

DECLARATORIA de vigencia de las normas mexicanas NMX-AA-115-SCFI-2001

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Economía.

DECLARATORIA DE VIGENCIA DE LAS NORMAS MEXICANAS QUE SE INDICAN

La Secretaría de Economía, por conducto de la Dirección General de Normas, con fundamento en lo dispuesto por los artículos 34 fracciones XIII y XXX de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 51-A, 51-B, 54 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, 46, 47 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización y 23 fracciones I y XV del Reglamento Interior de esta Secretaría y habiéndose satisfecho el procedimiento previsto por la ley de la materia para estos efectos, expide la declaratoria de vigencia de las normas mexicanas que se listan a continuación, mismas que han sido elaboradas y aprobadas por el "Comité Técnico de Normalización Nacional de Protección al Ambiente". El texto completo de las normas que se indican puede ser consultado gratuitamente en la biblioteca de la Dirección General de Normas de esta Secretaría, ubicada en Puente de Tecamachalco número 6, Lomas de Tecamachalco, sección Fuentes, Naucalpan de Juárez, código postal 53950, Estado de México, o en el Catálogo Mexicano de Normas que se encuentra en la página de Internet de la Dirección General de Normas, cuya dirección es <http://www.economia.gob.mx/normas>.

Las presentes normas entrarán en vigor 60 días después de la publicación de esta declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

CLAVE O CODIGO	TITULO DE LA NORMA
NMX-AA-115-SCFI-2001	ANALISIS DE AGUA-CRITERIOS GENERALES PARA EL CONTROL DE LA CALIDAD DE RESULTADOS ANALITICOS.
Campo de aplicación	
Esta Norma Mexicana especifica algunos criterios generales para el aseguramiento y control de la calidad de resultados analíticos.	
Esta Norma Mexicana es aplicable para el análisis de aguas naturales, residuales y residuales tratadas.	
Concordancia con normas internacionales	
Esta Norma Mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.	

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 6 de abril de 2001.- El Director General de Normas, **Miguel Aguilar Romo**.- Rúbrica.

NMX-AA-115-SCFI-2001**ANÁLISIS DE AGUA - CRITERIOS GENERALES PARA EL
CONTROL DE LA CALIDAD DE RESULTADOS ANALÍTICOS****WATER ANALYSIS - GENERAL CRITERIA FOR THE QUALITY
CONTROL OF ANALITICAL RESULTS****0 INTRODUCCIÓN**

En general, los métodos analíticos están diseñados para que un analista con experiencia lo pueda llevar a cabo y obtenga resultados satisfactorios. La experiencia del analista le permite tomar decisiones sobre la forma de tratar la muestra en caso de que existan (o puedan existir) interferencias que alteren los resultados analíticos. Asimismo el aseguramiento/control de la calidad de los datos analíticos le permite evaluar la calidad del resultado obtenido, con respecto a la muestra de que se trate y concluir sobre éste.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana especifica algunos criterios generales para el aseguramiento y control de la calidad de resultados analíticos.

Esta norma mexicana es aplicable para el análisis de aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 PRINCIPIO DEL MÉTODO

Los criterios de aseguramiento/control de calidad se refieren a todo aquel conjunto de actividades cuyo propósito es el de controlar la calidad de un bien o servicio para que cumpla con las necesidades de los consumidores; cuyo propósito es proporcionar una calidad que sea satisfactoria, confiable y económica; así como proporcionar al productor o consumidor de un bien o servicio la certeza de que éste cumple con los estándares de calidad predefinidos con un cierto nivel de confianza.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Aguas naturales

Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, residual y superficial.

3.2 Aguas residuales

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

3.3 Análisis de blanco analítico

Es el someter una alícuota de agua reactivo a todo el proceso de análisis por el cual pasa una muestra real. Los laboratorios deben realizar los análisis de blancos para corregir la señal de fondo del sistema de medición. El análisis de blancos se debe realizar en forma periódica o con cada lote de muestras según lo requiera el método.

3.4 Análisis de matrices adicionadas

A una alícuota de una muestra se le añaden los analitos de interés a muestras reales y la muestra así fortificada se somete a todo el proceso de análisis que sigue una muestra normal. Del resultado obtenido para la matriz fortificada se pueden evaluar la eficiencia de recobro del método y el desempeño del laboratorio en este método y con ese tipo de muestra.

3.5 Bitácora

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se lleva a cabo.

3.6 Blanco

Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

3.7 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

3.8 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

3.9 Descarga

Acción de verter, infiltrar o depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

3.10 Desviación estándar experimental

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud s que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la siguiente fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

En donde x_i es el resultado de la i -ésima medición y \bar{x} es la media aritmética de los n resultados considerados.

3.11 Disolución estándar

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

3.12 Disolución madre

Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

3.13 Error aleatorio

Resultado de una medición menos la medida que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad.

3.14 Error de medición

Resultado de un mensurando menos un valor verdadero del mensurando o un valor convencionalmente verdadero.

3.15 Error relativo

Error de medición dividido por un valor verdadero o convencionalmente verdadero del mensurando.

3.16 Error sistemático

Medida que resultaría de un número infinito de mediciones del mismo mensurando realizadas bajo condiciones de repetibilidad menos un valor verdadero del mensurando.

3.17 Exactitud

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

3.18 Límite de cuantificación del instrumento

Concentración mínima del analito en una muestra y que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.

3.19 Límite de cuantificación del método (LCM)

Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

3.20 Límite de detección del instrumento

Concentración mínima del analito en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.

3.21 Límite de detección del método (LDM)

Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

3.22 Material de referencia

Material o sustancia en el cual uno o mas valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

3.23 Material de referencia certificado

Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

3.24 Medición

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

3.25 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

3.26 Muestra compuesta

La que resulta de mezclar un número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples debe ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

3.27 Muestra simple

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente el o los procesos más representativos de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar cuando menos, un volumen suficiente para que se lleven a cabo los análisis necesarios para conocer su composición, aforando el caudal descargado en el sitio y en el momento de muestreo.

3.28 Parámetro

Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

3.29 Patrón (de medición)

Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

3.30 Patrón de referencia

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

3.31 Patrón de trabajo

Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

3.32 Patrón nacional (de medición)

Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

3.33 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.

3.34 Patrón secundario

Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

3.35 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:

$$x = \bar{x} \pm t_{\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

- \bar{x} es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
- $t_{\alpha/2}$ es el valor de la t de Student para un nivel de significancia del 95 %;
- s es la desviación estándar de la muestra;
- n es el número de réplicas, y
- x es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

3.36 Trazabilidad

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

3.37 Verificación de la calibración

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

4 PERSONAL

4.1 Supervisor del laboratorio

El supervisor del laboratorio debe tener una licenciatura en el área de la química o equivalente y por lo menos un año de experiencia en el análisis de agua, así como tener experiencia práctica y conocimientos de los principios del aseguramiento de la calidad. Es responsabilidad directa del supervisor del laboratorio el asegurarse que el personal del laboratorio haya demostrado satisfactoriamente su capacidad para llevar a cabo los análisis que les hayan sido asignados y que todos los resultados reportados por el laboratorio, cumplan con los criterios de aseguramiento de calidad establecidos en su manual de calidad.

4.2 Laboratorista (Analista)

El laboratorista debe tener una licenciatura en el área de la química o equivalente y por lo menos un año de experiencia en el análisis de agua. Si el laboratorista es responsable de la operación de instrumentación analítica debe demostrar que ha acreditado un curso especializado de entrenamiento por el fabricante del instrumento o algún otro organismo de capacitación calificado o haber cumplido un periodo de aprendizaje bajo la tutela de un analista experimentado. La duración de estos programas deberá ser proporcional al grado de complejidad de la instrumentación referida. Los datos producidos por los analistas mientras están en proceso de entrenamiento son aceptables siempre y cuando hayan sido revisados y avalados por un analista calificado o el supervisor de laboratorio.

Antes de poder producir resultados útiles, el analista debe demostrar (documentadamente) que es capaz de producir resultados aceptables para blancos, precisión, exactitud y límites de detección, así mismo debe demostrar ser capaz de obtener especificidad aceptable de muestras desconocidas.

4.3 Técnicos

Los técnicos laboratoristas deben tener un diploma de un bachillerato técnico o equivalente, haber completado un programa de entrenamiento bajo la dirección de un analista experimentado y contar con experiencia de trabajo práctico en el laboratorio de análisis de agua.

Antes de poder realizar el análisis de muestras reales, el técnico debe demostrar (documentadamente) que es capaz de producir resultados aceptables para blancos, precisión, exactitud y límites de detección, así mismo debe demostrar ser capaz de obtener especificidad aceptable de muestras desconocidas.

4.4 Personal de muestreo

El personal que va a tomar las muestras debe haber cubierto el ciclo escolar básico nacional y haber recibido un entrenamiento completo en los procedimientos de muestreo para los diferentes tipos de muestras que debe coleccionar. Su desempeño debe ser supervisado por personal experimentado en muestreo o laboratorio.

4.5 Exención de los requisitos de entrenamiento técnico

Los auditores pueden exentar del requisito de demostrar documentadamente la escolaridad y el entrenamiento del personal técnico para el caso de los que cuenten con muchos años de servicio y experiencia en el laboratorio.

Se deben mantener registros de entrenamiento y capacitación para todo el personal del laboratorio. En éstos se debe conservar toda la información sobre la capacitación que haya recibido y que sea relevante a las funciones que realiza en el laboratorio (metodologías analíticas, seguridad en el laboratorio, técnicas de muestreo, aseguramiento de la calidad, análisis estadístico de resultados, etc.).

5 INSTALACIONES DEL LABORATORIO

El análisis de muestras debe llevarse a cabo en un laboratorio en el que se pueda mantener y asegurar la integridad y la seguridad de las muestras. Las instalaciones de los laboratorios, deben estar limpias y tener un control adecuado de temperatura y humedad, una adecuada iluminación en las mesas de trabajo y cumplir con todas las reglamentaciones de higiene y seguridad laboral. Las instalaciones del laboratorio deben proveer los espacios adecuados para el almacenamiento y desecho de los residuos químicos y de muestras. Se deben contar con los sistemas de extracción (de humos y vapores) adecuados.

Las mesas de trabajo deben contar con el suficiente espacio para el procesamiento adecuado de las muestras, así como también con todos los servicios (tarjas, llaves de agua, gas, vacío y corriente eléctrica regulada, etc.). Los equipos e instrumentos deben contar con una corriente eléctrica regulada y adecuadamente aterrizada. Por razones de seguridad las áreas de análisis inorgánicos y orgánicos deben estar físicamente separadas, de igual forma el área de análisis orgánicos y el área de preparación de muestras deben estar separadas para evitar contaminación cruzada dentro del laboratorio. Las áreas de análisis y el almacén de muestras deben de estar aislados de cualquier posible fuente de contaminación.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

Se debe contar con espacio suficiente para almacenar reactivos, material de vidrio y equipo de campo así como áreas específicas para el lavado de material.

6 EQUIPO DE LABORATORIO E INSTRUMENTACIÓN

El laboratorio debe tener los instrumentos y equipamiento necesario para realizar los métodos analíticos para los cuales ha solicitado acreditamiento y aprobación. En la tabla 1 se presenta una lista que provee más información sobre el equipamiento necesario y sus características. El mantenimiento y calibración de los equipos e instrumentos se deben realizar en forma periódica y se debe mantener registros de ello.

TABLA 1.- Características necesarias para equipos y/o instrumentos de un laboratorio de análisis de agua

Agitadores magnéticos Velocidad variable, barras de agitación con recubrimiento de teflón
Autoclave Con control de temperatura y presión
Balanza analítica Precisión 0,1 mg Marco de pesas certificado Servicios para mantenimiento y calibración
Balanza granataria Precisión 1 mg Marco de pesas certificado
Balanza de humedad Precisión 0,1 mg Marco de pesas certificado Servicios para mantenimiento y calibración
Baño de agua (María) Calentamiento eléctrico o vapor Controlable a $\pm 5^{\circ}\text{C}$ hasta temperatura de ebullición del agua
Centrífuga Mínimo 2 500 r.p.m. Capacidad mínima de 4 mL x 50 mL
Conductímetro Exactitud $\pm 1 \mu\text{S/cm}$ Pilas o corriente

(Continúa)

TABLA 1.- Características necesarias para equipos y/o instrumentos de un laboratorio de análisis de agua

<p>Cromatógrafo de gases Inyección split/splitless Temperatura del horno controlable a $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ Registrador/integrador Programación de temperatura Detector de captura de electrones Linearizado Detector de conductividad electrolítica/fotoionización Detector de nitrógeno fósforo</p>
<p>Cromatógrafo de iones Detector de conductividad, detector de UV Columna supresora, columna de separación</p>
<p>Cromatógrafo de líquidos de alta resolución Flujo constante Capacidad de inyectar entre 20 μL - 500 μL Sistema con gradiente Reactor post-columna Detector de fluorescencia Detector de UV a 254 nm Detector de arreglo de diodos Sistema Isocrático Reactor post-columna Detector de fluorescencia Sistema de gradiente Detector de arreglo de diodos 210 nm - 310 nm</p>
<p>Espectrofotómetro Intervalo de 200 nm - 900 nm Ancho de banda < 20 nm Posibilidad de varios tipos y capacidades de celdas Paso óptico de 1 cm - 5 cm</p>



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

(Continúa)

TABLA 1.- Características necesarias para equipos y/o instrumentos de un laboratorio de análisis de agua

Espectrofotómetro de absorción atómica Sistema de registro Aire/acetileno (grado absorción atómica) Óxido nitroso (grado absorción atómica) Horno de grafito Argón o nitrógeno (grado absorción atómica) Generador de hidruros Hidrógeno (grado absorción atómica) Analizador de mercurio (vapor frío)
Espectrómetro de masas (Cuadrupolo o trampa de iones) Barrido de 35 uma - 260 uma/2 sec Sistema de datos en línea
Estándares de color Para verificar λ de fotómetros deben cubrir de 200 nm -800 nm
Fotómetro de filtros Intervalo de 400 nm - 700 nm Ancho de banda 10 nm -70 nm Posibilidad de varios tipos y capacidades de celdas Paso óptico 1 cm - 5 cm
Horno de secado Por gravedad o convección Intervalo con control de operación de temperatura ambiente a 180°C o más ($\pm 2^\circ\text{C}$)
Horno de microondas Control de temperatura y/o presión
Incubadora para DBO Con control de temperatura $\pm 1^\circ\text{C}$
Incubadora para microbiología Con control de temperatura $\pm 0,5^\circ\text{C}$
Material de vidrio De borosilicato El material volumétrico debe ser clase A o calibrado
Material de vidrio especial Embudos de separación Concentradores Kuderna Danish (K-D)



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

(Concluye)

TABLA 1.- Características necesarias para equipos y/o instrumentos de un laboratorio de análisis de agua

Microscopio electrónico de transmisión 80 kv 300-100,000X amplificación 1 nm de resolución pantalla de calibración SAED y ED
Microscopio óptico Con aumentos (lupa 10X, 40X y 100X)
Mufla Que alcance temperaturas mayores de 450°C
Parrilla Control de temperatura
pH Metro Exactitud $\pm 0,1$ unidades Pilas o corriente Que pueda utilizarse con electrodos de ion selectivo
Plasma inductivamente acoplado (ICP) (secuencial o simultáneo) Controlado por computadora Corrección de señal de fondo Suministro de gas argón Espectrómetro de masas acoplado al ICP Intervalo de 5 uma - 250 uma
Potenciómetro para Ion específico Exactitud ± 1 mV
Refrigerador/congelador Normal de laboratorio, a prueba de explosiones para orgánicos Capaz de mantener temperatura nominal de 4°C
Sistema auto-analizador Bomba multi-canal Reactores, colorímetros
Sistema de purga y trampa Purga de vidrio Tamaño de muestra 5/25 mL
Termómetros De mercurio en grados Celsius, con subdivisiones de 1°C o menores, que abarque diferentes intervalos de temperatura certificado o trazable

7 PRÁCTICAS GENERALES DE LABORATORIO

7.1 General

7.1.1 Productos químicos/reactivos

Todos los reactivos y productos químicos que se empleen deben de cumplir con las especificaciones de los métodos empleados. En el caso de que el protocolo o el método no cuenten con especificaciones particulares se deben emplear en todos los casos reactivos grado reactivo analítico (RA).

7.2 Contaminantes inorgánicos

7.2.1 Agua reactivo

El laboratorio debe contar con una fuente de agua reactivo. Esto es agua que tenga un valor de resistencia de por lo menos 0,2 megahoms (conductividad máximo 5,0 micromhos/cm) a 25°C. El agua reactivo debe conservarse en envases cerrados. Se debe llevar a cabo un programa de control de la calidad del agua, realizando pruebas periódicas y documentadas en función de los volúmenes de agua que se empleen. Sin embargo en ningún caso las pruebas pueden realizarse más espaciadas que un mes. Para ciertos análisis se puede requerir agua reactivo de una calidad diferente o con diferentes especificaciones.

7.2.2 Preparación del material de vidrio

Los diferentes métodos de análisis requieren de procedimientos específicos de lavado de material, el laboratorio debe asegurar que se siguen los procedimientos de lavado adecuados. En el caso de que los métodos no especifiquen un protocolo de lavado, el material de vidrio se puede lavar en una disolución de detergente libre de fosfatos y enjuagarse después con abundante agua de la llave para terminar con un enjuague con agua reactivo. Este procedimiento es adecuado para los análisis más simples. Es conveniente mantener separadamente el material empleado para análisis más susceptibles a contaminarse, como los son el de nitratos, mercurio y plomo. En la tabla 2 se presenta un cuadro de procedimientos de limpieza y métodos de análisis.

TABLA 2.- Procedimientos de lavado de material de vidrio es necesario consultar los métodos particulares para revisar todos los detalles

Aplicación	Lavado
Orgánicos	Enjuague con disolvente, lave con detergente líquido (libre de fosfatos), enjuague con agua corriente y finalmente enjuague en forma secuencial con metanol, agua caliente, metanol, acetona y cloruro de metileno
Metales	Lave con detergente, enjuague con agua corriente y sumérgalo en una disolución de ácido nítrico al 20 % (V/V) por 4 h o en ácido nítrico diluido al 8 % (V/V)/ácido clorhídrico al 17 % (V/V), y enjuague con agua corriente y finalmente enjuagar con agua reactivo
Inorgánicos	Lave con detergente líquido, enjuague con agua corriente y agua reactivo utilice detergente libre de fosfatos

7.3 Contaminantes orgánicos

7.3.1 Agua reactivo

El agua reactivo para el análisis de compuestos orgánicos debe estar libre del analito o analitos que se van a cuantificar. En ciertos casos es necesario dar un tratamiento especial al agua, como puede ser el tratarla con carbón activado, para eliminar interferencias. Si el método que se sigue especifica algún tratamiento es necesario asegurarse que éste se lleve a cabo.

7.3.2 Preparación del material de vidrio

Se deben seguir los procedimientos especificados en los métodos. En la tabla 2 se presenta un cuadro de procedimientos de limpieza de acuerdo al área de aplicación.

7.4 Seguridad en el laboratorio

Es necesario que el personal del laboratorio esté familiarizado y ponga en práctica las medidas de seguridad necesarias acorde a las muestras y los métodos de análisis que se sigan. Se recomienda que los laboratorios cuenten con un programa de seguridad como parte del sistema de calidad del laboratorio.

7.5 Aseguramiento de la calidad

Los laboratorios deben contar con un programa de aseguramiento de la calidad formal y documentado. En este programa deben estar contemplados todos los aspectos de la actividad del laboratorio, desde el muestreo, métodos de prueba, operación y mantenimiento de los equipos e instrumentos, generación de resultados, procedimientos de acciones correctivas hasta la emisión de informes. Este programa debe estar a la disposición de todo el personal.

8 PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS

8.1 General

Los manuales de procedimientos analíticos deben estar disponibles en las diferentes áreas del laboratorio. Todas las modificaciones aprobadas deben de documentarse adecuadamente. Todas las etapas de los procedimientos se consideran como requisitos prioritarios e insalvables (insustituibles). No pueden ser empleados métodos diferentes a los que han sido acreditados y aprobados. En el caso de implementar un método alternativo este debe someterse a aprobación por el organismo aprobador.

8.2 Análisis directos

Las mediciones de turbidez, pH, temperatura, cloro residual, color, y conductividad, requieren de asegurar las calibraciones de los instrumentos y equipos con una periodicidad mayor. Es necesario establecer un programa de aseguramiento de calidad que certifique la validez de estas mediciones.

9 RECOLECCIÓN, MANEJO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

La forma en que las muestras se recolectan y manejan es un factor crítico para la obtención de buenos resultados. Es fundamental el contar con un procedimiento minuciosamente detallado para el muestreo y el asegurarse que los muestreadores lo conocen y lleven a cabo el desempeño adecuadamente.

9.1 Rechazo de muestras

El laboratorio debe rechazar aquellas muestras que no cumplan con los requisitos indicados en los incisos 9.2 a 9.6.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

9.2 Recipientes para muestras y conservación

El tipo de recipientes para muestras así como el tipo de preservador que se requiere para cada parámetro orgánico o inorgánico se indican en la tabla 3. No se recomienda el empleo de gel congelado ya que se ha demostrado que no es capaz de mantener la temperatura a 4°C o menos. Si se emplease gel congelado se debe asegurar que éste se encuentra congelado en el momento de la recolección de las muestras, que las muestras se hayan pre-enfriado antes de empacarlas y de asegurarse en el momento de la recepción que se haya podido mantener la temperatura (4°C).

9.3 Tiempo máximo de conservación

Las muestras deben analizarse antes del tiempo máximo de conservación, el cual se indica por parámetro en la tabla 3.

9.4 Recolección y transporte de las muestras

Se deben seguir al pie de la letra los procedimientos de muestreo, de identificación de la muestra y asegurarse de una pronta transferencia de la muestra al laboratorio. Cuando el laboratorio no sea el responsable del muestreo y transporte, éste debe verificar que toda la documentación, adición de preservadores, tipo de recipientes y tiempos de conservación de la muestra sean los adecuados.

9.5 Muestreador

El muestreador debe haber recibido capacitación en los procedimientos de muestreo y debe tener una copia escrita del procedimiento para cada tipo de muestra que vaya a tomar. El muestreador debe ser capaz de llevar a cabo correctamente los procedimientos adecuados.

9.6 Forma de reporte del muestreo

La forma de reporte debe contener toda la información referente a la muestra, fecha y hora de recolección, número de identificación, nombre del muestreador, tipo de preservador añadido, requerimientos de transporte, recipiente y volumen, tipo y características de muestra, condiciones meteorológicas, mediciones de campo y análisis solicitado o requerido y cualquier otra información relevante a la muestra. Es preciso emplear tinta indeleble en todos los casos.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

TABLA 3.- Preservadores y tiempos máximos de retención de muestras por parámetro

Analito	Preservador	Tiempo máximo de almacenamiento antes del análisis de la muestra	Tiempo máximo de almacenamiento	Tamaño de muestra sugerido	Recipiente de muestreo
Metales (excepto Hg)	HNO ₃ pH<2	6 meses	No aplica	1 L	Plástico o vidrio
Mercurio	HNO ₃ pH<2	28 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Alcalinidad	Enfriar, 4°C	14 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Asbesto	Enfriar, 4°C	48 h	No aplica		Plástico o vidrio
Cloruro	Nada	28 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Cloro residual	Nada	Inmediato	No aplica	200 mL	Plástico o vidrio
Color	Enfriar, 4°C	48 h	No aplica	50 mL	Plástico o vidrio
Conductividad	Enfriar, 4°C	28 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Cianuro	Enfriar, 4°C, ácido ascórbico (si contiene cloro), NaOH pH>12	14 días	No aplica	1 L	Plástico o vidrio
Fluoruro	Nada	28 días	No aplica	300 mL	Plástico o vidrio
SAAM	Enfriar, 4°C	48 h	No aplica		
Nitrato	Enfriar, 4°C, H ₂ SO ₄ , pH<2	14 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

(Concluye)

TABLA 3.- Preservadores y tiempos máximos de retención de muestras por parámetro

Analito	Preservador	Tiempo máximo de almacenamiento antes del análisis de la muestra	Tiempo máximo de almacenamiento	Tamaño de muestra sugerido	Recipiente de muestreo
Nitrito	Enfriar, 4°C	48 h	No aplica	50 mL	Plástico o vidrio
Olor	Enfriar, 4°C	24 h	No aplica	200 mL	Vidrio
pH	Nada	Inmediato	No aplica	25 mL	Plástico o vidrio
Ortofosfato	Filtrar de inmediato, enfriar, 4°C	48 h	No aplica	50 mL	Plástico o vidrio
Sílice	Enfriar, 4°C	28 días	No aplica	100 mL	Plástico
Sólidos	Enfriar, 4°C	7 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Sulfato	Enfriar, 4°C	28 días	No aplica	50 mL	Plástico o vidrio
Temperatura	Nada	Inmediato	No aplica	1 L	Plástico o vidrio
Turbidez	Enfriar, 4°C	48 h	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Orgánicos volátiles	Tiosulfato de sodio o ácido ascórbico, 4°C, HCl pH<2	14 días	No aplica	40-120 mL	Vidrio con tapa con teflón
Orgánicos semivolátiles	Sulfito de sodio, oscuro, enfriar, 4°C, HCl pH<2	14 días	30 días desde el muestreo	1 L	Vidrio ámbar con tapa con teflón



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

9.7 Muestras compuestas

La formación de muestras compuestas para la determinación de parámetros orgánicos e inorgánicos, puede realizarse en el laboratorio. Siempre y cuando no se excedan los tiempos de conservación.

10 CONTROL DE CALIDAD (CC)

Esto es un programa característico de cada laboratorio, aquí se hace mención a algunos aspectos específicos y que deben ser considerados en todo programa de control de calidad.

10.1 Requerimientos generales

10.1.1 Disponibilidad de la información de CC

Toda la información relativa a los controles de calidad deben estar físicamente dentro del laboratorio y disponibles en caso de auditorías.

10.1.2 Manuales de procedimientos

Una copia de los procedimientos analíticos del laboratorio y del de aseguramiento de calidad debe estar disponible para los analistas en las diferentes áreas de laboratorio.

10.1.3 Balanzas y pesas

Las especificaciones de las balanzas deben ser las adecuadas para el procedimiento en el que se las emplee. Por lo general los laboratorios de análisis de agua emplean balanzas con precisión de 0,000 1 g. Las balanzas deben calibrarse por lo menos una vez al año con un marco de pesas certificada. Esto puede hacerse por personal del laboratorio (siempre que se pueda demostrar su capacitación) o por un laboratorio acreditado en masas. El calibrar las balanzas por un laboratorio externo tiene como ventaja el que se pueda tener un control de calidad externo. El marco de pesas certificado debe re-certificarse al momento de que se piense o presuma que se han dañado (corrosión, golpes o marcas) o antes de la fecha de vencimiento de su calibración.

El personal del laboratorio debe realizar una comprobación diaria de que la balanza está dentro de especificaciones. Los registros de las verificaciones deben estar disponibles en el caso de una inspección.

Las verificaciones y su frecuencia deben de estar claramente establecidas en el plan de aseguramiento de la calidad del laboratorio.

10.1.4 Espectrofotómetro

Es necesario verificar cada tres meses la longitud de onda y linealidad de los espectrofotómetros usando estándares. El registro de estas verificaciones debe estar disponible al momento de una inspección. Las verificaciones y su frecuencia deben de estar claramente establecidas en el plan de aseguramiento de la calidad del laboratorio.

10.1.5 Termómetros

Los termómetros que se empleen deben de ser certificados o trazables y recertificados cuando el termómetro haya sido sometido a temperaturas extremas.

10.2 Requerimientos específicos

Lo siguiente es requerido para cada método de prueba.

10.2.1 Muestras de evaluación de desempeño

El laboratorio debe analizar una muestra de evaluación de desempeño por lo menos una vez al año. Los resultados de la prueba de desempeño deben ser aprobatorios (resultados, documentación y visitas de inspección o seguimiento). El laboratorio debe mantener un registro de las acciones correctivas después de haber recibido una evaluación negativa en un(os) método(s) de prueba(s). El laboratorio debe suspender la emisión de resultados con dicho método hasta haber obtenido una evaluación satisfactoria en una segunda evaluación de desempeño.

10.2.2 Muestras de control de calidad

Por lo menos una vez al trimestre el laboratorio debe analizar un estándar de control de calidad, para los analitos y/o métodos llevados a cabo durante el trimestre. El estándar empleado para preparar esa muestra de control de calidad es preferible que sea comprada de una fuente distinta a la con la cual se preparan los estándares de trabajo. Si la incertidumbre excede los límites especificados en el método, debe ser necesario tomar acciones correctivas y generar toda la documentación pertinente para demostrar que el problema se ha resuelto.

10.2.3 Curvas de calibración

Es necesario seguir los requerimientos de calibración del método. En caso de que no existan, estos lineamientos deben ser de utilidad. Al inicio de un día de trabajo en el que se vayan a analizar muestras, se debe generar una curva de calibración, conforme a los manuales de procedimientos del método, conteniendo todos los analitos a analizar y que cubra todo el intervalo de trabajo.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

La curva debe de incluir al menos 5 concentraciones (puntos), en algunos métodos se requiere de correr un blanco y cuatro concentraciones (puntos) de cada analito. El material de los estándares de trabajo se recomienda sean distintos de los estándares de control de calidad. Las mediciones de campo (pH, cloro residual, etc.) deben de haberse realizado en instrumentos bien calibrados (como se indica en los manuales correspondientes) y verificados diariamente. Mientras menos preciso sea el método empleado mayor debe ser el número de concentraciones (puntos) que debe haber en la curva de calibración.

10.2.4 Verificación de la calibración

En algunos métodos la curva de calibración es tan tediosa o difícil de construir, que realizarla al inicio de cada día de trabajo se vuelve poco práctico. Por lo tanto se sugiere elaborar una curva como se indica en el inciso 10.2.3 y a partir de ahí verificar la curva al inicio de cada día de trabajo corriendo un blanco y un punto de la curva de calibración para cada analito considerado en el procedimiento. Todas las verificaciones deben caer dentro de los valores límites de control especificados en el procedimiento, en caso contrario se debe recalibrar acorde lo indicado en el inciso 10.2.3.

10.2.5 Blancos

Con cada lote de muestras se debe correr un blanco de laboratorio, éste es una muestra de agua reactivo que se somete a todo el método analítico. Por lo general el valor del blanco no debe exceder el valor del límite de detección del método (LDM).

10.2.6 Matriz adicionada

Con el objeto de evaluar las posibles interferencias de matriz el laboratorio debe añadir una concentración conocida de el(los) analito(s) a un mínimo de 10 % de las muestras analizadas de rutina (a menos que el método indique un valor diferente). El valor de la concentración de la adición debe ser mayor que el valor de fondo que genere la muestra. Si la concentración del analito en la muestra no se conoce o está por debajo del límite de detección del método, el analista debe escoger una concentración (por ejemplo un cierto porcentaje del valor máximo permisible o un valor intermedio del intervalo de trabajo). A lo largo del tiempo se debe alcanzar el hecho de haber adicionado muestras de todas las fuentes de muestreo que recibe el laboratorio en la medida en que esto sea posible. Si alguna de estas verificaciones no se encuentra dentro de los límites de control especificados en el inciso 10.2.7, pero el desempeño del laboratorio demuestra estar en control, los resultados de esa muestra deben ser marcados como dudosos e informar que se presupone que los valores están alterados por efectos de la matriz.

10.2.7 Cartas de control

Es necesario que los laboratorios lleven cartas de control. Para iniciar una carta de control, es necesario generar un número suficiente de datos, por lo general un mínimo de 20 a 30 para un método en particular para con ello calcular los valores límites. En general los valores límites no deben ser diferentes de los especificados para el método de referencia (cuando éste los especifique).

Cuando el laboratorio haya generado un número suficiente de datos, debe desarrollar las gráficas de control a partir de los datos de media (\bar{X}), desviación estándar (σ) o en su caso de eficiencias de recobro (%R) de las verificaciones de control de calidad antes especificadas. Estos valores se emplean para definir los valores límites de control.

Valor límite superior = $+3S$ (valor límite superior de alarma + $2S$)

Valor límite inferior = $-3S$ (valor límite inferior de alarma - $2S$)

Después de cada 5 ó 10 nuevos valores, se deben fijar nuevos límites de control con los últimos 20-30 valores. Los nuevos valores límite no deben exceder los previamente establecidos (o los establecidos por el método). Si el nuevo valor es más cerrado es éste el que debe emplearse.

10.2.8 Demostración inicial de desempeño

Antes de que un laboratorio pueda entregar resultados a sus clientes, debe haber cumplido satisfactoriamente con una prueba inicial de desempeño (PID). Es necesario que la PID se lleve a cabo para cada método y para cada analista e instrumento. Cuando se empleen más de un procedimiento de preparación de muestra debe realizarse la PID para cada uno de éstos para con ello tomar en cuenta la variabilidad que cada uno introduce en el resultado. Es de esperarse que se obtengan valores muy semejantes de precisión y exactitud para cada técnico y procedimiento. La PID incluye la evaluación de ser capaces de alcanzar una baja señal de fondo, la precisión y exactitud requeridas por el método y el poder alcanzar el límite de detección requerido (acorde a los criterios aceptados para la evaluación de este parámetro). La PID debe ser repetida en el caso de un cambio de analista, de instrumento y evidentemente si se lleva a cabo una modificación en el método. Cualquier cambio por pequeño que sea debe disparar acciones tendientes a evaluar y corregir precisión, exactitud y sensibilidad del procedimiento.

10.2.9 Cuantificación en análisis multicomponentes (es el caso de compuestos orgánicos en el que con un mismo procedimiento se analizan varios componentes)

La cuantificación de muestras conteniendo varios componentes, requiere del criterio de un profesional experimentado; esto dado la complejidad involucrada en los procesos de separación (cromatográficos), los efectos de insolubilidad de precipitados envejecidos e interferencias que pudieran estar presentes. El patrón de los picos que aparecen en la muestra deben ser examinados con cuidado y comparados contra los de una muestra de referencia. Sólo aquellos picos de la muestra que se puedan correlacionar inequívocamente con los del estándar de referencia pueden ser cuantificados. Aquellos picos que claramente presenten interferencias, o que la forma del pico no sea el de una curva normal o que presenten signos claros de degradación o descomposición no pueden ser cuantificados. Para cuantificar es necesario usar el área de los picos. En el caso de compuestos constituidos por varios isómeros (toxafeno, PCB's, etc) la cuantificación se hace por cálculo del área total (comparando el área de 5-9 picos de la muestra con el área de los mismos picos del estándar de referencia) o calculando cada pico por separado (usando el área) y tomando el área promediada de los 5-9 picos del estándar de referencia. Debido a que factores tal como, desviación de línea base y forma de los picos modifican el valor del área, los resultados mas precisos son aquellos en los que la concentración de la muestra sea lo más cercana posible con la del estándar empleado (valor de concentración del estándar no más de 20 % de diferencia con la de la muestra).

10.2.10 Cálculo periódico del límite de detección de método

El cálculo del límite de detección del método (diferente del límite de detección instrumental) es imprescindible para métodos como compuestos orgánicos volátiles, espectrofométricos, etc. En el artículo 224 de la Ley Federal de Derechos en Materia de Agua se listan los Lineamientos de Calidad del Agua (LCA) para aguas naturales y residuales. El límite se define como aquella concentración que proporciona una señal en el instrumento significativamente diferente de la señal de una muestra en "blanco" o "señal de fondo"; es decir es el límite de la detección cualitativa.

Se recomienda evaluar el LDM por un período mínimo de 3 días para obtener valores mas realistas. El valor de LDM debe ser re-evaluado cuando ocurra un cambio de analista, de instrumento y evidentemente si se lleva a cabo una modificación en el método. Cualquier cambio por pequeño que sea debe disparar acciones tendientes a evaluar y corregir precisión, exactitud y sensibilidad del procedimiento. El analista debe verificar en forma periódica el LDM.

10.2.11 Límite de cuantificación del método

Al reportar un dato cercano al valor del LDM se corre un riesgo de cerca del 50 % sobre el número que indica la concentración. Es por ello necesario definir el límite de cuantificación del método como el límite más bajo para mediciones cuantitativamente precisas, en oposición a la detección cualitativa.

Este límite debe ser estimado para cada parámetro y re-evaluarse cuando ocurra un cambio de analista, de instrumento y evidentemente si se lleva a cabo una modificación en el método. Cualquier cambio por pequeño que sea debe disparar acciones tendientes a evaluar y corregir precisión, exactitud y sensibilidad del procedimiento. El analista debe verificar en forma periódica el LCM.

10.2.12 Muestra control

El analista debe verificar en forma periódica una muestra control para cada analito de cada lote de muestras. En este caso es necesario determinar y registrar la exactitud y la precisión obtenidas.

10.2.13 Identificación cualitativa

El analista debe comprobar la especificidad (identificación cualitativa y confirmación) del procedimiento que sigue (por ejemplo con la obtención de un espectro, comprobación de la longitud de onda y el máximo de absorbancia, tiempo de retención en dos columnas, etc.). Sin la identificación cualitativa positiva es imposible el reporte de un dato cuantitativo.

10.3 Mediciones directas

10.3.1 Calibración

Conocer el proceso de medición y los requisitos de calibración de los instrumentos, por lo general al adquirir los equipos de medición directa, el fabricante proporciona los procedimientos de calibración. Es necesario que el laboratorio protocolice dicha operación de forma que pueda ser integrado a los manuales de calidad.

Los instrumentos y equipos utilizados para la generación, medida o valoración de datos, es probado de forma adecuada, calibrado y/o estandarizado. Considerando entre otros las recomendaciones del fabricante, las características particulares de cada instrumento o equipo y los lineamientos del manual de aseguramiento y control de calidad deben de realizarse:

Comprobación: La cual significa el examen del instrumento o equipo para determinar el cumplimiento de sus especificaciones.

Calibración: La cual implica la comparación de una medida de un patrón o instrumento con exactitud conocida, con otro patrón o instrumento para eliminar la desviaciones por ajuste.

10.3.2 Mediciones

Una vez que el equipo ha sido debidamente calibrado, las mediciones deben hacerse por lo menos por triplicado para poder aplicar un análisis estadístico mínimo para los resultados que es la expresión del intervalo de confianza sobre la lectura.

Los instrumentos y equipos analíticos utilizados en la generación, medidas o valoración de los datos analíticos debe estar en las condiciones adecuadas para funcionar de acuerdo a los protocolos establecidos en cada caso y debe estar situado apropiadamente para la operación, inspección, limpieza y mantenimiento.

El equipamiento debe sufrir un proceso de validación para asegurar que funciona como se pretende.

10.3.3 Mantenimiento

Los instrumentos y equipos deben ser adecuadamente auditados, limpiados y mantenidos preventiva y correctivamente.

10.4 Métodos gravimétricos

Para este tipo de métodos la cantidad buscada se determina mediante el peso de la propia sustancia pura, compuestos o materia, estas determinaciones generalmente se realizan por un método físico. Por ejemplo, como en la pérdida de peso por desecación en una estufa, o químico, como es la expulsión del dióxido de carbono de los carbonatos por calcinación. La medida puede ser directa, por la determinación del aumento del peso de un absorbente del constituyente volátil, o indirecta por determinación de la pérdida de peso. Los errores que pudieran presentarse son: a) instrumentales, b) de método, c) de operación y d) personales, los cuales pueden eliminarse.

10.5 Valoraciones o titulaciones

Para el caso de este tipo de métodos donde la determinación se realiza por medida del volumen de una fase relacionada cuantitativamente con el constituyente buscado, se deben considerar como puntos críticos los siguientes: a) error químico; b) error en la determinación del punto de equivalencia o punto final, c) error por el uso y calibración del material volumétrico; d) errores sistemáticos y e) errores aleatorios. La gran mayoría de éstos se eliminan al aplicar correctamente los procedimientos de selección de la reacción química y el método de identificación del punto final y el empleo de estándares primarios para la evaluación de las concentraciones. Quedando por analizar los errores sistemáticos y los aleatorios.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

10.6 Medidas espectrofotométricas directas

Este se refiere a los casos donde a la muestra se le adicionan los reactivos necesarios, se espera que se alcance el equilibrio y se haya desarrollado el color y entonces se lleva la muestra al instrumento de medición y se realiza la lectura. En este caso volvemos a tener varias fuentes de error que necesitan ser evaluadas: a) error químico; b) error en la determinación del punto de equivalencia o punto final, c) error por el uso y calibración del material volumétrico; d) errores sistemáticos; e) errores aleatorios y f) error de calibración del instrumento de medición.

10.7 Medidas espectrofotométricas indirectas

Este se refiere a los casos donde la muestra se extrae o el analito se separa y concentra en forma previa a la adición de los reactivos necesarios para el desarrollo del color. Una vez que se ha separado el analito y adicionado los reactivos se espera que se alcance el equilibrio y se haya desarrollado el color y entonces se lleva la muestra al instrumento de medición y se realiza la lectura. En este caso volvemos a tener varias fuentes de error que necesitan ser evaluadas: a) eficiencia de extracción y/o concentración del analito; b) error químico; c) error en la determinación del punto de equivalencia o punto final, d) error por el uso y calibración del material volumétrico; e) errores sistemáticos; f) errores aleatorios y g) error de calibración del instrumento de medición.

11 REPORTE Y REGISTRO DE DATOS

11.1 Aspectos legales

Con fines legales es necesario mantener un registro preciso y exacto de todos los hechos que ocurren en el laboratorio. El registro de datos y las formas de reportarlos deben estar descritos en los procedimientos analíticos y de aseguramiento de la calidad del laboratorio, así como de los criterios de conservación de la información. Los procedimientos deben ser comprobables y debe ser posible para un inspector el poder reconstruir el procedimiento seguido para el análisis de una muestra tiempo después de que éste se lleva a cabo. Esto involucra para el laboratorio el llevar cadenas de custodia interna de la muestra, bitácoras, y registros completos de compras (equipo, reactivos, materiales), personal y mantenimiento.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

11.2 Conservación de datos

Todos los laboratorios que generen datos de uso público deben de conservar sus registros de datos por un período de 10 años. Los registros de datos diferentes deben ser de fácil acceso por los primeros 5 años y el(los) cliente(s) debe(n) ser notificado(s) en el momento en que el laboratorio vaya a deshacerse de los archivos, en caso de que requiera(n) de copias. Esto incluye toda la información necesaria para poder reconstruir un análisis después de que éste ha sido realizado; datos crudos (cromatogramas, espectros, bitácoras, etc.), cálculos y todos los datos de control de calidad. Esta información puede estar contenida en bitácoras, material impreso y sistemas electrónicos de manejo de información. En el caso de que un laboratorio cambie sus sistemas de cómputo debe tener cuidado de transferir toda su información al nuevo sistema o conservar operativo el viejo sistema

11.3 Registros del muestreo

Todos los datos deben de registrarse con tinta y los cambios o correcciones se deben hacer colocando una raya sobre el valor equivocado, pero dejándolo aún visible y anotando a un lado el número correcto. Todos los cambios o correcciones se deben firmar y fechar. La siguiente información debe de estar consignada en los registros:

- Nombre y firma del muestreador;
- Fecha y hora del muestreo;
- Localización del punto de muestreo;
- Identificación de la muestra;
- Hora de muestreo;
- Condiciones metereológicas;
- Características organolépticas de la muestra;
- Número y tipo de recipientes;
- Volumen de muestra;
- Preservadores;
- Analitos a determinar;
- Análisis de campo (pH, conductividad y temperatura);
- Condiciones de transporte;
- Fecha y hora de recepción;
- Condiciones de recepción;
- Nombre y firma de quien recibe, y
- Observaciones.

11.4 Registros analíticos (bitácora)

Todos los datos deben de registrarse con tinta y los cambios o correcciones se deben hacer rayando sobre el valor equivocado, pero dejándolo aún visible y anotando a un lado el número correcto. Todos los cambios o correcciones se deben firmar y fechar. Se deben registrar todas aquellas observaciones que permitan autenticar el análisis así como permitir la explicación de los resultados obtenidos. Debe estar escrito en un lenguaje químico que sea entendible para otro químico. Para ello la siguiente información debe de estar consignada en los registros:

- Nombre del laboratorio y responsable de los análisis;
- Identificación de los procedimientos y técnicas analíticas empleadas (absorción atómica, cromatografía, vía húmeda, etc.);
- Fecha y hora del análisis;
- Identificación de las muestras a analizar;
- Actividades realizadas durante el desarrollo del análisis;
- Resultados de las muestras y los controles de calidad. Ejemplos de cálculo, y todas las observaciones y comentarios que permitan a un inspector reconstruir el análisis tiempo después de que éste haya sido realizado, y
- Resultados y conclusiones de las calibraciones (curvas, verificación de equipo, etc.), valoraciones, análisis de estándares y blancos, etc.).

11.5 Registros de personal

Se debe llevar un registro de la currícula de todo el personal, analistas y técnicos, que laboran en el laboratorio. En el se deben consignar los resultados de las pruebas iniciales de desempeño así como de cualquier otra prueba de aptitud que hayan realizado. Esos registros contendrán la documentación comprobatoria de su capacitación inicial (al momento de ingreso) y continua (programas de capacitación a los que asista por parte del laboratorio).

11.6 Reconstrucción de la información

Toda la información que un auditor externo requiera para reconstruir los resultados obtenidos para un análisis debe estar disponible.

11.7 Programas de cómputo

Todos los programas de cómputo que realicen cálculos sobre datos, deben de ser verificados realizando los cálculos a mano y esto debe de estar debidamente registrado y documentado además debe estar disponible. El acceso a los archivos electrónicos de cualquier índole deben tener acceso restringido y esto debe ser demostrable. El personal técnico no debe tener acceso a cambiar el nombre de archivos o a eliminarlos de los sistemas electrónicos de manejo de datos.

12 CÓDIGO DE ÉTICA DEL LABORATORIO

Todos los laboratorios deben contar con un código de ética documentado, que impida que el laboratorio se involucre en cualquier actividad que disminuya la confianza en su aptitud, imparcialidad, juicio o integridad operacional.

13 BIBLIOGRAFÍA

NOM-001-ECOL-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.

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-AA-003-1980 Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.

NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.

PROY-NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Aviso de consulta pública publicado en el Diario Oficial de la Federación el 2 de noviembre de 1999.

Criterios Ecológicos de Calidad del Agua, publicados en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 1989.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

14 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

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

MÉXICO D.F., A

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

MIGUEL AGUILAR ROMO

NMX-AA-115-SCFI-2001

**ANÁLISIS DE AGUA - CRITERIOS GENERALES PARA EL
CONTROL DE LA CALIDAD DE RESULTADOS ANALÍTICOS**

**WATER ANALYSIS - GENERAL CRITERIA FOR THE QUALITY
CONTROL OF ANALITICAL RESULTS**



P R E F A C I O

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

- CASA ROCAS, S.A. DE C.V.
- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS DE AGUASCALIENTES
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- COMISIÓN ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO
- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES
- FISHER SCIENTIFIC MEXICANA, S.A. DE C.V.
- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica;
Dirección General de Normatividad y Apoyo Técnico.
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.
- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
Campus Monterrey.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACIÓN Y MANTENIMIENTO DE
POZOS
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE
C.V.
- MERCK- MÉXICO, S.A. DE C.V.
- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
Laboratorio Control Químico.
- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
- SECRETARÍA DE SALUD
- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERÍA, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.
- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Unidad Azcapotzalco.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química;
Instituto de Geofísica;
Instituto de Ingeniería.
- VARIAN, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Principio del método	1
3	Definiciones	2
4	Personal	8
5	Instalaciones del laboratorio	9
6	Equipo de laboratorio e instrumentación	10
7	Prácticas generales de laboratorio	14
8	Procedimientos analíticos	16
9	Recolección, manejo y preservación de la muestra	16
10	Control de calidad	20
11	Reporte y registro de datos	27
12	Código de ética del laboratorio	30
13	Bibliografía	30



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA
DGN

14 Concordancia con normas internacionales

31