



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051 / 1-SCFI-2008

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE METALES
POR ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES,
POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.-
MÉTODO DE PRUEBA- (ESTA PARTE CANCELA LO
CORRESPONDIENTE AL Cd DE LA NMX-AA-051-SCFI-
2001)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF METALS BY ATOMIC
ABSORPTION IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**

PARTE 1

**DETERMINACIÓN DEL CADMIO POR
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.**

**DETERMINATION OF CADMIUM BY ATOMIC ABSORPTION
SPECTROMETRY**



PREFACIO

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

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB, Q.F.B. MARTHA ELENA IZAGUIRRE VILLANUEVA
- INTEMA, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.
Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental (CITSA)
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA



CENICA

- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA / SERVICIOS AMBIENTALES
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL



- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Biología
Instituto de Ingeniería

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2	REFERENCIAS	2
3	DETERMINACIÓN DEL CADMIO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN FLAMA AIRE-ACETILENO	10
4	DETERMINACION DEL CADMIO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON ATOMIZACIÓN HORNO DE GRAFITO	2
5	VIGENCIA	17
6	BIBLIOGRAFÍA	18
7	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	18



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051 / 1-SCFI-2008

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE METALES
POR ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES,
POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.-
MÉTODO DE PRUEBA- (ESTA PARTE CANCELA LO
CORRESPONDIENTE AL Cd DE LA NMX-AA-051-SCFI-
2001)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF METALS BY ATOMIC
ABSORPTION IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**

PARTE 1.

**DETERMINACIÓN DEL CADMIO POR
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.**

**DETERMINATION OF CADMIUM BY ATOMIC ABSORPTION
SPECTROMETRY**

0 INTRODUCCIÓN

La norma mexicana NMX-AA-051-SCFI-2008 está formada por varias partes.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana especifica dos métodos para la determinación del cadmio: la espectrofotometría de absorción atómica de flama (EEA) (véase sección 3) y la espectrofotometría de absorción atómica con atomización horno de grafito (AAHG) (véase sección 4).

1.1 Determinación del cadmio en flama de aire / acetileno.

El método se aplica al análisis de las aguas y de las aguas residuales cuya concentración de cadmio se encuentre comprendida entre 0,05 mg/L y 1 mg/L. Se pueden determinar concentraciones mayores previa dilución de la muestra. El rango de aplicación del método se puede ampliar para determinar concentraciones inferiores por evaporación cuidadosa de la muestra acuosa, habiéndola acidificado previamente con ácido nítrico. El cadmio se puede determinar en lodos y sedimentos utilizando previamente un procedimiento de digestión adecuado que evite la formación de un precipitado.

1.2 Determinación del cadmio por atomización por horno de grafito.

El método es adecuado para la determinación del cadmio en agua. Si se utiliza un volumen de 10 μ L, el rango de concentraciones está comprendido entre 0,3 μ g/L y 3 μ g/L. El rango de aplicación del método se puede ampliar a concentraciones superiores por dilución de la muestra de agua o bien utilizando un volumen de muestra menor. Se puede determinar cadmio en lodos y sedimentos tras aplicar un procedimiento de digestión adecuado.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de la presente norma mexicana, se deben consultar las siguientes normas vigentes

ISO 5667-3, Water quality, –Sampling- Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples, o la NMX que la adopte.

3 DETERMINACIÓN DEL CADMIO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN FLAMA AIRE-ACETILENO

3.1 Interferencias

Los siguientes iones no presentan interferencias en el método mientras su concentración no exceda los valores abajo especificados

Sulfato	10 000 mg/L
Cloruro	10 000 mg/L
Fosfato	10 000 mg/L
Sodio	10 000 mg/L
Potasio	10 000 mg/L
Magnesio	10 000 mg/L
Calcio	3 000 mg/L
Hierro	3 000 mg/L
Cobre	10 000 mg/L
Níquel	3 000 mg/L
Cobalto	10 000 mg/L
Plomo	10 000 mg/L
Sílice	1 000 mg/L
Titanio	3 000 mg/L

El contenido salino total de la muestra debe ser inferior a 15 g/L y la conductividad eléctrica ha de ser inferior a 20 000 mS/m. Las muestras que presenten efectos de matriz no predecibles deben ser examinadas adecuadamente. Su influencia ha de ser compensada por dilución de la muestra o por aplicación del método de adición normalizada (véase apartado 4.6.2.2).

3.2 Principio del método

Aspiración de la muestra acidificada en la flama aire-acetileno de un espectrómetro de absorción atómica. Medida de la concentración de cadmio a una longitud de onda de 228,8 nm

3.3 Reactivos

Se emplean únicamente reactivos de calidad analítica reconocida y agua

destilada o agua de pureza equivalente. El contenido en cadmio del agua que se emplee para los ensayos en blanco y para la preparación de las disoluciones patrón ha de ser despreciable comparado con la concentración mínima de cadmio a determinar en la muestra.

3.3.1 Ácido nítrico, $\rho = 1,40$ g/mL (concentrado)

3.3.2 Peróxido de hidrógeno, ω (H_2O_2) = 30% (m/m)

3.3.3 Solución madre de cadmio I, $(\text{Cd}) = 1\,000$ mg/L.

Se disuelve $1,000\text{ g} \pm 0,002\text{ g}$ de cadmio en 10 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) y 10 mL de agua (véase 3.3) en un matraz volumétrico de 1 000 mL. Se afora con agua.

Se almacena la solución en recipientes de polietileno o de vidrio borosilicato. La solución es estable durante 1 año.

Alternativamente se puede utilizar una solución patrón de cadmio comercial cuya concentración sea de $1,000\text{ g/L} \pm 0,002\text{ g/L}$ de cadmio.

3.3.4 Solución patrón de cadmio I, ρ (Cd) = 10 mg/L

Se transfieren con una pipeta 10 mL de la solución madre de cadmio (véase apartado 3.3.3) a un matraz volumétrico de 1 000 mL, se añaden 10 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) y se afora con agua.

Se almacena esta solución en recipientes de polietileno o de vidrio borosilicato. La solución es estable al menos durante un mes a temperatura ambiente.

NOTA 1 – La utilización de una micropipeta permite preparar una solución patrón de 100 mL

3.3.5 Preparación de disoluciones para curva de calibración de cadmio.
Se prepara un mínimo de cinco disoluciones de calibración para curva según las concentraciones esperadas de cadmio.

A modo de ejemplo, proceda de la manera siguiente para un rango de trabajo comprendido entre 0,05 mg/L y 1,0 g/L:

Se pipetea 0,5 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; 6,0 mL; 8,0 mL y 10,0 mL de la solución patrón de cadmio (véase 3.3.4) en distintos matraces volumétricos de 100 mL.

Se añade 1 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) a cada una de dichas disoluciones. Se aforo con agua y se homogeniza.

Las disoluciones preparadas contienen 0,05 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L y 1,0 mg/L de cadmio, respectivamente.

3.3.6 Solución blanco. Se pipetea 1 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) en un matraz volumétrico de 100 mL y se aforo con agua (véase 3.3.4).

Si la muestra requiere pretratamiento de digestión, el blanco ha de recibir el mismo pretratamiento (véase 3.5.2).

3.3.7 Disolución para el ajuste de cero instrumental. Se utiliza agua (véase 3.3.4) como solución de ajuste de cero. También se puede utilizar para el ajuste de cero la solución blanco (véase 3.3.6) siempre que su concentración de cadmio sea despreciable.

3.4 Limpieza de material

Se lava todo el material de vidrio, inmediatamente antes de su utilización, con ácido nítrico diluido de concentración aproximada 2 moles/L (por ejemplo, dejándolo sumergido 24 h) seguido de un cuidadoso enjuague con agua (véase 3.3). Se verifica que cada lote de puntas de pipeta y de recipientes de plástico desechables está exento de contaminación potencial de cadmio realizando los correspondientes ensayos en blanco (véase 3.6.1).

Equipo y material

3.4.1 Espectrófotometro de absorción atómica, equipado con corrector de fondo y una fuente luminosa para la determinación de cadmio, que ha de utilizarse siguiendo las instrucciones del fabricante.

3.4.2 Suministro de gases aire y acetileno, es esencial que se tengan en cuenta las instrucciones de seguridad del fabricante. La presión residual para el cilindro de acetileno ha de ser como mínima 5×10^5 Pa.

3.4.3 Quemador de aire-acetileno.

3.4.4 Matraces volumétricos de 10 mL, 100 mL y 1 000 mL de capacidad

3.4.5 Pipetas volumétricas de capacidad nominal 1 mL, 2 mL, 3 mL, 5 mL, 6

mL, 8 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL y 40 mL.

3.4.6 Micropipetas o limpieza de material para diluir

3.4.7 Vasos de precipitados, de 250 mL de capacidad.

3.4.8 Dispositivo de calentamiento, como por ejemplo, una placa de calentamiento.

3.4.9 Equipo de filtración por membrana con filtros de tamaño de poro 0,45 μm , lavado cuidadosamente con ácido nítrico diluido y enjuagado con agua.

3.5 Toma de muestras y pretratamiento

Véase Norma ISO 5667-3.

3.5.1 Toma de muestras. Se toman las muestras en recipientes de polietileno o de vidrio borosilicato que hayan sido lavados previamente con ácido nítrico y agua.

3.5.2 Pretratamiento y preparación de las soluciones de muestra

3.5.2.1 Pretratamiento para la determinación del contenido en cadmio disuelto. Se filtra la muestra de agua lo antes posible (véase apartado 3.5.1) a través de un filtro de membrana de tamaño de poro 0,45 μm .

Para estabilizar el filtrado, se añaden, por ejemplo, 10 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) por litro de muestra de agua de modo que el pH sea inferior a 2; añadir más ácido cuando sea necesario para asegurarse de que el pH es inferior a 2.

3.5.2.2 Pretratamiento para la determinación del cadmio tras la mineralización. Se acidifica la muestra de agua lo antes posible añadiendo 1 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) por litro de muestra; se añade más ácido, si fuera necesario, para asegurarse de que el pH obtenido es inferior a 2.

Se homogeniza la muestra, agitándola vigorosamente.

Se colocan 100 mL de la muestra homogeneizada en un vaso de precipitados de 250 mL. Se añade 1 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) y 1 mL de peróxido

de hidrógeno (véase 3.3.2).

Se sitúa el vaso de precipitados en una placa calentamiento con el fin de que se reduzca el volumen hasta aproximadamente 0,5 mL.

Es esencial no dejar que la muestra llegue a sequedad.

Si las muestras tienen un fuerte contenido en materia orgánica, **se vuelve a añadir peróxido de hidrógeno (Precaución)**.

Se disuelve el residuo en 1 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) y algo de agua, se transfiere cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 mL y se aforo con agua.

Si se utilizan volúmenes de agua distintos a los especificados, hay que variar y ajustar en consecuencia los volúmenes de reactivos utilizados.

No es necesario llevar a cabo el procedimiento de digestión en los casos en los que el cadmio pueda ser determinado cuantitativamente sin dicho tratamiento. En tales circunstancias simplemente acidificar la muestra de agua.

3.6 Procedimiento operatorio

Antes de realizar las medidas, se ajustan los parámetros instrumentales del espectrómetro (véase apartado 3.4.1) siguiendo las instrucciones del fabricante.

Se optimizan las condiciones de la flama.

Se ajusta el cero en el espectrómetro aspirando en la flama la solución de ajuste de cero (véase 3.3.7)

3.6.1 Ensayo en blanco. Se realiza un ensayo en blanco con la solución blanco (véase 3.3.6) al mismo tiempo que se realiza la determinación, utilizando el mismo procedimiento e idénticas cantidades de todos los reactivos que para la toma de muestras y la determinación, pero sustituyendo el volumen de muestra utilizado en el ensayo por igual volumen de agua (véase 3.3).

3.6.2 Curva de calibración. Para construir la curva preparadas, se aspiran las disoluciones de la curva de calibración (véase 3.3.5) sucesivamente, en orden creciente de concentración, y se anotan los valores de absorbancia

obtenidos.

Se verifica el ajuste del cero instrumental con la solución de ajuste de cero (véase 3.3.7) tras la medida de cada una de las disoluciones de curva de calibración.

3.6.3 Medida de las muestras. Se continúa midiendo la solución de blanco (véase 3.6.1) y las disoluciones de las muestras (véase 3.5.2). Se anotan las absorbancias obtenidas.

Después de cada serie de medidas, o al menos una vez realizadas de 10 a 20 medidas, se vuelve a medir la disolución de blanco y una disolución de la curva de concentración intermedia para comprobar si la curva preparada continúa siendo válida (verificación de calibración intermedia).

Si el contenido en cadmio de la solución a medir excede el rango de validez de la curva preparada, se diluye dicha solución adecuadamente con la solución de blanco.

3.7 Evaluación

3.7.1 Cálculo. Se establece la función de calibración por regresión lineal, utilizando los datos obtenidos en la medida de las disoluciones de la curva de calibración.

Se calcula la concentración $\rho(\text{Cd})$ de cadmio en las muestras, expresada en miligramos por litro, según la ecuación:

$$\rho(\text{Cd}) = \frac{(A_1 - A_0) \times V_1}{b \times V_2}$$

donde:

A_0 es la ordenada al origen;

A_1 es la absorbancia de la solución a medir;

b es la pendiente de la curva preparadas, en litros por miligramo, conforme al apartado 3.6.2;

V_1 es el volumen, en mililitros, de la solución a medir;

V_2 es el volumen, en mililitros, de la muestra de agua utilizada para la preparación de la solución a medir.

Considerar en el cálculo los pasos de dilución que se hayan realizado y que difieran del especificados.

3.7.2 Expresión de resultados. Deben redondearse los valores obtenidos al valor de 0.01 mg/L más próximo.

EJEMPLOS

Cadmio (CD): 0.07 mg/L

Cadmio (CD): 0.41 mg/L

3.8 Informe de ensayo

El informe de ensayo debe contener la información siguiente;

- referencia a esta norma mexicana;
- identificación completa de la muestra de agua;
- expresión de resultados conforme al apartado 3.7.2;
- detalles sobre el pretratamiento de la muestra, si lo ha habido;
- cualquier desviación que se haya producido con respecto a este procedimiento y cualquier circunstancia que haya podido afectar a los resultados obtenidos.

3.9 Precisión

Véase tabla 1.

Tabla 1 Datos de precisión

Nº Muestra	I	n	$n_{a.}$ %	$\bar{x}$ mg/L	$\bar{X}$ mg/L	σ_r mg/L	VC_r %	σ_R mg/L	VCR %	WFR %	Conveniente para
A ^{1) 2)}	23	63	0	0,113	0,118	0,0097	8,2	0,0058	5,0	104,1	
B ^{1) 2)}	23	60	5	0,563	0,587	0,0309	5,3	0,0092	1,6	104,3	

C ^{1) 3)}	23	63	0	0,968	1,008	0,0733	7,3	0,012 1	1,2	104,1	
			%	µg/L	µg/L	µg/L	%	µg/L	%	%	
D ^{4) 2)}	52	133	2	0,91	1,292	0,3196	24,7	0,0830	6,4	141,9	todos los métodos ⁵⁾
	22	55	2	0,91	1,148	0,2704	23,5	0,0483	4,2	126,2	método del apartado 3.6.2.1
	17	45	0	0,91	1,363	0,3568	26,2	0,1159	8,5	149,8	adición: manual
	13	31	11	0,91	1,39	0,171 8	12,4	0,064 3	4,6	152,7	adición: automática
E ^{4) 2)}	52	136	0	2,70	2,96	0,6399	21,6	0,2663	9,0	109,6	todos los métodos ⁵⁾
	22	56	0	2,70	2,78	0,631 8	22,8	0,199 4	7,2	102,9	método del apartado 3.6.2.1
	17	40	11	2,70	2,99	0,344 5	11,5	0,195 1	6,5	110,7	adición: manual
	13	35	0	2,70	3,22	0,5592	17,4	0,1583	4,9	119,2	adición: automática
F ^{4) 6)}	53	135	7	16,2	18,34	3,3487	18,3	1,4208	7,7	113,2	todos los métodos ⁵⁾
	23	56	11	16,2	17,14	2,2328	13,0	0,7567	4,4	105,8	método del apartado 3.6.2.1
	17	43	7	16,2	18,33	3,9697	21,7	1,4976	8,2	113,1	adición: manual
	13	33	8	16,2	20,17	3,1077	15,4	1,3096	6,5	124,5	adición: automática
L	es el numero de laboratorios participantes;						σ_r	es la desviación típica de repetitividad;			
n	es el numero de valores;						VC _r	es el coeficiente de variación de repetitividad;			
n _a	es el porcentaje de						σ_R	es la desviación típica de reproducibilidad;			
x	es el valor						VCR	es el coeficiente de variación de reproducibilidad;			
$\bar{X}$	es la media global;						WFR	es la tasa de recuperación.			

1) Método EAA con flama aire-acetileno.

2) Agua residual industrial con bajo grado de contaminación.

3) C: agua potable con adición.

4) Método AAHG con atomización horno de grafito.

5) "Todos los métodos" significa que han sido incluidas en el cálculo tanto la adición manual como la automática.

6) F: agua destilada con adición.

4 DETERMINACION DEL CADMIO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON ATOMIZACIÓN HORNO DE GRAFITO

4.1 Interferencias

Los siguientes iones, si se presentan individualmente, no interfieren en el método cuando su concentración es inferior a 100 mg/L: hierro, cobre, níquel, cobalto y plomo.

No se han observado interferencias para concentraciones de hasta 1 000 mg/L de sodio, potasio, calcio, magnesio, sulfato y cloruro.

La combinación de los iones anteriormente mencionados, incluso en concentraciones inferiores, puede provocar un aumento o una disminución de los valores medidos. Algunos otros iones, en baja concentración, pueden provocar interferencias. En estos casos, es preferible utilizar el método de

adición de estándar en lugar de una calibración normal. Las muestras que presenten efectos de matriz no predecibles han de analizarse siguiendo el procedimiento de adición estándar. Las interferencias originadas por absorción de fondo se pueden eliminar en gran parte utilizando un sistema de corrección de fondo.

4.2 Principio del método

Inyección de una muestra acidificada en un tubo de grafito, calentado eléctricamente, de un espectrómetro de absorción atómica con atomización horno de grafito. Medida de la absorbancia a una longitud de onda de 228,8 nm. Utilización de la técnica de adición normalizada en caso necesario.

4.3 Reactivos

Las exigencias relativas a la pureza de los reactivos son las indicadas en el apartado 3.3.

4.3.1 Ácido nítrico, $\rho = 1,40 \text{ g/mL}$ (concentrado)

4.3.2 Peróxido de hidrógeno, $\omega(\text{H}_2 \text{O}_2) = 30\%$ (m/m).

4.3.3 Solución madre de cadmio I, $\rho(\text{Cd}) = 1\,000 \text{ mg/L}$

Véase apartado 3.3.3

4.3.4 Solución madre de cadmio II, $\rho(\text{Cd}) = 10 \text{ mg/L}$ (intermedia)

Véase apartado 3.3.4.

4.3.5 Solución patrón de cadmio II, $\rho(\text{Cd}) = 100 \text{ }\mu\text{g/L}$ (trabajo I)

Se toman con una pipeta 10,0 mL de la solución madre de cadmio II (véase apartado 4.3.4) en un matraz volumétrico de 1 000 mL, se añaden 10 mL de ácido nítrico (véase 4.3.1) y se aforo con agua.

Se conserva la solución en un recipiente de polietileno o de vidrio borosilicato.

Se prepara la solución inmediatamente antes de su empleo.

4.3.6 Solución patrón de cadmio III, $\rho(\text{Cd}) = 5 \text{ }\mu\text{g/L}$ (trabajo II)

Se toman con una pipeta 50 mL de la solución patrón de cadmio II (véase apartado 4.3.5) en un matraz volumétrico de 1 000 mL, se añaden 10 mL de ácido nítrico (véase 4.3.1) y se afora con agua (véase 3.3). (O volumen equivalente a la concentración indicada.)

Se conserva la solución en un recipiente de polietileno o de vidrio borosilicato.

Se prepara la solución inmediatamente antes de su empleo.

4.3.7 Preparación de disoluciones para curva de calibración de cadmio.

Se preparan al menos cinco disoluciones de calibración a partir de la disolución patrón de Cadmio II (véase 4.3.5) (trabajo I), en función de las concentraciones de cadmio esperadas.

A modo de ejemplo, se procede de la manera siguiente en el rango de trabajo comprendido entre 0,3 $\mu\text{g/L}$ a 3 $\mu\text{g/L}$.

Se toman volúmenes de 0,3 mL; 1,0 mL; 1,7 mL; 2,4 mL y 3,0 mL de la solución patrón de cadmio II (véase 4.3.5) (trabajo I) en distintos matraces volumétricos de 100 mL.

Se añade 1 mL de ácido nítrico (véase 4.3.1) a cada una de dichas disoluciones. Se diluye con agua, se afora y se homogeniza.

Las disoluciones para curva de calibración contienen 0,3 $\mu\text{g/L}$; 1,0 $\mu\text{g/L}$; 1,7 $\mu\text{g/L}$; 2,4 $\mu\text{g/L}$ y 3,0 $\mu\text{g/L}$ de cadmio, respectivamente.

Se preparan las disoluciones de la curva de calibración de cadmio inmediatamente antes de su empleo.

4.3.8 Solución de ensayo en blanco. Se toma con una pipeta 1 mL de ácido nítrico (véase 4.3.1) en un matraz volumétrico de 100 mL y se afora con agua.

Si la muestra requiere pretratamiento de digestión, el blanco ha de recibir el mismo pretratamiento (véase 3.5.2)

4.3.9 Solución de ajuste de cero. Se utiliza agua (véase 3.3) como solución para el ajuste de cero instrumental. La solución de blanco (véase 4.3.8) también puede servir para el ajuste de cero, siempre que su concentración de

cadmio sea despreciable.

4.3.10 Disoluciones modificadoras de matriz (véase 6.2). Se disuelve 1,0 g de paladio en polvo en 3 mL de ácido nítrico (véase 3.3.1) y 20 mL de ácido clorhídrico ($\rho = 1,19 \text{ g/mL}$), mientras se calienta ligeramente, y se afora con agua a 100 mL.

Se disuelven 10 g de nitrato de amonio ($\text{NH}_4 \text{NO}_3$) en agua y se afora con agua a 100 mL.

4.3.10.1 Solución para aguas de elevada salinidad. Se mezclan volúmenes iguales de la solución de paladio y de la de nitrato amónico (véase 4.3.10).

10 μL de esta solución contienen 50 μg de Pd y 150 μg de $\text{NH}_4 \text{NO}_3$.

4.3.10.2 Solución para aguas con bajo nivel de contaminación. Se mezclan 15 mL de la solución de paladio con 15 mL de la solución de nitrato de amonio en un matraz de 100 mL y se afora con agua.

10 μL de esta solución contienen 15 μg de Pd y 150 μg de $\text{NH}_4 \text{NO}_3$.

4.4 Limpieza de material

Véase apartado 3.4

Equipo y materiales

4.4.1 Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con corrector de fondo y fuente luminosa para la determinación de cadmio.

4.4.2 Horno de grafito, equipado con unidad de control.

4.4.3 Tubo de grafito con revestimiento pirolítico y plataforma

NOTA 2 – Si no se prevé ninguna interferencia, pueden usarse tubos normales

4.4.4 Suministro de gas argón

4.4.5 Otros materiales (véase apartado 3.4).

NOTA 3 – Para obtener una precisión óptima se recomienda utilizar un inyector automático.

4.5 Toma de muestras y pretratamiento

Se procede de manera análoga a lo especificado en el apartado 3.5.

4.6 Procedimiento de operación

Antes de llevar a cabo las medidas, se ajustan los parámetros instrumentales del espectrofotómetro (véase 4.4.1) de acuerdo con las instrucciones dadas por el fabricante.

Se ajusta el cero del espectrómetro con la solución para el ajuste de cero (véase 4.3.9).

4.6.1 Ensayo en blanco. Al mismo tiempo que se realizan las determinaciones, se lleva a cabo un ensayo en blanco, con el mismo procedimiento y las mismas cantidades de todos los reactivos utilizados durante la toma de muestra y la determinación, pero sustituyendo el volumen de muestra utilizado en el ensayo por agua.

4.6.2 Calibración y determinación. Antes de cada serie de medidas, se preparan al menos cinco disoluciones para curva de calibración a partir de la solución patrón de cadmio II (véase 4.3.5) (trabajo I), que cubran el rango de concentraciones a determinar.

4.6.2.1 Medidas directas. Sólo se pueden realizar medidas directas cuando los efectos de matriz discutidos en el apartado 4.1 sean despreciables. Si no es así, se utiliza el procedimiento de adición de estándar descrito en el apartado 4.6.2.2.

Se miden las absorbancias o las absorbancias integradas (área de los picos) de las disoluciones para curva de calibración (véase 4.3.7), las disoluciones de blanco (véase 4.3.8) y de las muestras (véase 3.5.2) siguiendo las instrucciones dadas por el fabricante del equipo.

Antes de realizar las medidas, se inyectan, además del volumen de muestra seleccionado, 10 µl de la solución modificadora de matriz (véanse 4.3.10.1 ó 4.3.10.2, dependiendo del tipo de agua) en el homo de grafito (véase 4.4.2).

Se mide cada solución al menos dos veces para detectar eventuales resultados no concordantes.

4.6.2.2 Procedimiento a utilizar para el método de adición estándar. Se procede tal y como se describe en los apartados 4.6.2.2.1 ó 4.6.2.2.2.

NOTA 4 - Este procedimiento minimiza las interferencias de matriz en numerosos casos, siempre que se eliminen los errores de adición y que el contenido en cadmio, incluso en las muestras con adición, se encuentre dentro del rango lineal de trabajo.

4.6.2.2.1 Adición manual. Se colocan 0,10 mL de ácido nítrico (véase apartado 4.3.1) y 5,0 mL de la solución de la muestra (véase 3.5.2) en cuatro matraces volumétricos de 10 mL.

Se llena el primero de los matraces con agua hasta el aforo; se transfieren, con una pipeta, 0,05 mL de la solución patrón de cadmio (véase 4.3.5) en el segundo de los matraces, 0,1 mL en el tercero y 0,15 mL en el cuarto y se aforan todos ellos con agua de la muestra.

De esta forma se obtienen tres disoluciones de la muestra con distinta adición.

Si el contenido en cadmio es superior a $3 \mu\text{g/L}$ en las muestras con adición, se usa un volumen inferior de muestra adecuado. Esto debe tenerse en cuenta a la hora del cálculo de resultados.

Se tratan alícuotas de la solución de blanco (véase 4.3.8) del mismo modo añadiendo tres volúmenes de las disoluciones patrón de cadmio, como se indicó anteriormente.

Así se obtienen tres disoluciones de blanco con adición.

NOTA 5 - La adición de 0,05 mL corresponde a $1 \mu\text{g/L}$, la de 0,1 mL a $2 \mu\text{g/L}$, y la de 0,15 mL a $3 \mu\text{g/L}$, con respecto a un volumen de 5 mL de muestra y de solución en blanco. La dilución obtenida por aforo de los matraces no es tomada en cuenta en el cálculo.

Se miden las absorbancias de las disoluciones de las muestras con adición y las de las disoluciones de blanco con adición, tal y como se describe en el apartado 4.6.2.1.

Se mide al menos dos veces cada solución.

4.6.2.2.2 Adición automatizada. Se coloca la muestra a medir (muestra pretratada según el apartado 3.5.2), la solución patrón de cadmio III (véase 4.3.6) (trabajo II), la solución de blanco (véase 4.3.8), la solución de ajuste de cero (véase 4.3.9) y la solución modificadora de matriz (véase 4.3.10) en el aparato de toma de muestra automático.

Se configura el programa siguiendo las instrucciones del fabricante, para permitir la inyección en el horno de grafito (véase 4.4.2) de la siguiente secuencia:

- 10 μL de la solución a medir, 10 μL de la solución de ajuste de cero, 10 μL de la solución modificadora de matriz;
- 10 μL de la solución a medir, 2 μL de la solución patrón de cadmio III, 8 μL de la solución de ajuste de cero y 10 μL de la solución modificadora de matriz;
- 10 μL de la solución a medir, 4 μL de la solución patrón de cadmio III, 6 μL de la solución de ajuste de cero, 10 μL de la solución modificadora de matriz;
- 10 μL de la solución a medir, 6 μL de la solución patrón de cadmio III, 4 μL de la solución de ajuste de cero, 10 μL de la solución modificadora de matriz.

Se trata la solución de blanco del mismo modo que la muestra.

Las adiciones corresponden a 1 $\mu\text{g/L}$, 2 $\mu\text{g/L}$ y 3 $\mu\text{g/L}$ de cadmio, con respecto a las disoluciones a medir y a la solución de blanco.

Las concentraciones de las disoluciones medidas y de las disoluciones de blanco pueden leerse directamente en el instrumento en $\mu\text{g/L}$.

4.7 Determinación

4.7.1 Determinación directa. Véase apartado 3.7, excepto que las concentraciones se expresan en microgramos por litro.

4.7.2 Determinación según el método de adición estándar. Se construye una gráfica, representando en ordenadas los valores de absorbancia obtenidos para las disoluciones de las muestras y las disoluciones con adición y en



abscisas las concentraciones másicas de cadmio.

La recta de regresión que pasa por estos puntos corta al eje de abscisas en la parte negativa. El punto de intersección representa la concentración másica de cadmio de la solución de la muestra. Se resta a este valor la concentración de cadmio de la solución de blanco, determinada de la misma manera.

La diferencia corresponde a la concentración másica de cadmio en la muestra de agua.

NOTA 6 – La evaluación se puede obtener igualmente por regresión lineal.

4.8 Expresión de resultados

Deben redondearse los valores obtenidos al valor de 0,1 $\mu\text{g/L}$ más próximo, con una precisión máxima de dos cifras significativas.

EJEMPLOS

Cadmio (Cd): 0,7 $\mu\text{g/L}$

Cadmio (Cd): 1,3 $\mu\text{g/L}$

4.9 Informe de ensayo

Véase apartado 3.8.

4.10 Precisión

Véase tabla 1.

5 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**.

6 BIBLIOGRAFÍA

- 6.1 WELZ, B. Atomic Absorption Spectrometrie, Verlag Chemie, Weinheim (1983).
- 6.2 YIN, X., SCHLEMMER, G. y WELZ, B. Cadmium Determination in Biological Material using Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry with Palladium Nitrate Ammonium Nitrate Modifier, *J. Amer. Chem. Soc.*, **59** (1987), pp. 1462-1466.
- 6.3 ISO 5961: 1994. Water quality. Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry.

7 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma coincide totalmente con la norma internacional ISO 5961: 1994. Water quality. Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry.

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS