



NORMA MEXICANA

NMX-AA-103-SCFI-2006

**RESIDUOS – DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS
ORGÁNICOS VOLÁTILES POR CROMATOGRAFÍA DE
GASES ACOPLADO A UN ESPECTROMETRO DE MASAS EN
PRODUCTOS DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES
TÓXICOS (PECT) – MÉTODO DE PRUEBA**

**WASTE.- DETERMINATION OF VOLATILE ORGANIC
COMPOUNDS BY CHROMATOGRAPHY COUPLED TO A MASS
SPECTROMETER IN PRODUCTS FROM THE TOXIC
COMPOUNDS EXTRACTION - 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	5
6	SEGURIDAD	6
7	EQUIPOS Y MATERIALES	6
8	REACTIVOS Y PATRONES	8
9	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	12
10	CONTROL DE CALIDAD	12
11	CALIBRACIÓN	21
12	PROCEDIMIENTO	22
13	CÁLCULOS	24
14	DATOS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO	25
15	MANEJO DE RESIDUOS	26
16	VIGENCIA	26
17	BIBLIOGRAFÍA	26
18	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	27
19	TABLAS	27

NMX-AA-103-SCFI-2006
RESIDUOS – DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS
ORGÁNICOS VOLÁTILES POR CROMATOGRAFÍA DE
GASES ACOPLADO A UN ESPECTROMETRO DE MASAS EN
PRODUCTOS DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES
TÓXICOS (PECT) – MÉTODO DE PRUEBA.

WASTE.- DETERMINATION OF VOLATILE ORGANIC
COMPOUNDS BY CHROMATOGRAPHY COUPLED TO A MASS
SPECTROMETER IN PRODUCTS FROM THE TOXIC
COMPOUNDS EXTRACTION - 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 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 el análisis de compuestos orgánicos volátiles en el extracto obtenido del Procedimiento 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, 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 intervalos de trabajo del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es de aplicación nacional y establece el método de análisis por cromatografía de gases acoplado a un espectrómetro de masas y un equipo de purga y trampa para medir los compuestos orgánicos volátiles. Los compuestos que se analizan por este método deben tener un punto de ebullición por debajo de los 200°C, deben ser insolubles o escasamente solubles en agua. La matriz en la que aplica este método es en el extracto obtenido del Procedimiento de Extracción para Constituyentes Tóxicos (PECT).

2 RESUMEN

Un gas inerte como el helio, se burbujea a través de la muestra a temperatura ambiente en un equipo de trampa y purga, los compuestos volátiles son transferidos de la fase acuosa a la fase de vapor. El vapor es atrapado en una columna de material absorbente (trampa), posteriormente en la trampa se eleva la temperatura y los componentes son desorbidos e introducidos a la columna cromatográfica, en la cual también se eleva la temperatura para lograr la elusión y separación de los compuestos de interés, los cuales son detectados por el espectrómetro de masas, la cuantificación se realiza por medio de un material de referencia certificado interno y una curva de calibración.

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 Residuos:

Líquidos, sólidos y sedimentos de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellos.

4.2 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 examinar cual procedimiento de campo o transporte de muestra y ambiente ha contaminado la muestra.

4.3 Blanco de reactivos:

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 blanco de reactivos debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El blanco de reactivos se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

4.4 Calibración:

El conjunto de operaciones que tiene por finalidad encontrar los errores de un instrumento para medir y, de ser necesario, otras características metrológicas.

4.5 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 $n-1$.

4.6 Disolución patrón:

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

4.7 Disolución primaria:

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de ésta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

4.8 Estándar de calibración:

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

4.9 Estándar de verificación de la calibración:

Disolución estándar con una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, se utiliza para verificar la calibración inicial.

4.10 Exactitud:

Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.

4.11 Límite de detección del método (LDM):

Concentración mínima de un analito que puede identificarse con una confianza del 95% cuando la concentración del analito es mayor a cero bajo las condiciones establecidas del método.

4.12 Límite práctico de cuantificación (LPC):

Concentración mínima del analito que puede medirse con un nivel de confianza predeterminado en condiciones rutinarias de operación. Este límite puede establecerse entre cinco a diez veces el LDM.

4.13 Muestras adicionadas (MA) y muestras adicionadas duplicadas (MAD):

Alícuota de una muestra ambiental a la que se adicionan concentraciones conocidas de los analitos de interés. Su propósito es cuantificar el sesgo y la precisión causada por efecto de matriz.

4.14 Muestra de control de calidad (MCC):

Muestra sintética que contiene una concentración conocida de todos o un subgrupo de los analitos analizados por el método. La MCC se obtiene de una fuente externa al laboratorio o es preparada a partir de materiales de referencia certificados diferentes de los usados para la curva de calibración. Se usa para evaluar el desempeño del laboratorio.

4.15 Patrón primario:

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

4.16 Patrón de referencia:

Patrón en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cuál se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

4.17 Precisión:

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre.

4.18 Intervalo de trabajo:

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

4.19 Verificación de la calibración:

Verificación periódica que se efectúa para detectar o descartar cambios en las condiciones instrumentales.

4.20 Extracto PECT:

El lixiviado a partir del cual se determinan los constituyentes tóxicos del residuo y su concentración con la finalidad de identificar si éste es peligroso por su toxicidad al ambiente.

5 INTERFERENCIAS

5.1 Interferencias de matriz:

5.1.1 La principal fuente de contaminación son los compuestos volátiles que se encuentren en el laboratorio, así como las impurezas presentes en el gas inerte de purga (helio), en la trampa, y en el uso de material plastificado inadecuado.

5.1.2 Altas concentraciones de sales solubles, pueden modificar la solubilidad de los analitos de interés.

5.1.3 Altas concentraciones de algunos analitos pueden interferir por coelución cromatográfica.

5.2 Interferencias instrumentales:

- 5.2.1** Se pueden producir interferencias por presencia de contaminación en el equipo de trampa y purga y en la columna cromatográfica, esta contaminación puede deberse al análisis de muestras con altas concentraciones de compuestos volátiles orgánicos (arrastre de contaminación). Para tratar esta interferencia se deberán analizar varios blancos de agua reactivo después de analizar muestras de alta concentración y antes de analizar muestras de baja concentración.
- 5.2.2** Niveles altos de aire y/o humedad, pueden provocar una relación señal-ruido elevada.

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. Debe tenerse un archivo de referencias 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 tratarse como potencial peligro a la salud. La exposición a estas sustancias químicas debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice pruebas de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén disponibles para los analistas.
- 6.3** Aspectos específicos del método

Los compuestos que a continuación se mencionan son tentativamente clasificados como sospechosos de carcinogénesis en humanos y mamíferos: benceno, tetracloruro de carbono, cloroformo, 1,4-diclorobenceno y cloruro de vinilo.

7 EQUIPOS Y MATERIALES

Todo el material volumétrico utilizado en éste método debe ser clase "A" o estar verificada su calibración.

7.1 Materiales

7.1.1 Materiales para preparación de muestras:

- Viales con una capacidad de 40 ml, tapón de rosca y septa de silicón/ PTFE (politetrafluoroetileno).
- Pipetas volumétricas clase "A" de 1 ml, 2 ml, 5 ml y 10 ml.
- Microjeringa de 10 μ L.
- Microjeringa de 25 μ L.
- Microjeringa de 500 μ L.
- Guantes resistentes a solventes orgánicos ajustables.
- Espátula de acero inoxidable de 25 cm de longitud.

7.1.2 Materiales para el análisis instrumental:

- Insertos de vidrio para puerto de inyección.
- Septa color gris de bajo sangrado.
- Columna cromatográfica (5% fenilmetil silicón) de 30 m de longitud por 0,32 mm de diámetro interno y 0,17 μ m de espesor de película ó equivalente.
- Anillos (O-ring).

7.2 Equipos e instrumentos

7.2.1 Equipos e instrumentos para preparación de muestras:

- Balanza analítica con un intervalo de 0,01 - 200 g.

7.2.2 Equipos e instrumentos para análisis:

- Cromatógrafo de gases con puerto de inyección capilar.
- Detector selectivo de masas.
- Concentrador de purga y trampa, con trampa de 0,125 pulgadas de diámetro externo y 0,105 pulgadas de diámetro interno, empacada con tenax/silica gel/carbón activado.

- Automuestreador.
- Sistema registrador de datos.

8 REACTIVOS Y PATRONES

8.1 Reactivos para preparación de muestras:

- Agua grado reactivo, libre de compuestos orgánicos.
- Metanol.

8.2 Materiales de Referencia Certificados (MRC) y disoluciones

8.2.1 Disolución primaria de Materiales de Referencia Certificados (MRC)

Todas las disoluciones primarias y secundarias serán preparadas e identificadas según el procedimiento de preparación de disoluciones de MRC implementado en el laboratorio. Preparar la disolución primaria a partir de mezclas o de compuestos puros de MRC, usar como disolvente metanol, los MRC pueden presentarse en estado físico líquido o gas. Si se parte de MRC puros seguir el siguiente procedimiento:

8.2.1.1 En una balanza analítica llevar a peso cero un matraz volumétrico (incluyendo el tapón) de 10 ml, adicionar aproximadamente 9,8 ml de metanol, retirar el tapón y permitir que el solvente de las paredes del matraz se sequen (aproximadamente 10 minutos). Tapar el matraz, pesar con una precisión cercana a 0,0001 g. Registrar el dato.

8.2.1.2 Adicionar el MRC como se describe a continuación:

- MRC (líquido).- Adicionar con micro-jeringa de 100 uL el volumen necesario para obtener un peso aproximado de 0,1 g, el líquido debe caer directamente en el solvente sin tocar las paredes o el cuello del matraz, tapar inmediatamente, pesar y registrar el dato.
- MRC (gas).- Aplica para cualquier compuesto que presente un punto de ebullición menor o igual a 30°C (por ejemplo: bromometano, cloroetano, clorometano o cloruro de vinilo), con una jeringa para gas de 5,0 ml, tomar una alícuota del MRC hasta la marca de 5,0 ml. Adicionar lentamente el MRC introduciendo la aguja de la jeringa al matraz aproximadamente a 5 mm por arriba del menisco del solvente.

- 8.2.1.3** Pesar el matraz y registrar el dato, mezclar por inversión varias veces. Calcular la concentración en miligramos por litro (mg/L), la disolución primaria debe ser de una concentración aproximada a 10 000 mg/L. Sí la pureza del MRC es mayor al 96%, no es necesario considerar este dato en el calculo de la concentración. Pueden utilizarse disoluciones primarias certificadas comerciales.
- 8.2.1.4** Transferir la disolución primaria a viales con línea de PTFE, almacenar con un mínimo de espacio libre, proteger de la luz a -10°C o menos sí es la indicación del fabricante. Para evitar la evaporación de los compuestos volátiles de interés, regresar las disoluciones al congelador lo mas rápido posible después de haber sido utilizadas en el análisis.
- 8.2.2** Periodicidad en la preparación de disoluciones primarias de MRC
- 8.2.2.1** Monitorear periódicamente las disoluciones primarias de MRC en gas comparando con la curva de calibración inicial. Sí en la verificación se detecta una desviación que exceda el 20%, descartar y preparar de nuevo las disoluciones. Los MRC en gas generalmente se reemplazan después de una semana o de acuerdo a las instrucciones del fabricante. El diclorodifluorometano y el diclorometano usualmente son los primeros compuestos en evaporarse, por lo tanto, es recomendable monitorear con mayor frecuencia las disoluciones que contengan estos compuestos.
- 8.2.2.2** Los MRC no gaseosos deben monitorearse frecuentemente por comparación con la curva de calibración inicial. En caso de exceder la variación en un 20%, descartar y preparar las disoluciones de nuevo. Estos materiales generalmente es necesario reemplazarlos después de seis meses o bien seguir las instrucciones del fabricante. Los MRC que contienen compuestos reactivos tales como 2-cloroetil vinil éter y el estireno, podrían requerir prepararse con mayor frecuencia.
- 8.2.3** Disoluciones de MRC secundarias.

A partir de las disoluciones de MRC primarias preparar las disoluciones secundarias, considerar concentraciones que faciliten la dilución, así como los intervalos de trabajo. Realizar la dilución correspondiente para obtener una disolución de MRC secundaria a una concentración de 5,0 mg/L.

- 8.2.3.1** De la disolución secundaria de 5,0 mg/L, tomar alícuotas de 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 150 µl y 250 µl respectivamente, adicionar cada una a viales previamente identificados cada uno contiene 5 ml de agua reactivo libre de compuestos orgánicos, para obtener

las siguientes concentraciones: 10 µg/L, 25 µg/L, 50 µg/L, 100 µg/L, 150 µg/L y 250 µg/L.

8.2.3.2 Disoluciones para la curva de calibración partiendo de una mezcla de compuestos de MRC.

8.2.3.2.1 A partir de una mezcla de MRC de compuestos volátiles preparar una disolución de 5,0 mg/L en metanol.

8.2.3.2.2 Proceder de acuerdo a la sección 8.2.3.1

NOTA 1: Por las características reactivas del cloruro de vinilo se sugiere almacenarlo puro en una recipiente de acero inoxidable.

8.2.4 Disoluciones de surrogados (MRC)

8.2.4.1 Los compuestos utilizados como surrogados deben prepararse a partir de MRC, los recomendados en este método son los siguientes: Tolueno-d₈, 4-bromofluorobenceno, 1,2-dicloroetano-d₄, y dibromofluorometano. Dependiendo de los requerimientos del análisis, se pueden utilizar otros compuestos como surrogados, sí y solo si, cumplan con los criterios de calidad descritos en la sección de desempeño. Preparar la disolución primaria de surrogados a una concentración de 10,0 mg/L.

8.2.4.2 A partir de la disolución primaria de la sección anterior, preparar una disolución secundaria a una concentración de 5 a 25 µg/mL en metanol. Antes de iniciar el análisis, adicionar cada una de las muestras con 10 µL de la disolución secundaria de surrogado, sí se requiere aumentar la sensibilidad de la medición, diluir la disolución secundaria de los surrogados.

8.2.5 Disolución de MRC internos

Los compuestos recomendados como internos en el presente método son los siguientes: fluorobenceno, clorobenceno-d₅ y 1,4-diclorobenceno-d₄, sólo se pueden utilizar otros compuestos como internos sí y solo sí, presenten tiempos de retención similares a los compuestos que son detectados por CG/EM.

8.2.5.1 Preparar una disolución secundaria a partir de una primaria de MRC a una concentración de 25 mg/L de cada compuesto interno. Adicionar 10 µL de esta disolución a cada muestra a analizar (incluyendo curva de calibración y muestras de control de calidad) para obtener una concentración final aproximada de 50 µg/L. La cuenta de áreas de los picos de los compuestos internos debe encontrarse entre 50-200% del área de los analitos de interés a

una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración.

8.2.6 Disolución de MRC de 4-Bromofluorobenceno (BFB)

A partir de un MRC de BFB, preparar una disolución de 25 ug/ml utilizando como solvente metanol.

8.2.7 Disoluciones para calibración

Existen dos tipos de disoluciones para calibración en el presente método: Disolución para la calibración y disolución para verificar la calibración. Sí se usan mezclas comerciales, seguir las instrucciones de condiciones de preservación y manejo indicadas por el fabricante.

8.2.7.1 Las disoluciones de calibración inicial (curva de calibración)

Deben prepararse como mínimo a cinco concentraciones diferentes a partir de la disolución secundaria del MRC, preparar estas disoluciones con agua grado reactivo libre de compuestos orgánicos. Al menos un nivel de la curva de calibración debe ser equivalente a la concentración esperada en la muestra real o bien al límite máximo permisible establecido en la norma oficial mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005.

8.2.7.2 Disoluciones para verificar la calibración

Deben prepararse a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración a partir de disoluciones secundarias de MRC. Preparar estas disoluciones con agua grado reactivo libre de compuestos orgánicos.

NOTA 2: Las disoluciones de calibración y verificación de la calibración deben contener los compuestos internos y surrogados seleccionados para el análisis.

8.2.8 Muestras adicionadas

8.2.8.1 Las muestras adicionadas deben prepararse a partir de los compuestos orgánicos volátiles de interés (Benceno, Clorobenceno, Cloroformo, Cloruro de Vinilo, 1,4-Diclorobenceno, 1,2-Dicloroetano, 1,1-Dicloroetileno, Hexaclorobenceno, Hexaclorobutadieno, Metil etil cetona, Piridina, Tetracloroetileno, Tetracloruro de Carbono, Tricloroetileno). Preparar una disolución con estos compuestos en una concentración de 250 mg/L en metanol. De esta disolución el automuestreador adicionará a cada muestra 1 µL para obtener una concentración aproximada de 50 µg/L.

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

9.1 Cantidad mínima de muestra: 40 ml en viales con septa de PTFE.

9.2 Preservación: Para minimizar la pérdida de compuestos altamente volátiles, el vial que contiene la muestra debe presentar un mínimo de espacio libre, almacenar en áreas separadas a muestras que se espera contengan compuestos volátiles y de muestras para análisis de compuestos orgánicos semivolátiles.

9.3 Tiempo máximo previo al análisis: Siete días a partir de su recolección y lixiviación (respectivamente).

10 CONTROL DE CALIDAD

10.1 Aspectos generales:

10.1.1 Cada laboratorio que utilice este método debe 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 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 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 la siguiente información:

- 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 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 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.

10.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

10.2.1 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 responsable, con objeto de validar que la curva de calibración está adecuadamente elaborada.

10.2.1.1 Los valores entre los obtenidos en la curva de calibración y los Materiales de Referencia Certificados de procedencia diferente deben variar menos del 10%.

10.2.1.2 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 desempeño del método.

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

10.2.2 Límite de detección del método (LDM):

10.2.2.1 Preparar una muestra sintética a partir del Material de Referencia Certificado de calibración mas adecuado a una concentración que se encuentre entre cinco y diez veces el límite de detección del método estimado.

10.2.2.2 Dividir la disolución anterior en siete alícuotas y analizar.

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

10.2.2.4 Calcular el LDM usando la siguiente ecuación:

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

Donde:

$(t_{n-1, 0,99\%})$ es la constante cuyo valor es 3,14

s es la desviación estándar

10.2.2.5 Si el resultado del LDM obtenido es menor de diez veces la concentración de la disolución patrón 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 10.2.2.2.

- 10.2.2.6** El procedimiento y los resultados deben registrarse en la bitácora del analista y en el expediente del desempeño inicial del método (EDIM).
- 10.2.2.7** El límite de detección del método que se obtenga, debe ser igual o menor al que se presente en la sección de desempeño.
- 10.2.3** Intervalo de trabajo del método (ITM).- Se recomienda que ITM se establezca de acuerdo al límite máximo permisible de la norma oficial mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005 como nivel central de la curva de calibración, con al menos dos niveles por debajo y dos por encima de éste.
- 10.2.3.1** El intervalo de trabajo se define como la porción lineal de la curva de calibración, normalmente abarca de una a tres órdenes de magnitud.
- 10.2.3.2** Se puede evaluar utilizando como indicador el coeficiente de correlación de la recta de ajuste por mínimos cuadrados, el cual debe ser mayor a 0,99 (siempre y cuando antes se verifique la linealidad por métodos gráficos).
- 10.2.4** Exactitud inicial del método.- Calcular la exactitud inicial del método de la siguiente forma:
- 10.2.4.1** Preparar a partir de un Material de Referencia Certificado, una disolución a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, dividir en ocho porciones la muestra y realizar el análisis completo en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.
- 10.2.4.2** Analizar las ocho muestras y registrar los resultados.
- 10.2.4.3** Calcular el porcentaje de recuperación, mediante la siguiente fórmula:
- $$\%R = (VE / VR) * 100$$
- Donde
- | | |
|----|-----------------------------------|
| %R | es el porcentaje de recuperación |
| VE | es el valor medido de la muestra |
| VR | es el valor asignado a la muestra |
- 10.2.4.4** Calcular el promedio y la desviación estándar del %R.
- 10.2.4.5** Comparar los valores de la media y la desviación estándar del %R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

- 10.2.4.6** 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)
- 10.2.4.7** Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 10.2.5** Precisión inicial del método.- Calcular la precisión inicial del método de la siguiente forma:
- 10.2.5.1** Con los resultados de las ocho muestras preparadas en la sección 10.2.4.1 elaborar una tabla donde se anoten los ocho valores en forma de pares (cinco renglones con dos valores en par).
- 10.2.5.2** 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
X₁ es el valor medido de la muestra original
X₂ es el valor medido de la muestra duplicada.

- 10.2.5.3** Calcular la media aritmética del DPR.
- 10.2.5.4** Comparar los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.
- 10.2.5.5** 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 expediente de desempeño inicial del método (EDIM).
- 10.2.5.6** Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.
- 10.2.6** 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 éste valor, entonces utilizar el primer nivel de la curva de calibración.

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

- 1 Muestra de verificación del instrumento (MVI).
- 2 Muestra de verificación de la calibración inicial (MVCI) (o MRC de la curva de calibración).
- 3 Blanco de reactivos (BR)
- 4 Muestra sintética de control de calidad (MCC)
- 5 Muestra real No. 1
- 6 Muestra real No. 2
- 7 Muestra real No. 1 duplicada (MD)
- 8 a 13 Muestras reales Nos. 3 a 10
- 14 Muestra de verificación de la calibración continua (MVCC)
- 15 MCC No. 2
- 16 Muestra real No. 11
- 17 Muestra real No. 12
- 18 Muestra real No. 11 duplicada (MD)
- 19 a 26 Muestras reales Nos. 13 a 20, etc.

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

10.4 Muestras de control de calidad

10.4.1 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 detectar la contaminación resultante del proceso analítico.

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

10.4.1.2 Nunca sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.

10.4.1.3 Si el valor del BR es mayor al LPC, 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.

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

- 10.4.3** Muestras sintéticas de control de calidad (MCC).- Son muestras preparadas a partir de agua reactivo libre de compuestos orgánicos y Materiales de Referencia Certificados que se utilizan para medir la exactitud y precisión de la pareja analista-método.
- 10.4.3.1** Las MCC se deben preparar a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración.
- 10.4.3.2** Deben ser preparadas a partir de MRC diferentes a los que se utilizaron para la curva de calibración y por personal diferente.
- NOTA 3:** Se recomienda que el analista no conozca el valor de las disoluciones de MCC con el objeto de asegurar la veracidad de la medición.
- 10.4.4** 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.
- 10.4.4.1** Se debe utilizar la disolución MRC de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla después de haber verificado el instrumento de medición.
- 10.4.4.2** La variación máxima permitida es de $\pm 25\%$, sí el valor encontrado, es mayor, entonces realizar una nueva curva de calibración.
- 10.4.5** 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.
- 10.4.5.1** Se debe utilizar la disolución de MRC de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla cada diez muestras dentro del lote analítico.
- 10.4.5.2** La variación máxima permitida es de $\pm 20\%$, sí el valor encontrado, es mayor, entonces realizar una nueva curva de calibración, reanalizar las cinco muestras anteriores y proseguir con el análisis del lote analítico.
- 10.4.6** 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.
- 10.4.6.1** La MVI es una muestra que depende de las especificaciones del fabricante del instrumento.

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 contar con 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 control de calidad
VR es el valor asignado a la muestra de control de calidad

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 los límites de control y de advertencia superior e inferior, paralelos al eje de las ordenadas (x) y en el eje de las abscisas los datos de %R.

10.5.1.5 Graficar cada valor de exactitud obtenido de las muestras de control de calidad de cada lote analizado, éste deberá encontrarse dentro de los límites de control superior e inferior.

10.5.1.6 Sí un valor de exactitud es mayor a $\pm 3s$, 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.

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 iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos doce datos de muestras duplicadas, antes de contar con 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:

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

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

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:

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

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

Donde:

R es el promedio de las DPR calculadas

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

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

10.5.2.6 Si un valor de DPR es mayor a las especificaciones mencionadas en el inciso anterior, rechazar 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** Validar las modificaciones al presente método de acuerdo a lo que se presenta en la sección 10.2.
- 10.6.2** Si se utiliza un método alternativo cuya fuente sea un método reconocido por alguna Institución de carácter internacional por ejemplo ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etcétera seguir el mismo 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 la sección 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 adicionadas y adicionadas duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

11 CALIBRACIÓN

11.1 Calibración del método

11.1.1 Una vez preparada la mezcla estándar y la curva de calibración (ver inciso 8.2.3), analizar los cinco niveles de la curva de calibración en las condiciones instrumentales mencionadas en el inciso 12.2.1.

11.1.2 Calcular los factores de respuesta

Los factores de respuesta de cada compuesto de la curva de calibración se calcularán con la siguiente ecuación:

$$F.R. = (Ax/Cis)/(AisCx)$$

Donde:

Ax es el área del ión característica del compuesto medido

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

11.1.3 Calcular los factores de respuesta promedio para cada compuesto.

Los factores de respuesta promedio se calculan sumando los factores de respuesta obtenidos por cada compuesto dividido entre 5. Posteriormente se calcula la desviación estándar promedio para cada compuesto y con los datos anteriores se obtiene el porcentaje de la desviación estándar relativa (% DSR):

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

Donde:

X es la media de los factores de respuesta de cada compuesto
DS es la desviación estándar promedio para cada compuesto

11.1.4 El % DSR debe ser de treinta o menor, si esto no sucediera será necesario volver a analizar dicho compuesto.

12 PROCEDIMIENTO

12.1 Preparación de muestras

12.1.1 Las muestras de productos PECT, se analizan como muestras de suelos, para evitar tapar o dañar el filtro del purga y trampa.

12.1.2 Cuando se sospeche que en la muestra los analitos rebasen el intervalo de trabajo, hacer diluciones como se indica a continuación:

12.1.3 Medir la cantidad de muestra (de acuerdo a la experiencia), colocarla en un vial de 40 ml y adicionar lo restante de agua reactivo (recordar que el volumen total debe ser de 5 ml).

12.2 Análisis

12.2.1 Indicar en el muestreador de la purga y trampa lo siguiente:

- Volumen de muestra 5 ml
- Estándares internos/surrogados STD 1, (1 μl)
- Enjuagues de Inpinger 2
- Volumen de enjuague 5 ml
- Tiempo de purga 11 minutos

- Tiempo de desorción 4 minutos
- Temperatura de purga 45 °C
- Tiempo de calentamiento 3 minutos

Para las muestras adicionadas todo es igual pero además se da la instrucción de adición de estándar 2 (STD 2) que corresponde a la mezcla de adición.

12.2.2 En el instrumento GC/MS, a través de la computadora, cargar el método instrumental y la secuencia instrumental; para llevar a cabo esto referirse a los instructivos de operación del GC/MS y purga y trampa.

Condiciones instrumentales:

- Temperatura inicial: -10,0 °C
- Programa de temperatura: 8,0 °C/minutos hasta 100°C
- Programa de temperatura: 2 20,0°C hasta 250 °C durante 3 minutos
- Detector: 280 °C
- Inyector: 250 °C
- Tiempo de equilibrio: 0,50 minutos.
- Intervalo de masas: 33 u.m.a. a 260 u.m.a.

13 CÁLCULOS

13.1 Registro de resultados

13.1.1 Registrar los resultados obtenidos según el procedimiento de cada laboratorio, que debe contener como mínimo la siguiente información: número de lote analítico, identificación de la muestra, número de laboratorio, fecha de muestreo, fecha de análisis, hora de análisis, cantidad de muestra analizada, volumen de extracto analizado, volumen de aforo.

13.1.2 En este registro se deben incluir todos los parámetros calibrados del método. Así mismo anotar todas las observaciones importantes hechas a cada una de las muestras.

13.1.3 Incluir en el registro los datos del por ciento de recuperación de los estándares surrogados y de los estándares internos.

13.2 Interpretación de resultados

13.2.1 Una vez analizada la muestra, integrar el cromatograma y referir a la curva de calibración con los siguientes datos:

- Espectros de masas (ión principal e iones cualificadores)
- Tiempos de retención de cada uno de los compuestos calibrados
- Para aquellos parámetros no asociados con los estándares calibrados se pueden identificar a través de las librerías

13.2.2 Cuando la muestra es referida a la curva de calibración en la generación de reporte se obtienen los siguientes datos:

- Información de la muestra
- Área y concentración en $\mu\text{g/L}$ de cada uno de los compuestos encontrados.
- Área y concentración de los estándares internos.
- Área y concentración de los estándares surrogados.

13.3 Formas de cálculo

13.3.1 Calcular la concentración para extractos (PECT), mediante la siguiente fórmula:

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

Donde:

AX	es el área característica de ión del compuesto medido
IS	es la concentración del estándar interno inyectada (ng)
Ais	es el área característica de ión del estándar interno
FR	es el factor de respuesta
Vo	es el volumen purgado tomando en cuenta las diluciones efectuadas

13.3.1.1 Cuando se genera el reporte en la computadora, el dato de la concentración es obtenido automáticamente, sin embargo aplicar cuando se requiera el cálculo referido a las diluciones efectuadas.

- 13.4** Registrar los resultados de la concentración ($\mu\text{g/L}$) de los compuestos surrogados y áreas de estándares internos de cada muestra; éstos son comparados y evaluados de acuerdo a los criterios mencionados en las Secciones de control de calidad.
- 13.5** Reporte de resultados
- 13.5.1** Reportar los resultados para extracto PECT en mg/L
- 13.5.2** Reportar con cuatro cifras significativas.
- 13.5.3** A los resultados de las muestras anexar los documentos cromatográficos tales como blanco de reactivos y reporte del GC/MS de cada muestra.
- 14** **DATOS DE DESEMPEÑO DEL MÉTODO**
- 14.1** Límite de detección del método: Ver Tabla 1
- 14.2** Límite práctico de cuantificación: Ver Tabla 1

15 MANEJO DE RESIDUOS

Es 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.
- Environmental Monitoring and Support Laboratory, "Methods for Chemical Analysis of Water, Wastes and Soils", Office of Research and Development U.S., Agency Protection, Cincinnati, Ohio, 1992.
- Laboratory Data Validation E.P.A. "Functional Guidelines for Evaluating Organics Analyses", Environmental Compliance, Inc., Osha and U.S. 1988.
- N. Irving Sax. "Dangerous Properties of Industrial Materials" Van Nostrand Reinhold Company, Fifth Edition.
- Robert E. Wagner, "Guide to Environmental Analytical Methods", Northeast Analytical, Inc., Catalyn St., Schemectady, N. Y., 1992.
- Office of Solid Waste and Emergency Response "Test Methods for Evaluating Solid Waste Sw-8240" Environmental Agency Protection, 1986, Washington, D.C.
- Capítulo 3, "Inorganic Analytes". SW-846, USEPA.

18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide con ninguna norma internacional, debido a que no existe norma internacional sobre el tema tratado al momento de su elaboración.

19 TABLAS

Tabla 1. Desempeño del método

Compuesto	LPC ($\mu\text{g}/\text{L}$)
Benceno	0,03
Clorobenceno	0,03
Cloroformo	0,04
Cloruro de Vinilo	0,04
1,4-Diclorobenceno	0,04
1,2-Dicloroetano	0,02
1,1-Dicloroetileno	0,03
Hexaclorobenceno	ND
Hexaclorobutadieno	0,10
Metil etil cetona	ND
Piridina	ND
Tetracloroetileno	0,05
Tetracloruro de Carbono	0,02
Tricloroetileno	0,02

Los datos presentados corresponden al análisis utilizando una columna de 30 metros x 0,32 mm de diámetro interno, con una cubierta de 1 μm de espesor.

LPC: Límite Práctico de Cuantificación basado en 25 ml de muestra

ND: No determinado

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

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