

14.2 Límite práctico de cuantificación: No establecido

14.3 Intervalo de trabajo: 1,0 a 12,45 unidades de pH

14.4 Precisión inicial: No establecido

14.5 Exactitud inicial: No establecido

TABLA 1.- Resultados de análisis de laboratorios

Valor (U pH)	Desviación estándar (U pH)	Exactitud como	
		Sesgo (%)	Sesgo (U pH).
3,5	0,10	- 0,29	- 0,01
3,5	0,11	- 0,00	
7,1	0,20	+1,01	+0,07
7,2	0,18	- 0,03	- 0,002
8,0	0,13	- 0,12	- 0,01
8,0	0,12	+0,16	+0,01

15 MANEJO DE RESIDUOS

15.1 Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

16 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

17 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.
- NMX-Z/1-013-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- Black, Charles Allen; Methods of Soil Analysis; American Society of Agronomy: Madison, WI, 1973.(Métodos de análisis de suelos; Sociedad Americana de Agronomía: Madison, WI, 1973).

- National Bureau of Standards, Estándar Reference Material Catalog, 1986 – 87, Special Publication 260. (Oficina Nacional de Estándares, Catálogo de normas de referencia, 1986 – 87, Publicación Especial 260).
- USEPA, Test Methods for the Evaluation of Solid Wastes, 4th Revision, 1998, Method 9045C “Soil and Waste pH”. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos “Métodos de prueba para la evaluación de residuos sólidos”, 4ª. Revisión, 1998, Método 9045C “pH en suelos y residuos”).

18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide con la norma internacional ISO 10523:2008 Water quality -- Determination of pH, no es posible concordar con el concepto internacional por las razones siguientes:

No se establece que el método pueda ser utilizado en otras matrices, debido a que en la norma ISO sólo se especifica que es para agua. Además, en el estándar internacional, el intervalo de pH considerado es diferente al que se establece en la presente norma.

México, D.F., a 06 de diciembre de 2012

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGAÑO ROLDÁN**.- Rúbrica.