NMX-AA-020-SCFI-2008

**RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS
ORGÁNICOS SEMIVOLÁTILES EN PRODUCTO DE
EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT)**

**WASTE.- SEMIVOLATILE ORGANIC COMPOUNDS IN
PRODUCT FROM THE TOXIC COMPOUNDS
EXTRACTION**

PREFACIO

En la elaboración de esta 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 MULTIQUIM, 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	3
4	Definiciones	3
5	Interferencias	4
6	Seguridad	5
7	Instalaciones especiales	5
8	Equipos y materiales	6
9	Reactivos y patrones	8
10	Preservación y almacenamiento de muestras	13
11	Control de calidad	13
12	Verificación de la calibración de los instrumentos	23

13	Calibración del método	26
14	Procedimiento	28
15	Cálculos	30
16	Datos de desempeño del método	31
17	Manejo de residuos	31
18	Vigencia	31
19	Apéndice normativo	32
20	Bibliografía	33
21	Concordancia con normas internacionales	39

RESIDUOS.- DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS SEMIVOLÁTILES EN PRODUCTO DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT)

WASTE - SEMIVOLATILE ORGANIC COMPOUNDS IN PRODUCT FROM THE TOXIC COMPOUNDS EXTRACTION

0 INTRODUCCIÓN

La Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR) que define a residuos peligrosos como: aquellos que posean alguna de las características de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad, o que contengan agentes infecciosos que les confieran peligrosidad, así como envases, recipientes, embalajes y suelos que hayan sido contaminados cuando se transfieran a otro sitio, de conformidad con lo que se establece en la Ley.

La volatilidad o presión de vapor de un residuo lo puede convertir en un contaminante potencial del aire; este fenómeno es particularmente importante en el caso de ciertos compuestos orgánicos contenidos en los residuos. Otras propiedades de las sustancias contenidas en los residuos peligrosos que influyen en su peligrosidad y riesgo, son su persistencia y su capacidad de bioacumularse.

El método establecido en esta norma mexicana, para la medición de compuestos orgánicos semivolátiles en producto de extracción de constituyentes tóxicos (PECT), es considerado confiable, debido a que durante su desarrollo se encontraron ciertos procedimientos esenciales en muestras que fueron analizadas con buenos resultados, de manera que todos los requerimientos de desempeño especificados se cumplen.

Durante el desarrollo del método, al laboratorio no se permite omitir ningún inciso del numeral correspondiente a Control de Calidad, ni los parámetros

que se especifiquen como "no modificables" en este caso es la Medición en cromatógrafo de gases acoplado a espectrofotómetro de masas. Los términos "debe", "puede" y "deberá" son mencionados a través de los métodos y están destinados a ilustrar la importancia de los procedimientos para producir datos verificables en los intervalos del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Esta Norma Mexicana establece el método de análisis por cromatografía de gases para medir compuestos orgánicos semivolátiles.

1.2 Campo de aplicación

Este método aplica para la identificación y cuantificación de compuestos orgánicos semivolátiles por la técnica de cromatografía de gases. Los compuestos que se analizan por este método tienen un punto de ebullición mayor a 200° C, son solubles en disolventes orgánicos de bajo punto de ebullición y no requieren derivatización para volatilizarse. La matriz en la que aplica este método es en el producto de extracción para constituyentes tóxicos (PECT). Este método no aplica para la medición de los compuestos 2,4D y silvex.

2 RESUMEN

Este método describe las condiciones y procesos de análisis cromatográficos, que deben aplicarse para la óptima separación de compuestos orgánicos semivolátiles en el producto de extracción para constituyentes tóxicos (PECT), la identificación y cuantificación se realiza con un espectrómetro de masas.

El producto PECT se somete a un proceso de extracción específico para realizar su análisis por la técnica de cromatografía de gases, el extracto se inyecta al cromatógrafo a través de una columna capilar la cual se programa a una temperatura tal que permita la separación óptima de los analitos de interés, estos analitos son detectados con un espectrómetro de masas conectado al cromatógrafo de gases, la identificación de los compuestos semivolátiles se realiza por comparación con compuestos estándares y la cuantificación se logra por comparación de la respuesta de un estándar interno usando una curva de calibración de cinco niveles.

3 REFERENCIAS

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

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 Analito

Parámetro o compuesto analizado

4.2 CG

Cromatógrafo (ía) de gases

4.3 LDM

Límite de detección del método

4.4 LCM

Límite de cuantificación del método

4.5.1 MRC

Material de referencia certificado

4.6 Muestra adicionada (spike)

Muestra real adicionada con una concentración conocida de los compuestos de interés, se usa para detectar interferencias de matriz.

4.7 Muestra de verificación

Mezcla de compuestos que tienen como propósito verificar la vigencia de la calibración del instrumento.

4.8 EM

Espectrómetro de masas.

4.9 Trampa

Columna de acero inoxidable empacada con material absorbente.

5 INTERFERENCIAS

5.1 Interferencias de matriz:

5.1.1 Se pueden presentar interferencias por compuestos que son coextraídos de las muestras.

5.1.2 En el análisis de muestras que presentan concentraciones veinticinco veces mayores al intervalo de trabajo, pueden provocar contaminación por arrastre.

5.2 Interferencias instrumentales:

5.2.1 Interferencias ocasionadas por sitios activos dentro del sistema cromatográfico que provocan coleos en los picos y por ende la pérdida del límite de detección.

5.2.2 Interferencias o problemas resultantes de la obstrucción parcial o total de flujos.

5.2.3 Niveles altos de aire y/o humedad, pueden provocar una relación señal-ruido elevada.

5.3 Contaminación durante el análisis:

5.3.1 La contaminación cruzada puede ocurrir sí en la secuencia del análisis existen muestras de alta y baja concentración y estas son analizadas subsecuentemente.

5.3.2 Contaminación producida por un mal lavado del material de laboratorio.

5.4 Contaminación del material:

5.4.1 El material tanto para muestreo como para análisis deberá estar perfectamente limpio y libre de compuestos orgánicos.

5.5 Contaminación de reactivos:

5.5.1 Todos los reactivos utilizados en este método deberán estar libres de compuestos orgánicos semivolátiles, para lo cual se recomienda analizarlos previamente. Generalmente los contaminantes más comunes son las grasas y los ftalatos.

NOTA: Los datos de todos los blancos, muestras y adiciones deben evaluarse por interferencias. Determinar si la fuente de interferencia se debe a la preparación y/o limpieza de las muestras y tomar las acciones correctivas necesarias para eliminar el problema. No se permite sustraer valores del blanco de los resultados para la muestra.

6 SEGURIDAD

6.1 Este método no menciona todas las precauciones de seguridad asociadas con su aplicación. El analista es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y debe conocer las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método.

Se debe consultar el archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual deberá estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

6.2 La toxicidad o carcinogenicidad de cada reactivo usado no ha sido precisamente definida; sin embargo cada compuesto químico deberá ser tratado como un potencial riesgo para la salud. Desde este punto de vista la exposición a estos químicos deberá ser reducida a los niveles más bajos posibles. Los parámetros que a continuación se mencionan son tentativamente clasificados como sospechosos de carcinogénesis en humanos y mamíferos: cloruro de metileno y todos los materiales de referencia certificados utilizados en la calibración.

7 INSTALACIONES ESPECIALES

- 7.1 El área de extracción debe estar separada del área de análisis.
- 7.2 La temperatura ambiente del área de extracción y del área de análisis no debe rebasar los 25° C.
- 7.3 El área de preparación de muestras debe contar con una campana de extracción.
- 7.4 El área de extracción debe estar libre de cualquier dispositivo que genere o produzca flama abierta.

8 EQUIPO Y MATERIALES

- 8.1 Equipos e instrumentos para preparación de muestras:
- Balanza granataria con un intervalo de 0,01 - 200 g.
  - Balanza analítica con una precisión al 0,0001g
- 8.2 Equipos e instrumentos para análisis instrumental:
- Cromatógrafo de gases con puerto de inyección capilar.
  - Detector selectivo de masas capaz de realizar un barrido de 35 a 260 unidades de masa atómica.
- 8.3 Materiales
- Frascos de vidrio boca angosta, color ámbar, tapa rosca cubierta por el interior con PTFE, de 1 L de capacidad
  - Gradillas para soportar embudos de separación de 2 L.
  - Embudos de separación de 2 L con llave integrada
  - Matraces erlenmeyer de 500 ml
  - Embudos de filtración de tallo corto.
  - Pipetas serológicas de 10 ml
  - Probetas de 1,0 L

- Matraces volumétricos clase "A" de 10 ml
  - Concentrador Kuderna Danish (K-D) de 500 ml con columna de tres bolas
  - Papel o tira indicador de pH (intervalo de 0 a 14)
  - Micro jeringas de 10 μ l, 25 μ l, 50 μ l, 100 μ l, y 500 μ l, respectivamente
  - asos de polipropileno de alta densidad de 500 ml
  - Matraz volumétrico de plástico de 500 ml
  - Viales de 2 ml de vidrio borosilicato
  - Tapas de aluminio para vial de 2 ml con septa de PTFE/neopreno
  - Engargoladora
  - Pipetas Pasteur de 200 mm x 4 mm
  - Probetas de 100 ml
  - Pipetas volumétricas clase "A" de 1 ml, 2 ml, 5 ml, y 10 ml, respectivamente
  - Matraces volumétricos clase "A" de 10 ml con tapón de vidrio esmerilado
  - Micro-Kuderna Danish
  - Fibra de vidrio de 8 micras.
- 8.4 Materiales para análisis instrumental
- Micro jeringa de 10 μ l
  - Micro jeringa de 25 μ l
  - Micro jeringa de 500 μ l
  - Espátula de acero inoxidable 25 cm de longitud;

- Insertos de vidrio para puerto de inyección;
- Septa color gris para bajo flujo;
- Columna cromatográfica 5 % fenilmetil silicón de 30 m por 0,25 mm de diámetro interno y 0,17 μm de espesor de película;
- Anillo (o-ring) de vespel.

9 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los reactivos mencionados deberán ser grado analítico, o solo que se indique otro grado.

9.1 Reactivos para preparación de muestras:

- Cloruro de metileno grado cromatográfico
- Disolución de ácido sulfúrico 1:1.- A un matraz Erlenmeyer de 250 ml que contenga 100 ml de agua adicionar lentamente y con cuidado 100 ml de ácido sulfúrico.
- Disolución de hidróxido de potasio 10 M.- Pesar 270 g de KOH, disolver en agua grado reactivo en un vaso de polietileno de alta densidad, llevar esta disolución a una matraz aforado de plástico de 500 ml y aforar con agua.
- Agua bidestilada
- Sílica gel grado cromatográfico.
- Alúmina grado cromatográfico;
- Florisil 40/60;
- Metanol grado cromatográfico.

9.2 Disoluciones patrón para la curva de calibración partiendo de materiales de referencia certificados.

Todas las disoluciones patrón y disoluciones secundarias serán preparadas e identificadas de acuerdo al procedimiento de preparación de disoluciones desarrollado en cada laboratorio.

Estas disoluciones deben ser adquiridas como mezclas de materiales de referencia certificadas (MRC) o preparadas a partir de MRC puros usando el siguiente procedimiento.

9.2.1 Disoluciones patrón de 10 000 mg/L a partir de compuestos sólidos.

9.2.1.1 Colocar aproximadamente 9,8 ml de metanol en un matraz volumétrico clase "A" de 10 ml.

9.2.1.2 Dejar abierto el matraz aproximadamente 10 minutos o hasta que todo el alcohol de las paredes se halla evaporado, cerrar nuevamente el matraz.

9.2.1.3 Pesar el matraz y registrar el peso.

9.2.1.4 Adicionar el MRC sólido y pesar lo más cercano a 0,0100 g, aforar a la marca.

9.2.1.5 Registrar el peso.

9.2.2 Disolución patrón de 10 000 mg/L.

9.2.2.1 En un matraz volumétrico de 10 ml, adicionar 9,5 ml de metanol.

9.2.2.2 Dejar abierto el matraz aproximadamente 10 minutos o hasta que todo el alcohol de las paredes se haya evaporado, cerrar nuevamente el matraz.

9.2.2.3 Pesar el matraz y registrar el peso.

9.2.2.4 Con una micro jeringa de 100 μ l adicionar gota a gota el MRC al matraz, asegurándose de que no toque las paredes del matraz y verter directamente en el alcohol, pesar lo más cercano a 0, 01000 g, aforar a la marca.

9.2.2.5 Registrar el peso e identificar la disolución.

9.2.2.6 Cerrar y mezclar por inversión del matraz varias veces.

Nota: Sí la pureza de los MRC's es mayor del 96%, no aplicar corrección para el cálculo de la concentración de la disolución patrón.

9.2.2.7 Almacenar la disolución patrón en viales de 15 ml con septas de PTFE protegidas de la luz. Las disoluciones metanólicas preparadas de analitos

líquidos son estables durante seis meses a una temperatura de -10 °C., revisar periódicamente para detectar degradación o evaporación, especialmente antes de preparar la curva de calibración.

9.2.3.1 Disoluciones primarias y secundarias.

9.2.3.2 Usar las disoluciones patrón para preparar las diluciones primarias y secundarias, las cuales deben prepararse en concentraciones tales que puedan diluirse fácilmente. Almacenar las disoluciones a volumen cero en viales de 2 ml con tapa cubierta de PTFE en el interior. Verificar la integridad de las disoluciones frecuentemente.

9.2.3.2 Preparar la curva de calibración a partir de la disolución secundaria que contiene los analitos del método en una concentración de 1 000 mg/L.

a) Adicionar 1,0 ml de la disolución de 1 000 mg/L a un matraz de 10 ml, aforar con metanol hasta la marca, esta disolución tiene una concentración de 100 mg/L.

b) Adicionar 2,0 ml de la disolución de 1 000 mg/L a un matraz de 10 ml, aforar con metanol hasta la marca, esta disolución tiene una concentración de 200 mg/L.

c) Adicionar 1,25 ml de la disolución de 200 mg/L a un matraz de 10 ml, aforar a la marca con metanol, esta disolución tiene una concentración de 25 mg/L.

d) De la disolución de 100 mg/L, tomar 1,0 ml colocarlo en un matraz de 10 ml y aforar a la marca, esta disolución tienen una concentración de 10 mg/L.

e) De la disolución de 200 mg/L, tomar 2,0 ml, colocarlos en un matraz de 5,0 ml aforar a la marca con metanol, esta disolución tiene una concentración de 50 mg/L.

9.2.3.3 Adicionar los compuestos surrogados en las mismas concentraciones que los analitos y los estándares internos en concentración fija de 50 mg/L.

9.3 Preparación de patrones para la curva de calibración partiendo de mezclas de MRC.

9.3.1 Mezcla de MRC de compuestos orgánicos semivolátiles (2 000 µg/ml).- Tomar las alícuotas adecuadas de la mezcla de MRC y de metanol,

para obtener las siguientes concentraciones: 10 µg/ml, 25 µg/ml, 50 µg/ml, 100 µg/ml y 200 µg/ml.

9.4 Disolución de MRC internos y surrogados.

9.4.1 Disolución de MRC internos preparados a partir de MRC puros.- Preparar la disolución patrón a una concentración de 2 000 mg/L, adicionar el volumen requerido de acuerdo a la concentración esperada de los analitos de interés a cada vial que contiene 1,0 ml de extracto de muestra y a cada nivel de la curva de calibración. La disolución de MRC internos contendrá los siguientes compuestos:

1,4-diclorobenceno-d₄
Naftaleno- d₈
Fenantreno- d₁₀
Acenafteno-d₁₀
Criseno-d₁₂
Perileno- d₁₂

9.4.2 Disolución de MRC's surrogados a partir de mezclas certificadas.- Las mezclas contienen los siguientes compuestos, la concentración puede variar según el fabricante, comúnmente se tienen las siguientes:

Compuesto	Concentración en mg/L
2-Fluorofenol	2 560
2,4,6 Tribromofenol	2 600
Nitrobenceno-d ₅	1 240
p- terfenilo-d ₁₄	1 000

9.4.3 Disolución de surrogados a partir de MRC's puros.- Preparar la disolución patrón como se menciona en la sección correspondiente, a partir de ésta, preparar una dilución secundaria a una concentración de 1 000 mg/L.

9.5 Disolución de decafluorotriphenilfosfina (DFTPP).

9.5.1 Preparar una disolución MRC de DFTPP en metanol, a una concentración de 50 ng/µl.

9.6 Muestras adicionadas (spike).

9.6.1 Los compuestos contenidos en las muestras adicionadas deben ser los listados en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, correspondientes a los compuestos orgánicos semivolátiles.

9.7 Disolución de compuestos para verificar el desempeño del sistema SPCCs (por sus siglas en inglés System performance check compounds)

Esta disolución se debe incluir en la secuencia analítica, antes de inyectar la curva de calibración, con el fin de confirmar que se cumple con el criterio de los factores de respuesta, los compuestos que se incluyen en la disolución son los siguientes: N-nitroso-di-n-propilamina; hexaclorociclopentadieno; 2,4-dinitrofenol; y 4-nitrofenol.

9.7 Estándar de verificación para la integridad del sistema CCCs (por sus siglas en inglés calibration check compounds). El propósito de la disolución CCCs es evaluar la calibración desde un punto de vista de integridad del sistema, una alta variabilidad en la evaluación de los compuestos, puede ser indicativo de la presencia de fugas en el sistema o sitios reactivos en la columna. El criterio de aceptación para este estándar es una desviación estándar relativa en los factores de respuesta menor o igual a un 30%.

9.7.1 Preparar una disolución CCCs, a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, la cual deberá contener los siguientes analitos.

Fracción Base/Neutral	Fracción ácida
Acenafteno	4-Chloro-3-metilfenol
1,4-Diclorobenceno	2,4-Diclorofenol
Hexaclorobutadieno	2-Nitrophenol
Difenilamina	Fenol
Di-n-octil Ftalato	Pentaclorofenol
Fluoranteno	2,4,6-Triclorofenol
Benzo(a)pireno	

NOTA: Todas las disoluciones antes mencionadas deberán almacenarse en viales de 5 ml o 10 ml de capacidad y protegerse de la luz, además deberán rotularse con los siguientes datos: fecha de preparación, nombre de la mezcla, nombre de la persona que los preparó, lote, solvente y fecha de caducidad. Almacenar a 4° C,

en caso de no utilizarse diariamente se recomienda almacenar a -10 °C.

10 PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

10.1 Métodos de preservación: Temperatura 4 °C, proteger los frascos de la luz.

10.2 Tiempo máximo previo al análisis

Compuestos	Tiempo de la toma de muestra a la lixiviación	Tiempo de la lixiviación a la extracción	Tiempo de la extracción al análisis	Tiempo total
Compuestos orgánicos semivolátiles	14	7	40	61
	Días	Días	Días	Días

11 CONTROL DE CALIDAD

11.1 Aspectos generales:

11.1.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de control de calidad (CC) formal.

11.1.2 El desempeño del laboratorio se debe comparar con los criterios establecidos en la sección de desempeño, con objeto de determinar si los resultados de los análisis cumplen con las especificaciones del método.

11.1.3 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 11.2.

11.1.4 Cada vez que se realice una modificación al método o que se cambie al analista responsable de llevar a cabo esta determinación, el analista designado debe repetir el procedimiento mencionado en el inciso 11.2, si el cambio va a afectar alguno de los parámetros de desempeño del método, el laboratorio debe demostrar que los nuevos parámetros determinados son iguales o mejores que los anteriores.

11.1.5 No se permite el uso de técnicas determinativas alternativas y 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 de la técnica descrita en este documento para el analito de interés.

11.1.6 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 de 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 presenció y verificó los análisis y sus modificaciones

11.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

11.2.1 Verificación de la exactitud de la calibración inicial del método.- Se debe verificar la curva de calibración con materiales de referencia certificados de procedencia diferente a los utilizados para la curva de calibración y elaborados por personal diferente al analista encargado, con objeto de validar que la curva de calibración está adecuadamente elaborada.

11.2.1.1 Los valores entre los obtenidos en la curva de calibración y los materiales de referencia certificados de procedencia diferente deben variar menos del 10%.

11.2.1.2 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).

11.2.1.3 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con la especificación.

11.2.2 Límite de detección del método (LDM):

11.2.2.1 Preparar una muestra sintética a partir de la disolución del MRC mas adecuado a una concentración que se encuentre entre cinco y diez veces el límite de detección del método estimado.

11.2.2.2 Dividir la disolución anterior en siete alícuotas y analizarlas.

11.2.2.3 Calcular el promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos.

11.2.2.4 Calcular el LDM usando la siguiente ecuación:

Ecuación 1

$$\text{LDM} = (t_{n-1, 0,99\%}) * s$$

Donde:

$(t_{n-1, 0,99\%}) = 3,14$

s = Desviación estándar

11.2.2.5 Sí el resultado del LDM obtenido es menor de diez veces la concentración de la disolución del MRC que se utilizó, entonces preparar otra disolución que se encuentre entre cinco y diez veces el LDM obtenido y repetir el procedimiento a partir del inciso 11.2.1

11.2.2.6 El procedimiento y los resultados deben quedar asentados en la bitácora del analista y en el expediente del desempeño inicial del método (EDIM).

11.2.2.7 El límite de detección del método que se obtenga, debe ser igual o menor al que se presente en la sección de desempeño

11.2.3 Intervalo de trabajo del método (ITM): El ITM se debe centrar de acuerdo al límite máximo permisible de la Norma Oficial Mexicana respectiva, con al menos dos puntos de la curva de calibración por debajo de dicho valor y dos puntos por encima.

11.2.3.1 El intervalo de trabajo se define como la porción lineal de la curva de calibración, normalmente abarca de una a tres órdenes de magnitud.

11.2.3.2 Se puede determinar utilizando como indicador el coeficiente de correlación de la recta de ajuste por mínimos cuadrados, el cual debe ser mayor a 0,997 (siempre y cuando antes se verifique la linealidad por métodos gráficos).

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

11.2.4.1 Preparar a partir de un material de referencia certificado, la concentración intermedia del analito de interés dentro del intervalo de trabajo, dividir en ocho porciones la muestra y realizar el análisis completo en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

11.2.4.2 Analizar las ocho muestras y registrar los resultados.

11.2.4.3 Calcular el porcentaje de recuperación:

Ecuación 2

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

Donde:

%R = Porcentaje de recuperación

VE = Valor medido de la muestra
VR = Valor asignado a la muestra

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

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

11.2.4.6 Sí 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 EDIM.

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

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

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

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

Ecuación 3

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

Donde:

DPR = Diferencia porcentual relativa
X₁ = Valor medido de la muestra original
X₂ = Valor medido de la muestra duplicada.

11.2.5.3 Calcular la media aritmética del DPR.

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

11.2.5.5 Sí 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.

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

11.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Se puede calcular multiplicando por cinco el LDM o en caso de que el intervalo de trabajo sea mayor a este valor, entonces utilizar el primer punto de la curva de calibración.

11.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma por cada veinte muestras:

Cantidad de controles tomando en cuenta inyecciones:
Exteriores:

Muestra de verificación del tune

Muestra de verificación autotune (agua – aire)

Muestras para verificación de calibración del sistema: SPCCs (por sus siglas en inglés (System performance check compounds)

CCC (por sus siglas en inglés Calibration check compounds)

Blanco electrónico

Estándar de verificación inicial

Blanco de reactivos del método

Blanco de reactivos (lixiviación)

Blanco de método

Muestra sintética de control de calidad

Muestra real No. 1

Muestra real No. 2

Muestra real duplicada

Muestra duplicada adicionada

Muestra adicionada duplicada

Muestra real hasta la 10

Estándar de verificación continua

Para lotes mayores, debe analizarse al menos un 10% de muestras de control de calidad y 10% de muestras duplicadas.

11.4 Muestras de control de calidad

11.4.1 Blanco de reactivos (BR).- Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El BR debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El BR se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

11.4.1.1 Para que un BR se considere adecuado, la concentración en el mismo de cualquier analito de interés no deberá ser más alto que el LPC correspondiente.

11.4.1.2 Nunca se deberá sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.

11.4.1.3 Si el valor del BR es mayor al LPC se deberá rechazar los resultados del lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

11.4.2 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.

11.4.3 Muestras sintéticas de control de calidad (MCC).- Son muestras preparadas a partir de agua reactivo y patrones de referencia que se utilizan para determinar la exactitud y precisión de la pareja analista-método.

11.4.3.1 Las MCC se deben preparar a una concentración aproximada al valor medio de la curva de calibración.

11.4.3.2 Deben ser preparadas a partir de materiales de referencia certificados diferentes a los que se utilizaron para la curva de calibración y por personal diferente.

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

11.4.4 Muestra de verificación de la calibración inicial (MVCI).- Se utiliza para verificar que la curva de calibración sigue vigente a través de diferentes días de trabajo.

11.4.4.1 Se debe utilizar la disolución de material de referencia certificado a una concentración equivalente al valor intermedio de la curva de calibración y analizarla después de haber verificado el instrumento de medición.

11.4.4.2 La variación máxima permitida es de $\pm 25\%$, si el valor encontrado, es mayor, entonces se debe preparar una nueva curva de calibración.

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

11.4.5.1 Se debe utilizar la disolución de material de referencia certificado a un valor intermedio de la curva de calibración y analizarla cada diez muestras dentro del lote analítico.

11.4.5.2 La variación máxima permitida es de $\pm 20\%$, sí el valor encontrado, es mayor, entonces preparar una nueva curva de calibración, reanalizar las cinco muestras anteriores y proseguir con el análisis del lote analítico.

11.4.6 Muestra de verificación del instrumento (MVI).- Es la muestra que sirve para verificar que el instrumento de medición se encuentra en las condiciones apropiadas de funcionamiento y que son las mismas en las cuales se realizó la calibración inicial.

11.4.6.1 La MVI es una muestra que depende de las especificaciones del fabricante del instrumento.

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

11.5.1 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 poder iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos ocho 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:

11.5.1.1 Calcular el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

Ecuación 4

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

Donde:

%R = Porcentaje de recuperación
VE = Valor medido de la muestra de control de calidad
VR = Valor asignado a la muestra de control de

calidad

11.5.1.2 Con al menos doce datos, calcular la media aritmética ($\bar{X}$) y la desviación estándar para el %R.

11.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:

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

11.5.1.4 Gráficas de control.- Graficar los límites de control, trazando una línea paralela al eje de las ordenadas ($\bar{X}$) que represente la media como una línea central y en líneas paralelas a la línea central los límites de control y de advertencia superior e inferior.

1.1.5.1.5 Cada valor de exactitud obtenido de las muestras de control de calidad de cada lote analizado deberá graficarse y deberá estar dentro de los límites de control superior e inferior.

11.5.1.6 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.

11.5.2 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 iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce 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:

11.5.2.1 Calcular la diferencia porcentual relativa de acuerdo a la siguiente ecuación:

Ecuación 5

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

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
 $|X_1 - X_2|$ es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos

11.5.2.2 Con al menos doce datos de la DPR, calcular el promedio.

11.5.2.3 Determinar los límites de control de la siguiente forma:

$$\text{Límite superior de control (LSC)} = 3,27R$$

$$\text{Límite superior de advertencia (LSA)} = 2,51R$$

Donde:

R es el promedio de las DPR calculadas

11.5.2.4 Representar en una gráfica de control el LSA y el LSC paralelos al eje de las ordenadas.

11.5.2.5 Graficar cada valor del DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado éste deberá ser menor al LSC.

11.5.2.6 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.

11.6 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:

11.6.1 Si se realizan modificaciones al presente método, deberán validarse de acuerdo a lo que se presenta en el inciso 11.2.

11.6.2 Si se utiliza un método alternativo cuya fuente sea un método estandarizado por alguna Institución de carácter internacional o reconocida internacionalmente (p.e. ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etc.) seguir el mismo procedimiento que se presenta en el inciso 11.2.

11.6.3 Si se utiliza algún método no estandarizado, deberá evidenciarse, además de los parámetros mencionados en el inciso 11.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales solo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.

11.7 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 adicionadas y muestras adicionadas duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

12 VERIFICACIÓN DE LA CALIBRACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS

12.1 Verificar la calibración de los instrumentos de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

12.1.1 Sistema CG/EM.

12.1.1.1 Verificar la presión en la cabeza de la columna, de acuerdo a las especificaciones del fabricante.

12.1.1.2 Medir la relación del split, la cual debe ser de $1/25 \pm 1$, el flujo de purga de la septa debe ser de 3 a 5 ml/minuto.

12.1.1.3 El valor del vacío del espectrómetro de masas debe estar en un intervalo de $2,5 - 5,5 \times 10^{-5}$ Torr.

NOTA: Los datos anteriormente mencionados deben registrarse en las bitácoras de verificación de los instrumentos (CG/EM).

A continuación se describen las instrucciones pertinentes para llevar a cabo la calibración de todos los instrumentos que intervienen en éste método.

12.2 Verificación de la sintonía del espectrómetro de masas (Autotune)

12.2.1 Realizar un autotune según instructivo del fabricante. El autotune es una auto calibración que hace el instrumento con respecto a una sustancia de referencia.

12.2.2 Verificar y comparar los valores obtenidos con los criterios recomendados por el fabricante.

12.2.3 Si no se cumple con los criterios, es necesario lavar la fuente de ionización y posteriormente volver a calibrar.

12.3 Calibración del CG/EM de acuerdo a las especificaciones del método.

12.3.1 Inyectar de 1,0 a 2,0 μ l de la disolución de MRC de Decafluorotrifetilfosfina (DFTPP), de acuerdo a las condiciones cromatográficas establecidas en el método instrumental.

12.3.2 Una vez inyectado la disolución de DFTPP, verificar que el espectro del pico del (DFTPP) cumpla con los siguientes criterios:

MASA	CRITERIO DE ABUNDANCIA RELATIVA DE IONES DE LA DFTPP
51	30% a 60% de la masa 198
68	< 2% de la masa 69
70	< 2 % de la masa 69
127	40% a 60 % de la masa 198
197	<1% de la masa 198
198	Pico base 100 %
199	5% a 9% de la masa 198
275	10% a 30 % de la masa 198
365	> 1 % de la masa 198
441	Presente pero menos que la masa 443
442	> 40% de la masa 198
443	17% a 23 % de la masa 442

12.3.3 Si el espectro obtenido de DFTPP no cumple con lo anterior, es necesario revisar los parámetros del Autotune y/o repetir nuevamente la calibración.

12.4 Verificar que el sistema CG/EM esté libre de contaminación (nivel señal-ruido).

12.4.1 Realizar un blanco electrónico, el cual deberá presentar un cromatograma libre de picos.

12.4.2 Criterios de evaluación para la disolución SPCCs (por sus siglas en inglés system performance check compounds), calcular los factores de respuesta de cada compuesto con la siguiente fórmula:

Ecuación 6

$$F.R. = (Ax/Cis)/(Ais/Cx)$$

Donde:

Ax es el área del ión característica del compuesto medido
Ais es el área del ión característico del MRC interno
Cis es la concentración del MRC interno
Cx es la concentración del compuesto medido.

12.4.3 El factor de respuesta promedio mínimo aceptable para los compuestos de la mezcla SPCCs es de 0,08.

12.4.4 Acciones correctivas para SPCCs

En caso de no cumplir el criterio de aceptación verificar que:

- a) La mezcla SPCCs no haya sufrido alguna degradación
- b) El inserto del puerto de inyección no este contaminado
- c) No exista contaminación en la parte final de la columna (no deben existir sitios activos en la columna)

12.4.5 Criterios de evaluación para la disolución CCCs (por sus siglas en inglés calibration check compounds). Calcular los factores de respuesta aplicando la ecuación 6, determinar la desviación estándar relativa de los FR, el criterio de aceptación para el CCCs debe ser menor o igual a un 30% de DER. Si no se cumple el criterio verificar la posible presencia de fugas en el sistema o sitios reactivos en la columna.

12.5 Condiciones de operación.

12.5.1 Para las condiciones instrumentales de operación ejecutar el método instrumental según instrucciones del fabricante.

13 CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

13.1 Una vez analizada la curva de calibración, calcular los factores de respuesta de cada compuesto aplicando la siguiente ecuación:

Ecuación 7

$$F.R. = (Ax/Cis)/(Ais/Cx)$$

Donde:

Ax es el área del ión característico del compuesto medido
Ais es el área del ión característico del MRC interno
Cis es la concentración del MRC interno ($\mu\text{g/L}$)
Cx es la concentración del compuesto medido ($\mu\text{g/L}$)

13.2 Calcular el porcentaje de la desviación estándar relativa para cada compuesto.

Determinar el valor promedio y la desviación estándar de los factores de respuesta de cada compuesto. Calcular el porcentaje de la desviación estándar relativa (% DSR) aplicando la siguiente ecuación:

Ecuación 8

$$\% DSR = s/X * 100$$

Donde:

X es el valor promedio de los factores de respuesta de cada compuesto
s es la desviación estándar de los factores de respuesta para cada compuesto

13.3 El % DSR debe ser igual o menor de treinta, si esto no sucediera será necesario volver a analizar la curva de calibración.

13.4 Estándar de la verificación de la calibración inicial.

Preparar una muestra de verificación de calibración a partir de un MRC diferente de la que se preparo la curva de calibración, debe contener cada uno de los compuestos considerados en la curva de calibración. La concentración debe ser equivalente el nivel medio de la curva de

calibración. Analizar el estándar de verificación inicial inmediatamente después de la curva de calibración, continuar con el análisis de la secuencia y después de analizar 10 muestras o de 12 horas de trabajo continuas, analizar el estándar de verificación de calibración continua. Evaluar el desempeño de la calibración de acuerdo a lo siguiente.

13.4.1 Calcular los factores de respuesta de cada compuesto para cada estándar (verificación inicial y continua) de acuerdo a la sección 13.2.

13.4.2 Calcular el porcentaje de la diferencia con la siguiente ecuación:

Ecuación 9

$$\% D = (FRI) - (FRC) / FRI * 100$$

Donde:

% D es el porcentaje de la diferencia

FRI es el promedio del factor de respuesta de verificación de la calibración inicial de cada compuesto (de la curva de calibración)

FRC es el factor de respuesta de la calibración continua

13.4.3 Criterios para la calibración continua.

Para la calibración diaria, si el por ciento de la diferencia es mayor del 25 %, esto se considera como los límites de alerta. Si el % de la diferencia es menor a 25% se asume que la calibración inicial es válida. Si es mayor al 30% se tomarán las acciones correctivas respectivas. Si aún así no cumple; la curva de calibración deberá prepararse y analizarse nuevamente.

13.5 Evaluación de los materiales de referencia certificados internos

13.5.1 Los MRC internos utilizados son: 1,4-diclorobenceno-d₄, Naftaleno-d₈, Fenantreno- d₁₀, Acenafteno-d₁₀, Criseno-d₁₂, Perileno- d₁₂ todos se encuentran en las muestras a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración.

13.5.2 Si el tiempo de retención para cualquier MRC interno varía por más de 30 segundos, tomando como referencia la última calibración, deberá verificarse el sistema cromatográfico y corregir el flujo. Si el área del perfil de ión extraído varía por un factor de 2 (-50% a 100%) con respecto a los de la última calibración, verificar el espectrómetro de masas. Calcular el porcentaje de recuperación con la siguiente ecuación:

Ecuación 10

$$\% \text{ Recuperación} = A \times 100 / B$$

Donde:

- A es el área obtenida en el cromatograma
B es el área promedio del MRC interno de la curva de calibración

13.5.3 Sí al evaluar el área de los MRC's internos en las muestras, alguno no cumple con los criterios mencionados, repetir el análisis, registrar la anomalía en un formato de incidencias.

13.6 Evaluación de materiales certificados de referencia surrogados.

13.6.1 Calcular el porcentaje de recuperación con la siguiente ecuación:

$$\text{Ecuación 11} \quad \% \text{ Recuperación} = A \times 100/B$$

Donde:

- A es la concentración en ($\mu\text{g/L}$) obtenida en el cromatograma del surrogado
B es la concentración adicionada a la muestra en ($\mu\text{g/L}$)

13.6.2 Si al evaluar el porcentaje de recuperación de los MRC's surrogados en las muestras, alguno no cumple con los criterios mencionados, repetir el análisis, registrar la anomalía en un formato de incidencias.

14 PROCEDIMIENTO

Extracción en medio ácido:

- 14.1 Colocar los embudos de separación de 2 L en una gradilla.
14.2 Colocar las muestras frente a la gradilla.
14.3 En una probeta graduada medir 1,0 L de muestra producto (PECT). Medir el pH de la muestra, registrar en la bitácora.
14.4 Transferir las muestras a los embudos de separación, identificar los embudos con las claves de las muestras correspondientes.

14.5 Colocar un vaso de precipitado frente a cada embudo e identificarlo al igual que las muestras.

14.6 Adicionar 20 μ l de la mezcla de compuestos surrogados ácidos.

14.7 Con una pipeta serológica adicionar 2 ml de ácido sulfúrico 1:1, agitar por 10 segundos.

14.8 Medir el pH con tira o papel indicador. Ajustar el pH con la disolución de ácido hasta 2.

14.9 Adicionar 30 ml de disolución de cloruro de metileno/acetona (1:1) a cada embudo.

14.10 Tapar y agitar el embudo vigorosamente durante 2 minutos, venteando ocasionalmente para liberar la presión formada por evaporación, repetir la misma operación para cada muestra.

14.11 Dejar reposar durante 5 minutos para que se separen las fases orgánicas de las acuosas, drenar a su respectivo vaso de precipitado.

14.12 Adicionar 20 ml de cloruro de metileno y repetir la operación de los incisos 14.9 a 14.11

14.13 Repetir la operación de los incisos 14.8, 14.9 y 14.11, reuniendo los extractos en el vaso de precipitados.

14.14 Adicionar 2 g de sulfato de sodio anhidro al extracto orgánico, dejar reposar 5 durante minutos.

Extracción en medio alcalino.

14.15 Adicionar a la fase acuosa 20 μ l de la disolución de compuestos surrogados básicos.

14.16 Adicionar 5 ml de disolución de KOH 10 M, verificar el pH, en caso necesario ajustar hasta llegar a un pH de 12 o más.

14.17 Adicionar 30 ml de cloruro de metileno a cada muestra, repetir la operación del inciso 14.8 al inciso 14.14

14.18 Mezclar los extractos (ácido y alcalino)

14.19 Transferir la mezcla de extractos al sistema Kuderna Danish (KD), sumergir el sistema dentro de un baño de agua a 65 °C, la tercera parte del tubo concentrador del sistema debe quedar sumergida. Sí se utilizan otros métodos de concentración por ejemplo rotavapor o corriente de nitrógeno, se deben cumplir los criterios de recuperación descritos en la sección de desempeño.

14.20 Cuando el volumen se haya reducido a 0,8 ml o menos, retirar del baño de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente.

14.21 Con una pipeta Pasteur, transferir la muestra concentrada a un matraz de 1,0 ml., enjuagar el matraz del K-D con pequeños volúmenes de cloruro de metileno, transferir los enjuagues al matraz, adicionar 20 µL de la disolución de MRC internos, aforar a la marca con cloruro de metileno. Transferir las muestras, blancos y controles a viales de 2 ml, identificar con las claves correspondientes, analizar las muestras, en caso de que no se realice al análisis inmediatamente almacenar protegiendo de la luz y a una temperatura de -10° C.

14.22 Para realizar el análisis de muestras es necesario seguir el orden mencionado anteriormente y cumplir con los criterios de calibración instrumentales y del método.

15 CÁLCULOS

15.1 Cálculo de la concentración para producto PECT

Ecuación 12

$$\text{Analito } (\mu\text{g/l}) = \frac{(AX) (IS)}{(Ais) (FR) (Vo)}$$

Donde:

AX es el área característica de ión del compuesto medido

IS es la concentración de MRC interno inyectada (ng)

Ais es el área característica de ión del MRC interno

FR es el factor de respuesta

Vo es el volumen tomando en cuenta las diluciones efectuadas

15.2 Cuando se genera el reporte en la computadora, la concentración se obtiene directamente del programa, sin embargo cuando se efectúan diluciones se tendrá que aplicar el cálculo referido a las diluciones efectuadas.

15.3 Reporte de resultados.

15.3.1 Los resultados deben reportarse en unidades de mg/L.

15.3.2 Reportar cuatro cifras significativas.

16 DATOS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO

16.1 Límite de detección del método. Los valores presentados en esta sección son considerados como guía, cada laboratorio deberá establecer sus límites de detección del método (Ver Tabla 20.2)

16.2 Límite práctico de cuantificación.- Se considera cinco veces el límite de detección del método.

17 MANEJO DE RESIDUOS

17.1 El presente método utiliza solventes como el cloruro de metileno el cual es un compuesto que presenta un riesgo, por tal razón, su manejo debe realizarse dentro de una campana de extracción. El solvente se puede recuperar utilizando un equipo de condensación al momento de concentrar en el sistema K-D evitando así la contaminación.

17.2 Todos los residuos generados en el desarrollo de este método se deben confinar de acuerdo a la legislación vigente de nuestro país.

17.3 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.

17.4 Las muestras extraídas podrán ser desechadas al drenaje, siempre y cuando las concentraciones de los analitos no rebasen los límites máximos permisibles establecidos por la normatividad. Si algún analito sobrepasa los límites éste será confinado según el reglamento de manejo de residuos.

18 VIGENCIA

Esta Norma Mexicana entrará en vigor 60 días después de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

19 APENDICE NORMATIVO

Criterios de evaluación de la calibración

19.1 Muestras de control: CCCs

Analito	% de Recuperación
Benzo (a) pireno	29,68 - 150,2
Fenol	12,12 - 76,4
Fluoranteno	37,33 - 126,87
Pentaclorofenol	29,34 - 160,64
2,4, Dinitrotolueno	47,57 - 126,75
2,4,6 Triclorofenol	47,23 - 134,4

19.2 MRC Surrogados:

Analito	Concentración µg/ L	% de Recuperación
2- Fluorofenol	100	21 - 100
2,4,6 Tribromofenol	100	10 - 123
Nitrobenzeno d-5	100	35 - 114
Terfenol d 14	100	35 - 141

19.3 MRC Internos;

Analito	Concentración µg/L
1,4 Diclorobenceno d4	100
Naftaleno d 10	100
Acenafteno d 10	100
Fenantreno d 10	100
Criseno d 12	100

19.4 Tabla del desempeño del método

Compuestos orgánicos semivolátiles	Límite práctico de cuantificación (mg/l)	Límite de detección del método (LDM) (mg/l)
2,4-Dinitrotolueno	0,25	0,05
m-Cresol	ND	ND
o-Cresol	ND	ND
p-Cresol	ND	ND
Pentaclorofenol	0,25	0,05
Endrin	ND	ND
Heptacloro (y su Epóxido)	ND	ND
Hexacloroetano	0,05	0,01
Lindano	ND	ND
Metoxicloro	0,05	0,01
Toxafeno	ND	ND
2,4,5-Triclorofenol	0,05	0,01
2,4,6-Triclorofenol	0,05	0,01
Clordano	ND	ND
Cresol	ND	ND
Nitrobenceno	0,05	0,01

ND significa "no determinado", en este caso considerar que el límite práctico de cuantificación sea menor al límite máximo permisible establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005.

NOM-008-SECOFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

NMX-Z-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.

METHOD # 1625 Revision B (EPA-600 Series, Vol. 49 No. 209 October 1984) Code of Federal Regulations No. 40 of USEPA revised as of July 1, 1991.

Environmental Monitoring and Support Laboratory, "Methods for Chemical Analysis of Water, Wastes, and Soils", Office of Research and Development U.S Environmental Agency Protection, Cincinnati, Ohio. 1992. (Laboratorio de Soporte y Monitoreo Ambiental, "Métodos para análisis de agua, residuos, y suelos", Oficina de Investigación y Desarrollo, Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos, Cincinnati, Ohio. 1992.)

Laboratory Data Validation, "Functional Guidelines for Evaluating Organics Analyses", Environmental Compliance, Inc., Osha and U.S. E.P.A. 1988. (Validación de datos de laboratorio. "Lineamientos funcionales para la evaluación de análisis orgánicos", Compilación Ambiental, Inc. Osha y Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos. 1988).

Method 8270 D (SW-846 Third Edition, December 1996). Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). Compuestos orgánicos semivolátiles por cromatografía de gases/espectrometría de masas.

21 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente con ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

MÉXICO, D. F. A
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

FRANCISCO RAMOS GÓMEZ