



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051/2-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 Ca y Mg 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 2

**DETERMINACIÓN DEL CALCIO Y DEL MAGNESIO -
MÉTODO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN
ATÓMICA**

**DETERMINATION OF CALCIUM AND MAGNESIUM BY ATOMIC
ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD**



PREFACIO

En la elaboración de la presente 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 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



NMX-AA-051/2-SCFI-2008

- 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

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2	FUNDAMENTO	2
3	REACTIVOS Y MATERIALES	2
4	EQUIPO Y MATERIAL	3
5	MUESTREO	4
6	PROCEDIMIENTO 4	
7	EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS	6
8	INFORME DE ENSAYO	8
9	VIGENCIA	8
10	BIBLIOGRAFÍA	8
11	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	8



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051/2-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 Ca y Mg 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 2.

**DETERMINACIÓN DEL CALCIO Y DEL MAGNESIO -
MÉTODO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN
ATÓMICA**

**DETERMINATION OF CALCIUM AND MAGNESIUM BY ATOMIC
ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD**

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 un método para la determinación del calcio y del magnesio disuelto por espectrofotometría de absorción atómica de flama. El método es aplicable al análisis de aguas crudas y de aguas potables y puede utilizarse directamente para aguas con contenidos de calcio de hasta 50 mg/L y contenidos de magnesio de hasta 5 mg/L. Para el análisis de muestras con concentraciones superiores de calcio y de magnesio debe tomarse un volumen menor para el análisis.

Cuando se utilice la flama de aire/acetileno y un factor de dilución de 1 en 10, tal y como se describe en el apartado 6.1, el intervalo de concentraciones óptimo es de 3 a 50 mg/L para el calcio y de 0,9 a 5 mg/L para el magnesio.

2 FUNDAMENTO

Medida por espectrofotometría de absorción atómica de flama tras adición de cloruro de lantano (si se utiliza una flama de aire/acetileno), o de cloruro de cesio (si se utiliza una flama de óxido nítrico/acetileno) para reducir las interferencias. Para el calcio la absorbancia se mide a 422,7 nm y para el magnesio a 258,2 nm.

3 REACTIVOS Y MATERIALES

Durante los análisis, deben utilizarse únicamente reactivos de calidad analítica reconocida y agua destilada O de pureza equivalente (pueden utilizarse soluciones listas para su empleo disponibles comercialmente).

3.1 Ácido clorhídrico, (HCl), $\rho = 1,18$ g/mL (concentrado)

3.2 Ácido clorhídrico, (HCl), 0,1 mol/L

Se diluyen 8 mL de ácido clorhídrico (3.1) a 1 litro.

3.3 Cloruro de lantano, (LaCl_3), solución, con un contenido de 20 g de La por litro.

En un matraz volumétrico de 1 litro se introducen 24 g de óxido de lantano (La_2O_3) (calidad para espectrofotometría de absorción atómica). Se añaden lentamente y con cuidado, 50 mL de ácido clorhídrico (3.1), mientras se agita

para disolver el óxido de lantano. Se afora con agua.

3.4 Cloruro de cesio, (CsCl), solución con un contenido de 20 g de Cs por litro

Se disuelven 25 g de cloruro de cesio en 1 litro de ácido clorhídrico (3.2)

3.5 Calcio, solución madre de 1 000 mg/L.

Se seca una porción de carbonato de calcio (CaCO_3) a 180°C , durante 1 h, y se deja enfriar en un desecador. Se pesan $2,50 \pm 0,01$ g del material seco y se prepara una suspensión en 100 mL de agua. Se añade lentamente la mínima cantidad de ácido clorhídrico (3.2) necesaria para disolver el carbonato de calcio (aproximadamente 250 mL). Se lleva a ebullición unos instantes para expulsar el dióxido de carbono disuelto, a continuación se deja enfriar. Se transfiere cuantitativamente la solución a un matraz volumétrico de 1 000 mL y se afora con ácido clorhídrico (3.2).

3.6 Magnesio, solución madre de 1 000 mg/L

Se seca una porción de óxido de magnesio (MgO) a 180°C , durante 1 h. Se pesan $1,66 \pm 0,01$ g y se disuelven en ácido clorhídrico (3.2). Se diluye a 1000 mL con este mismo ácido en un matraz volumétrico.

La solución se conserva en un recipiente de polietileno

3.7 Calcio-magnesio, solución patrón que corresponde a 20 mg de Ca y a 2 mg de Mg por litro.

Se transfieren, con ayuda de una pipeta, 20,0 mL de la solución madre de calcio (3.5) y 2,0 mL de la solución madre de magnesio (3.6) a un matraz volumétrico de 1 000 mL. Se afora con ácido clorhídrico (3.2).

4 EQUIPO Y MATERIAL

Espectrofotómetro de absorción atómica, ajustado y puesto en funcionamiento de acuerdo con las instrucciones del fabricante, equipado con un quemador adecuado para la flama de aire/acetileno o de óxido nitroso/acetileno y de una lámpara de cátodo hueco para la determinación del calcio y del magnesio.

Todo el material de vidrio debe lavarse con una solución de ácido clorhídrico (I + I) y enjuagar con agua.

La elección de la flama a utilizar se deja a criterio del usuario de esta norma mexicana. Se ha señalado que la flama de óxido nítrico/acetileno es preferible para las muestras con un alto contenido de materia disuelta, o que contengan fosfato, sulfato, aluminio o sílice. En general, si la composición de la muestra es compleja o desconocida, es conveniente utilizar la flama de óxido nítrico/acetileno.

5 MUESTREO

Las muestras deben tomarse en recipientes limpios de polietileno o polipropileno. Una vez tomadas, se acidifican tan pronto como sea posible con 8 mL de ácido clorhídrico (3.1) por litro de muestra, con objeto de disminuir su pH y de evitar la precipitación del carbonato de calcio. Las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible después de su toma.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Preparación de las muestras para los ensayos

Las muestras que contengan materia suspendida después de la acidificación deben filtrarse para evitar la obstrucción del sistema de nebulización y del quemador.

Se prepara un número suficiente de matraces volumétricos de 100 mL. Se añaden, a cada uno de ellos, 10 mL de solución de cloruro de lantano (3.3), si va a utilizarse una flama de aire/acetileno, o 10 mL de solución de cloruro de cesio (3.4), si va a utilizarse una flama de óxido nítrico/acetileno.

Si las concentraciones de calcio o de magnesio en la muestra original se encuentran por encima de los intervalos indicados en la tabla 2, se debe utilizar un menor volumen de muestra que resulte apropiado.

6.2 Ensayo en blanco

Se efectúa, paralelamente a la determinación, un ensayo en blanco utilizando los mismos reactivos en idénticas cantidades y siguiendo el mismo procedimiento, pero sustituyendo el volumen de la muestra de ensayo utilizado en el apartado 6.1 por un volumen idéntico de agua.

6.3 Preparación de las disoluciones para la curva de calibración

Se añaden, a cada uno de una serie de siete matraces volumétricos de 100 mL, 10 mL de solución de cloruro de lantana (3.3), si va a utilizarse una flama de aire/acetileno, o 10 mL de solución de cloruro de cesio (3.4), si va a utilizarse una flama de oxido nitroso/acetileno.

Se añade, con ayuda de una pipeta, 0, 2,5, 5, 10, 15, 20 y 25 mL respectivamente de la solución patrón de calcio magnesio (3.7) y se afora con ácido clorhídrico (3.2).

Las soluciones de calibración tendrán las concentraciones indicadas en la tabla 1.

Tabla 1							
Concentración de las soluciones de calibración							
Volumen de la solución patrón de Ca-Mg (mL)	0	2,5	5	10	15	20	25
Concentración de calcio (mg/L)	0	0,5	1	2	3	4	5
Concentración de magnesio (mg/L)	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

NOTA - Estas concentraciones se aplican cuando se utiliza una flama de aire/acetileno. Para una flama de oxido nitroso/acetileno, puede ser necesario utilizar otras concentraciones (ver tabla 2).

Tabla 2
Longitudes de onda e intervalos óptimos de concentración

		Calcio	Magnesio
Longitud de onda (nm)		422,7	285,2
Concentration de analito (mg/L)	Flama de aire/acetileno	de 3 a 50	de 0,9 a 5
	Flama de oxido nitroso/acetileno	de 2 a 20	de 0,2 a 2

6.4 Calibración y determinación

Las medidas se llevan a cabo a las longitudes de onda indicadas en la tabla 2.

Se aspiran las soluciones de calibración y la solución del ensayo en blanco en orden aleatorio y se aspira ácido clorhídrico (3.2) entre cada una de ellas. Se construyen las curvas de calibración para el calcio y para el magnesio representando las lecturas de absorbancia correspondientes frente a las concentraciones de calcio y de magnesio. Es esencial que la curva de calibración sea lineal para los intervalos de concentración indicados anteriormente. Si la curva no es lineal, se investigan y se eliminan las fuentes de error y, a continuación, se repite el calibración.

Se aspiran las soluciones de ensayo, aspirando ácido clorhídrico (3.2) entre cada una de ellas, y se determinan las absorbancias.

NOTAS

1. Una buena práctica consiste en comprobar la pendiente de la curva de calibración a intervalos regulares (por ejemplo cada 10 muestras verificación de calibración intermedia)
2. Cuando se utiliza una flama de aire/acetileno, la interferencia de los compuestos refractarios que contienen fosfato, sulfato, aluminio o sílice se minimiza mediante la adición de cloruro de lantano. Cuando se utiliza una flama de oxido nitroso/acetileno los efectos de ionización se minimizan por adición de cloruro de cesio.

7 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

7.1 Cálculo

Se lee en la curva de calibración la concentración real de calcio y de magnesio en las soluciones de ensayo y del ensayo en blanco. A partir de estos valores, se calculan las concentraciones de calcio y magnesio de la muestra de ensayo, teniendo en cuenta el volumen de ácido clorhídrico utilizado para la acidificación, el volumen de muestra de ensayo empleado (normalmente 10 mL), el volumen total del matraz volumétrico (100 mL) y el valor del ensayo en blanco, de la siguiente manera.

Las concentraciones de calcio, $\rho_{Ca,1}$ y de magnesio, $\rho_{Mg,1}$ expresadas en miligramos por litro, vienen dadas por las siguientes ecuaciones:

$$\rho_{Ca,1} = \rho_{Ca,2} \frac{fV_1}{V_0}$$

$$\rho_{Mg,1} = \rho_{Mg,2} \frac{fV_1}{V_0}$$

$\rho_{Ca,2}$ es la concentración, expresada en miligramos por litro, de calcio calculada a partir de la curva de calibración, teniendo en cuenta el valor del ensayo en blanco;

$\rho_{Mg,2}$ es la concentración, expresada en miligramos por litro, de magnesio calculada a partir de la curva de calibración, teniendo en cuenta el valor del ensayo en blanco;

f es el factor de dilución resultante de la adición de ácido clorhídrico (3.1) a la muestra de ensayo (habitualmente 1,008; véase capítulo 5);

V_0 es el volumen, en mililitros; de la muestra original (normalmente 10 mL) tomado para el análisis

V_1 es el volumen, en mililitros; del matraz volumétrico indicado en el apartado 6.1 (100 mL).

Si fuera necesario, las concentraciones de calcio, c_{Ca} , y de magnesio, c_{Mg} , pueden expresarse en milimoles por litro mediante las siguientes ecuaciones:

$$c_{Ca} = \frac{\rho_{Ca,1}}{40,1}$$

$$c_{Ca} = \frac{\rho_{Mg,1}}{24,3}$$

Los resultados se expresan con una precisión de un miligramo por litro o de 0,02 milimoles por litro.

7.2 Precisión

En un único laboratorio, utilizando agua destilada con adición de concentraciones de calcio de 9,0 y 36 mg/L, la desviación estándar obtenida fueron de 0,3 y 0,6 mg/L, respectivamente. La tasa de recuperación para ambos niveles fue del 99%.

En un ensayo interlaboratorio con más de 30 laboratorios participantes, se analizaron cuatro aguas con contenidos de calcio en el intervalo comprendido entre 100 y 300 mg/L y contenidos de magnesio entre 7 y 85 mg/L. Los coeficientes de variación obtenidos estaban en el intervalo comprendido entre 3,5 y 4,6% para el calcio y de 2,9 a 6,9% para el magnesio.

8 INFORME DE ENSAYO

El informe de ensayo debe incluir la siguiente información:

- a) una referencia a esta norma mexicana;
- b) la fecha y el lugar de realización del ensayo;
- c) la identificación precisa de la muestra;
- d) los resultados y la forma de expresión utilizada;
- e) cualquier desviación del método especificado y toda circunstancia que pudiera haber afectado a los resultados.

9 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**.

10 BIBLIOGRAFÍA

- 10.1 ISO 7980:1986. Water quality. Determination of calcium and magnesium. Atomic absorption spectrometric method.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide totalmente con la norma internacional ISO 7980:1986. Water quality. Determination of calcium and magnesium. Atomic absorption spectrometric method.

México D.F., a



NMX-AA-051/2-SCFI-2008
9/8

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS