

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051 / 4-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 Co, Ni, Cu, Zn, Cd Y Pb POR
EL MÉTODO DE FLAMA 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 4

**DETERMINACIÓN DE COBALTO, NÍQUEL, COBRE, ZINC,
CADMIO Y PLOMO – MÉTODOS DE ESPECTROMETRÍA
DE ABSORCIÓN ATÓMICA – FLAMA**

**DETERMINATION OF COBALT, NICKEL, COPPER, ZINC,
CADMIUM AND LEAD – FLAME ATOMIC ABSORPTION
SPECTROMETRIC METHODS**



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.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 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.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 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



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- 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 PRINCIPIO	3
3 REACTIVOS	3
4 EQUIPO	4
5 MUESTREO Y MUESTRAS	4
6 PROCEDIMIENTO	5
7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS	6
8 REPORTE DE PRUEBA	7
9 APÉNDICE NORMATIVO	7
10 VIGENCIA	8
11 BIBLIOGRAFÍA	8
12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	8

PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051/4-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 Co, Ni, Cu, Zn, Cd Y Pb POR
EL MÉTODO DE FLAMA 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 4

**DETERMINACIÓN DE COBALTO, NÍQUEL, COBRE, ZINC,
CADMIO Y PLOMO – MÉTODOS DE ESPECTROMETRÍA
DE ABSORCIÓN ATÓMICA – FLAMA**

**DETERMINATION OF COBALT, NICKEL, COPPER, ZINC,
CADMIUM AND LEAD – FLAME ATOMIC ABSORPTION
SPECTROMETRIC METHODS**

0 INTRODUCCIÓN

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

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA**1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma mexicana especifica el método para la determinación de cobalto, níquel, cobre, zinc, cadmio y plomo en agua por espectrometría de absorción atómica de flama.

Sección 1: determinación directa de espectrometría de absorción atómica de flama.

El método es particularmente aplicable cuando las concentraciones de los elementos a ser analizados son relativamente altas y cuando no hay interferencias.

Las concentraciones de los elementos que pueden ser determinados por este método pueden variar de acuerdo a las características del espectrofotómetro de absorción atómica a ser utilizado pero son en general en los rangos mostrados en la tabla 1.

Tabla 1

Elemento a ser determinado	Intervalo de cuantificación (mg/L)
Cobalto	0,1 a 10
Níquel	0,1 a 10
Cobre	0,05 a 6
Zinc	0,05 a 2
Cadmio	0,02 a 2
Plomo	0,2 a 10

Si las concentraciones son mayores que los límites superiores indicados en la tabla, la muestra debe ser diluida antes del análisis.

NOTAS

Cuando determine metales totales, es necesario pretratar la muestra antes del análisis (ver ejemplos de procedimientos en el 9 Apéndice Normativo).

SECCIÓN 1: MÉTODO A DETERMINACION DIRECTA POR ESPECTROMETRÍA DE ABSORCION ATÓMICA DE FLAMA



2 PRINCIPIO

La aspiración en la flama del espectrofotómetro de absorción atómica de la muestra o alícuota de la muestra.

3 REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser de un grado analítico reconocido para que su uso no afecte la exactitud de la determinación. El agua utilizada debe ser desionizada o destilada, que no contenga concentraciones detectables de los metales a ser analizados cuando se analice un blanco de prueba.

3.1 Ácido nítrico, $\delta = 1,4$ g/mL.

3.2 Ácido nítrico, $(\text{HNO}_3) = 1,5$ mol/L.

Agregue 100 mL Ácido nítrico (3.1) a 600 mL de agua y diluya a 1000 mL.

3.3 Ácido nítrico, $(\text{HNO}_3) = 0,03$ mol/L.

Agregue 1 mL de Ácido nítrico (3.1) a 400 mL de agua y diluya a 500 mL con agua.

3.4 Metales, disoluciones estándar correspondientes a 1,000 g de metal por litro.

Por cada elemento a ser determinado, pese 1,000 g, de metal puro y disuélvalo en ácido nítrico (3.1), calentando para efectuar la disolución completa. Permita enfriar y transfiera cada disolución cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1,000 mL, diluya con agua y mezcle. (LA CONCENTRACIÓN FINAL DE HNO_3 DEBE SER 2% V/V)

Para preparar disoluciones estándar, es también permitido utilizar sales de metal de composición exactamente conocida, así como disoluciones comerciales.

Almacene cada disolución estándar en contenedores de vidrio borosilicato o polietileno.

1 mL de cada disolución contiene 1,00 mg. de su respectivo metal.



4 EQUIPO

Equipo usual de laboratorio y,

Espectrofotómetro de absorción atómica, ajustado con lámparas de cátodo hueco para los metales apropiados o lámparas de descarga sin electrodo, y con un equipo apropiado para que permita la corrección de la absorbancia no específica y con quemador de flama aire-acetileno.

Siga las instrucciones del fabricante para ajustar todos los parámetros del instrumento.

Nota: para limpieza de la cristalería.

Toda la cristalería debe ser cuidadosamente lavada con ácido nítrico (3.2) y posteriormente enjuagada con agua.

5 MUESTREO Y MUESTRAS

5.1 Deberán ser utilizados para muestreo contenedores de polietileno o vidrio borosilicato que hayan sido previamente lavados con ácido nítrico (3.2) y posteriormente enjuagados con agua.

5.2 Para determinar metales totales, las muestras deberán ser tratadas agregando ácido nítrico (3.1) inmediatamente después de su toma con el fin de obtener un pH de entre 1 a 2 (comúnmente 2 mL de ácido nítrico por litro de muestra es suficiente). Anote la cantidad de ácido agregado y utilice la misma cantidad en la preparación del blanco (6.2).

Para determinar solamente metales disueltos, filtre la muestra tan pronto sea posible después de su toma a través de un filtro de membrana de diámetro nominal de 0,45 micras y acidifique el filtrado inmediatamente con ácido nítrico (3.1) con el fin de obtener un pH de 1 a 2.

Antes de usarse, los filtros de membrana deben haber sido lavados con ácido nítrico (3.2) y enjuagados con agua.

SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Muestra

En un matraz volumétrico de 100 mL., coloque la muestra o una alícuota de la muestra acidificada (5.2) que se encuentre entre 0,2 a 1 mg del metal (ver la tabla 1 para los límites superiores correspondientes a cada elemento). Afore hasta la marca con agua, si es necesario.

6.2 Blanco de prueba

Realice un blanco de prueba en paralelo con la determinación con el mismo procedimiento, utilice las mismas cantidades de todos los reactivos que en el muestreo y determinación, pero remplace la alícuota de la muestra por agua.

6.3 Preparación de las disoluciones de calibración.

Antes de cada lote de determinaciones, prepare de cada disolución estándar (3.4) por lo menos 4 disoluciones dentro del rango de trabajo para cada elemento.

Prepare estas disoluciones de calibración por dilución de las disoluciones estándar (3.4) con ácido nítrico (3.3).

6.4 Calibración y determinación.

Proceda como sigue para cada metal a ser determinado. Antes de realizar las mediciones espectrofotométricas ajuste el espectrofotómetro de acuerdo a las instrucciones del fabricante, por aspiración de una disolución de calibración (6.3) del metal en particular a ser determinado y utilice la información de la tabla 2. Optimice la aspiración y las condiciones de flama (velocidad de aspiración, relación de gases, posición del haz óptico en la flama). Ajuste la respuesta del instrumento a una absorbancia de cero con agua.

Tabla 2

Elemento a ser determinado	Longitud de onda (nm)	Flama
Cobalto	240,7	Aire-Acetileno
Níquel	232,0	Aire- Acetileno
Cobre	324,7	Aire- Acetileno



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Zinc	213,8	Aire-Acetileno
Cadmio	228,8	Aire-Acetileno
Plomo	283,3	Aire-Acetileno
	217,0	

Para cada metal a ser determinado, aspire las disoluciones de calibración (6.3) y como cero, un blanco de disolución (6.2) Trace una grafica con los volúmenes de metales, en miligramos por litro, de las disoluciones de calibración como abscisas y los valores correspondientes de absorbancia como ordenada. Es aconsejable que la grafica sea verificada, por ejemplo midiendo la absorbancia de una disolución de calibración cada 5 muestras.

Aspire la muestra o parte alícuota de la muestra (6.1) dentro de la flama del quemador.

Mida la absorbancia o concentración del metal determinado y después de cada medición aspire el ácido nítrico (3.3) con el fin de enjuagar el sistema nebulizador.

6.5 Prueba de verificación

Realice pruebas de verificación con el fin de detectar cualquier efecto de la matriz. Para hacer esto, utilice el método de adición de estándar.

Si un efecto de la matriz es detectado, el método no es aplicable, comience de nuevo la determinación utilizando cualquier método, B o C, o utilice los resultados obtenidos por el método de adición de estándar.

7 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Por referencia a la curva de calibración, determine para cada metal, las concentraciones correspondientes a las absorbancias de la porción de prueba (6.4) y del blanco (6.2).

Para cada metal determinado, la concentración, expresada en mg/L, de la muestra es dado por la sig formula:



$$(q_t - q_b) \times \frac{100}{V}$$

Donde

- q_t es la concentración del metal, en mg/L, correspondiente a la absorbancia de la muestra,
- q_b es la concentración del metal, en mg/L, correspondiente a la absorbancia del blanco,
- V es el volumen, en mL, de la muestra acidificada tomada para el análisis (ver 7.1).

8 REPORTE DE PRUEBA

El reporte de prueba debe contener la siguiente información:

Una referencia a este estándar internacional

Una referencia al método utilizado

Identificación completa de la muestra

Los resultados de las determinaciones

Cualquier detalle no especificado en este estándar internacional o que sean opcionales, así como cualquier factor que haya podido afectar los resultados.

9 APÉNDICE NORMATIVO

Pre-tratamiento de la muestra cuando se determinan metales totales

A.0 Para la mayoría de las muestras, la mineralización empleando ácido hidrocórico o ácido nítrico será suficiente. Sin embargo, ocasionalmente, por ejemplo con agua residual altamente contaminada, un procedimiento más vigoroso podría ser requerido.

Procedimientos alternativos a la mineralización las cuales son dadas como ejemplos

A.1 Añadir 5 mL de ácido hidrocórico ($\delta = 1,19$ g/mL) por cada 100 mL de porción de muestra

Calentar en un baño de calentamiento hasta que el volumen ha sido reducido a entre 15 y 20 mL, cuidando que la muestra no hierva

Enfriar y filtrar para remover los materiales insolubles que pudieran saturar el nebulizador. Recolectar el filtrado en un matraz volumétrico de 100 mL.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

Lavar el filtrado varias veces con agua.

A.2 Añadir 4 mL de ácido nítrico de 15 mol/L a 100 mL de muestra y calentar hasta reducir el volumen a 50 mL.

Colocar la muestra tratada en un matraz para ebullición. Añadir 12 mL de ácido hidrocórico ($\delta = 1,19$ g/mL). Conectar el matraz de ebullición a un condensador y reflejar la disolución por 2,5 h.

Lavar el condensador y el filtro varias veces con agua, añadir los lavados al contenido del matraz volumétrico y diluir a la marca con agua.

Nota: Se pueden emplear los métodos de pretratamiento de las muestras con los que el laboratorio cuente.

10 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**.

11 BIBLIOGRAFÍA

- 11.1 ISO 8288:1986.- Water quality – determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead – flame - atomic absorption spectrometric methods.

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide básicamente con la norma internacional ISO 8288:1986.- Water quality – determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead – flame - atomic absorption spectrometric methods y se diferencia en los siguientes puntos:

- Se eliminaron las secciones b y c debido a que son procedimientos de concentración de muestra para análisis de elementos en bajos niveles de concentración y no son empleados en forma rutinaria por los laboratorios, ya que en la actualidad existen instrumentos analíticos que nos proporcionan el mismo nivel de sensibilidad.
- Así mismo se eliminó la nota para la corrección de absorción no específica, debido a que en la actualidad todos los equipos



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

pueden incluir el sistema de corrección de fondo por lámpara de deuterio.

Se incluyó una nota sobre la posibilidad de utilizar otros métodos de pretratamiento de muestras.

México D.F., a

**DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**