



NORMA MEXICANA

NMX-AA-027-SCFI-2006

**RESIDUOS LÍQUIDOS - DETERMINACIÓN DE pH –
MÉTODO DE PRUEBA.**

LIQUID 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 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	2
4	DEFINICIONES	2
5	INTERFERENCIAS	3
6	SEGURIDAD	4
7	EQUIPO Y MATERIALES	4
8	REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS	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-027-SCFI-2006

RESIDUOS LÍQUIDOS - DETERMINACIÓN DE pH – MÉTODO DE PRUEBA.

LIQUID 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 carbono (SAE 1020) a una velocidad de 6,35 milímetros o más por año, o bien sí 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 potencial hidrógeno (pH) de residuos acuosos.

1.2 Campo de aplicación

Este método es de aplicación nacional para la medición de pH en residuos líquidos menor o igual a 2,0 ó mayor y/o igual 12,5.

2 RESUMEN

2.1 El pH de la muestra se mide electrométicamente, utilizando un potenciómetro y un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo combinado. El aparato de medición se calibra utilizando una serie de disoluciones de materiales de referencia certificados (MRC) de pH conocido en el intervalo de pH 2,0 a pH 12,5 aproximadamente.

2.2 Tomar una alícuota suficiente de muestra y determinar el pH con una cinta, varilla o papel indicador de pH, verificar la calibración del potenciómetro con un mínimo de dos disoluciones de MRC, 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

4.1 Blanco de campo:

Alícuota de agua reactivo que es colocada en un envase para muestra en el laboratorio, empacada 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 Certificado (MRC) de calibración:

Disolución preparada de un MRC diluido y/o una disolución patrón utilizada para calibrar la respuesta del instrumento con respecto a la concentración del analito.

4.4 Material de Referencia Certificado para verificación de la calibración:

Disolución del MRC a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, utilizado para verificar la calibración inicial en el tiempo.

4.5 Intervalo de trabajo:

Intervalo de la concentración sobre el cual la respuesta del instrumento para el analito es proporcional.

4.6 Potencial hidrógeno (pH):

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

5 INTERFERENCIAS

5.1 El electrodo de vidrio, en general no esta sujeto a interferencias por el color, turbiedad, materia coloidal, oxidantes, reductores o salinidad moderada ($<0,1$ molar).

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

5.3 Los materiales aceitosos flotantes o la materia particulada 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 de 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

Solo se mencionan los equipos y materiales que no son de uso común en el laboratorio analítico.

- 7.1** Medidor de pH.- Numerosos instrumentos están comercialmente disponibles con diferentes especificaciones y equipo opcional, el equipo debe tener compensador automático de temperatura.

7.2 Electrodo de referencia.- Podría utilizarse un electrodo cloruro de plata-plata u otro electrodo de referencia de potencial constante.

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.

7.3 Agitador magnético y barra agitadora cubierta de politetrafluoroetileno (PTFE).

8 REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS

Los reactivos que se mencionan deben ser grado reactivo a menos que se especifique alguna otra calidad.

8.1 Reactivos:

- Carbonato de calcio (CaCO_3)

8.2 Disoluciones:

8.2.1 Disoluciones de Material de Referencia Certificados a los siguientes valores de pH cada una pH 2,0, pH 4,0, pH 7,0 y pH 10,0.

8.2.2 Disolución amortiguadora 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 minutos, enfriar en un desecador a temperatura ambiente, agregar el contenido del crisol a un matraz que contenga 250 ml de agua, calentar a ebullición agitando constantemente, enfriar y filtrar el hidróxido de calcio formado a través de 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 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ agitando vigorosamente aproximadamente 3 g del sólido (sección 8.2.2), 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 debe usarse dentro de las próximas 72 horas.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

- 9.1** Cantidad mínima de muestra: 250 ml.
- 9.2** Tratamiento en campo: no aplica.
- 9.3** Preservación: Temperatura de 4°C.
- 9.4** Tiempo máximo previo al análisis: las muestras deberán ser analizadas 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.
- 10.1.2** 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.
- 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 determinados son iguales o mejores que los anteriores.
- 10.1.5** 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.
- 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 determinación 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 datos:
 - 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
 - Los nombres, títulos, direcciones y número de teléfono de los analistas que ejecutaron los análisis y modificaciones así como del responsable del control de calidad que presenció 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 ser inicialmente con las disoluciones de MRC de pH 4 y pH 7.

10.2.1.2 Dependiendo del valor del pH de la muestra, será la disolución del MRC que se utilice para verificar la calibración del equipo, es decir, si el pH de la muestra es menor a pH 4,0 se debe calibrar el equipo con las disoluciones de valor pH 1,0 y pH 4,0 ; si el pH de la muestra es mayor a 7 y menor a 10 se debe calibrar el equipo con las disoluciones 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 las disoluciones 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 Dividir en ocho porciones una disolución de MRC de pH 7,0 analizar cada porción en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

10.2.2.2 Registrar los resultados.

10.2.2.3 Calcular el porcentaje de recuperación:

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

Donde:

%R	es el porciento de recuperación
(VE)	es el valor encontrado de la muestra
(VR)	es el valor real

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 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 expediente de la demostración 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 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 fuente, 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 de Materiales de referencia certificadas que se utilizan para medir la exactitud y precisión de la pareja analista-método.

10.4.2.1 Las muestras de control de calidad (MCC) se deben preparar con disoluciones amortiguadoras de pH 1,0, 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 en la medición.

10.4.3 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 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 realizar una nueva calibración, reanalizar 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 poder iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras de control de calidad, 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 por ciento 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 Representar en una gráfica de control el valor promedio del %R y los límites de control 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
$\left X_1 - X_2 \right $	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:

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

Límite superior de advertencia (LSA) = 2,51R

Donde:

R el promedio de las DPR calculadas

10.5.2.4 Representar en una gráfica de control los datos de LSA y LSC dibujando líneas paralelas al eje-X (valor promedio de las DPRs).

10.5.2.5 Cada valor del DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado deberá graficarse y 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 o con reconocimiento internacional (por ejemplo ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etc.) aplicar el procedimiento que se presenta en la sección 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 solo 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 12,45.
- 11.2** Cada sistema instrumento/electrodo debe ser calibrado con un mínimo de dos puntos que abarquen el pH esperado de las muestras y con una diferencia mínima de tres unidades de pH. (pH 2,0, pH 4,0, pH 7,0 y pH 10,0), cuando se trate de 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, para valores menores a 2,0 calibrar el equipo con las disoluciones amortiguadoras de valor pH 2,0 y pH 7,0, realizar las calibraciones y las mediciones a $25 \pm 1,0^{\circ}$ 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** Tomar una alícuota suficiente de muestra en un vaso de precipitado (la muestra debe estar a temperatura ambiente), medir el pH de la muestra con una varilla o papel indicador de pH.
- 12.2** Según el pH de la muestra medido en el inciso 12.1, seleccionar las disoluciones de calibración para verificar la calibración del potenciómetro.
- 12.3** Una vez verificado el potenciómetro, tomar una alícuota de la muestra en un vaso de precipitado utilizando un volumen suficiente para cubrir los elementos de los electrodos y para proporcionar el funcionamiento adecuado de la barra agitadora magnética.
- 12.4** Si la temperatura de la muestra difiere por más de 2° C de la disolución de calibración, corregir 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 Sumergir los electrodos o el electrodo combinado en el vaso de la muestra, agitar suavemente a una velocidad constante para proporcionar homogeneidad y suspensión de los sólidos. Registrar el pH de la muestra y la temperatura de la muestra, repetir la medición hasta que la variación entre lecturas sea $< 0,1$ unidades de pH.

12.6 Lavar y enjuagar los electrodos con agua destilada antes de efectuar otra medición.

13 CÁLCULOS

13.1 Reportar directamente el valor que proporciona el equipo.

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

13.3 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: de 1 a 13 unidades de pH

14.4 Precisión inicial: No establecido

14.5 Exactitud inicial: No establecido

14.6 Cuarenta y cuatro analistas en veinte laboratorios analizaron seis muestras líquidas acuosas que contienen incrementos exactos de iones OH, con los siguientes resultados:

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	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

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-013/1-1977 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.

- 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 9040B “pH Electrometric Measurement”. (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos “Métodos de prueba para la evaluación de residuos sólidos”, 4ª. Revisión, 1998, Método 9040B “Medición electrométrica de pH”).

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 TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.