



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051/6-SCFI-2009

**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 A ELEMENTOS TRAZA CON HORNO
DE GRAFITO 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 6

**DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS TRAZA EMPLEANDO
ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON
HORNO DE GRAFITO.**

**DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS USING ATOMIC
ABSORPTION SPECTROMETRY WITH GRAPHITE
FURNACE**



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 DEL GRUPO MICROANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE SERVICIOS CLÍNICOS Y ANÁLISIS TOXICOLÓGICOS, 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
- UNIVERSIDAD DEL NORESTE, A.C.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2 PRINCIPIO	3
3 REFERENCIAS	3
4 INTERFERENCIAS	4
5 REACTIVOS	4
6 EQUIPOS	8
7 MUESTREO Y PRE-TRATAMIENTO	10
8 MODIFICACIÓN QUÍMICA	13
9 DETERMINACIÓN	15
10 CALIBRACIÓN	15
11 CÁLCULOS	17
12 PRECISIÓN	19
13 REPORTE DE PRUEBA	24
14 APÉNDICE NORMATIVO	24
15 VIGENCIA	27
16 BIBLIOGRAFÍA	27
17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	28
APÉNDICE INFORMATIVO	29



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-051/6-SCFI-2009

**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 A ELEMENTOS TRAZA CON HORNO
DE GRAFITO 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 6

**DETERMINACIÓN DE ELEMENTOS TRAZA EMPLEANDO
ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON
HORNO DE GRAFITO.**

**DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS USING ATOMIC
ABSORPTION SPECTROMETRY WITH GRAPHITE
FURNACE**

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

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana incluye principios y procedimientos para la medición a niveles traza de: Ag, Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V y Zn en agua superficial, agua de pozo, agua para beber, agua residual y sedimentos, empleando Espectrometría de Absorción Atómica con atomización electrotérmica (horno de grafito). El método es aplicable para la medición de bajas concentraciones de elementos.

El límite de detección del método para cada elemento depende de la matriz de la muestra así como del equipo, el tipo de atomizador y el uso de químicos modificadores. Para muestras de agua de matriz simple (i.e. baja concentración de sólidos disueltos y partículas), el límite de detección del método estará muy cerca del límite de detección del equipo. Ejemplos de valores mínimos de límite de detección para un volumen de 20 µL de muestra están dados en la Tabla 1.

Tabla 1 – Masas características aproximadas, límites de detección instrumental y rangos óptimos de trabajo para muestras de agua empleando un volumen de 20µL

Elemento	Masa característica m_0^a pg	Límite de detección ^b µg/L	Intervalo óptimo de trabajo ^c µg/L
Ag	1,5	0,2	1 a 10
Al	10	1	6 a 60
As	15	1	10 a 100
Cd	0,7	0,1	0,4 a 4
Co	10	1	6 a 60
Cr	3	0,5	2 a 20
Cu	5 ^d	0,5	3 a 30
Fe	5	1	3 a 30
Mn	2,5	0,5	1,5 a 15
Mo	10	1	6 a 60
Ni	13	1	7 a 70
Pb	15	1	10 a 100
Sb	20	1	10 a 100
Se	25	2	15 a 150
Tl	10 ^d	1	6 a 60

V	35	2	20 a 200
Zn	0,8	0,5	0,5 a 5
^a La masa característica (m_0) de un elemento es la masa en picogramos, que corresponde a una señal de 0,004 4 Abs/s, empleando la integrada de la absorbancia (área de pico) para la evaluación ^b Los límites de detección están calculados para 3 veces la desviación estándar (3σ) de las mediciones repetidas de un blanco ^c El intervalo óptimo de trabajo está definido para un intervalo de concentración que corresponda a la integración de la absorbancia leída entre 0,05 s y 0,5 s ^d Si se emplea el efecto Zeeman para corregir la señal de fondo, el valor m_0 será mayor			

2 PRINCIPIO

Las muestras de agua son preservadas por tratamiento ácido, filtradas y preservadas por adición de ácido, o digeridas. Las muestras de sedimento se deben digerir. Una alícuota de la muestra se inyecta a un horno de grafito acoplado a un Espectrómetro de Absorción Atómica. El horno es calentado eléctricamente. Por incremento escalonado de la temperatura, la muestra es secada, pirolizada y atomizada. La espectrometría de absorción atómica está basada en la capacidad de los átomos libres para absorber luz. Una fuente de luz emite un haz específico para cada elemento (o elementos). Cuando el rayo de luz pasa a través de la nube atómica en el horno de grafito caliente, la luz es selectivamente absorbida por los átomos de cada elemento(s). El decremento en la intensidad luminosa se mide con un detector a una longitud de onda específica. La concentración de un elemento en una muestra es medida comparando la absorbancia de la muestra con la de las disoluciones de calibración. Si es necesario, las interferencias pueden ser minimizadas por adición de un modificador de matriz a las muestras antes de su análisis, o por la cuantificación con la técnica de adición de concentraciones conocidas.

Los resultados se expresan como masa del analito: microgramos (μg), o miligramos (mg) por litro de agua, o por kilogramo de material seco para sedimentos

3 REFERENCIAS

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

- ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods
- ISO 5667-1, Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes
- ISO 5667-2, Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques
- ISO 5667-3, Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples
- ISO 5667-4, Water quality — Sampling — Part 4: Guidance on sampling from lakes, natural and man-made
- ISO 5667-5, Water quality — Sampling — Part 5: Guidance on sampling of drinking water and water used for food and beverage processing
- ISO 5667-6, Water quality — Sampling — Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams
- ISO 5667-10, Water quality — Sampling — Part 10: Guidance on sampling of waste waters
- ISO 5667-11, Water quality — Sampling — Part 11: Guidance on sampling of groundwaters
- ISO 5667-15, Water quality — Sampling — Part 15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples
- ISO 15587-1, Water quality — Digestion for the determination of elements in water — Part 1: Aqua regia digestion
- ISO 15587-2, Water quality — Digestion for the determination of elements in water — Part 2: Nitric acid digestion

4 INTERFERENCIAS

Algunas disoluciones de muestra, especialmente agua residual y sedimentos digeridos, pueden contener grandes cantidades de sustancias que pueden afectar los resultados. Concentraciones altas de cloruros pueden causar resultados bajos, porque se incrementa la volatilidad de muchos elementos y durante la etapa de pirólisis puede haber menos analitos. Los efectos de matriz pueden ser disminuidos, parcial o completamente, por optimización del programa de temperatura, el uso de tubos protegidos para pirólisis y plataformas, el uso de modificadores químicos, la adición de disoluciones de concentración conocida y el uso de la corrección de fondo.

5 REACTIVOS

Para el pre-tratamiento de la muestra y preparación de disoluciones, emplear solo reactivos y disoluciones de alta pureza o similares

5.1 Agua, Grado 1 como se especifica en la ISO 3696:1987 ($\leq 0,01$ mS/m), o mejor

Emplear esta agua para preparar todas las disoluciones. Verificar antes de su uso

5.2 Ácido nítrico, concentrado, $c(\text{HNO}_3) \approx 14,4$ mol/L, ρ 1,4 kg/L (65%)

Si el ácido contiene cantidades significativas de los analitos en estudio, purificar por destilación casi a ebullición empleando equipo de cuarzo. La destilación deberá ser llevada a cabo dentro de una campana de extracción.

El ácido está disponible en presentación de ρ 1,40 kg/L (65%) y ρ 1,42 kg/L (69%). Ambas son útiles para el método descrito en este procedimiento si contienen la mínima concentración de los analitos.

5.3 Ácido nítrico, $c(\text{HNO}_3) \approx 7$ mol/L

Añadir una cantidad de ácido nítrico (5.2) a una cantidad igual de agua (5.1), mientras agita

5.4 Ácido nítrico, $c(\text{HNO}_3) \approx 1$ mol/L

En aproximadamente 500 mL de agua (5.1), dispense 70 mL de ácido nítrico (5.2) y diluya con agua (5.1) a 1 000mL

5.5 Ácido nítrico, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,1$ mol/L

En aproximadamente 500 mL de agua (5.1), dispense 7 mL de ácido nítrico (5.2) y diluya con agua (5.1) a 1 000mL

5.6 Ácido clorhídrico, concentrado, $c(\text{HCl}) = 12,1$ mol/L, $\rho \approx 1,19$ kg/L(37%)

Si el ácido contiene cantidades significativas de los analitos en estudio, purificar por destilación casi a ebullición empleando equipo de cuarzo. La destilación deberá ser llevada a cabo dentro de una campana de extracción.

5.7 Ácido clorhídrico, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$, $\rho \approx 1,19 \text{ kg/L}$ (37%)

Añadir una cantidad de ácido clorhídrico (5.6) a una cantidad igual de agua (5.1), mientras agita

5.8 Ácido clorhídrico, $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/L}$

En aproximadamente 500 mL de agua (5.1), dispense 83 mL de ácido clorhídrico (5.6) y diluya con agua (5.1) a 1 000mL

5.9 Disoluciones patrón, $\rho = 1\,000 \text{ mg/L}$

Estas disoluciones pueden ser adquiridas de proveedores comerciales

Para la preparación de las disoluciones patrón del metal o metales, proceder como se indica en el Anexo B. La disolución patrón es estable por aproximadamente un año o de conformidad con las instrucciones del fabricante

5.10 Disoluciones de trabajo, $\rho = 10 \text{ mg/L}$

Usando una pipeta, transferir 1 000 μL de disolución patrón (5.9) a un matraz volumétrico de 100 mL, añadir 0,5 mL de ácido nítrico concentrado (5.2), y diluir a la marca con agua (5.1)

5.11 Disoluciones de trabajo, $\rho = 1 \text{ mg/L}$

Usando una pipeta, transferir 100 μL de disolución patrón (5.9) a un matraz volumétrico de 100 mL, añadir 0,5 mL de ácido nítrico concentrado (5.2), y diluir a la marca con agua (5.1)

5.12 Disoluciones de trabajo, $\rho = 100 \mu\text{g/L}$

Usando una pipeta, transferir 1 000 μL de disolución de trabajo de 10 mg/L (5.10) a un matraz volumétrico de 100 mL, añadir 0,5 mL de ácido nítrico concentrado (5.2), y diluir a la marca con agua (5.1)

Esta disolución puede ser almacenada por un mes

5.13 Disoluciones de calibración

Preparar las disoluciones de calibración a partir de las disoluciones de trabajo (5.10 a 5.12)

El siguiente procedimiento puede usarse como ejemplo:

Para preparar una serie de disoluciones de calibración conteniendo 2 µg/L; 4 µg/L; 6 µg/L; 8 µg/L y 10 µg/L de analito, pipetear, 200 µL, 400 µL, 600 µL, 800 µL y 1 000 µL respectivamente de la disolución de trabajo de 1 mg/L (5.11) a matraces volumétricos de 100 mL. Añadir la misma cantidad de ácido a las disoluciones de calibración como a las muestras. Enfriar si es necesario y diluir a la marca con agua (5.1)

Las disoluciones de calibración menores a 1 mg/L no deben ser utilizadas por más de un mes, y las menores a 100 µg/L por más de un día.

5.14 Blanco de calibración

Preparar una disolución como blanco de calibración de la misma forma que se preparan las disoluciones de calibración, pero sin añadir la disolución de trabajo. Emplear matraz volumétrico de 100 mL. Añadir la misma cantidad de ácido que a las disoluciones de calibración. Enfriar si es necesario y diluir a la marca con agua (5.1)

5.15 Modificador de Nitrato de Paladio/Nitrato de Magnesio

La disolución de $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ está disponible comercialmente (10 g/L). Disolver 0,259 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 100 mL de agua (5.1). Mezclar la disolución de nitrato de paladio con el doble de la cantidad de la disolución de nitrato de magnesio. 10 µL de esta mezcla equivale a 15 µg de Pd y 10 µg de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. La mezcla como tal está disponible comercialmente.

5.16 Modificador de nitrato de magnesio

Disolver 0,865 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 100 mL de agua (5.1). 10 µL de esta disolución equivale a 50 µg de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$

5.17 Modificador de Fosfato de amonio dihidrogenado

Disolver 2,0 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ en 100 mL de agua (5.1). 10 µL de esta disolución equivale a 200 µg de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

5.18 Modificador de Fosfato de amonio dihidrogenado /Nitrato de Magnesio

Disolver 2,0 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 0,173 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 100 mL de agua (5.1). 10 μL de esta disolución equivalen a 200 μg $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ y 10 μg de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$

5.19 Modificador de Níquel

Disolver 0,200 g de polvo de níquel en 1 mL de ácido nítrico concentrado (5.2) y diluir a 100 mL con agua (5.1). 10 μL de esta disolución equivalen a 20 μg de Ni. Disoluciones de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ están disponibles comercialmente

5.20 Gas de purga y protección, argón (Ar) ($\geq 99,99\%$)

6 EQUIPOS

El siguiente procedimiento de lavado es el mínimo indispensable para el material de vidrio y plástico si no hay otro especificado.

a) Antes de su uso, remojar el material/equipo por al menos un día en ácido nítrico, $c \approx 1 \text{ mol/L}$ (5.4), ó ácido clorhídrico $c \approx 1 \text{ mol/L}$ (5.8)

b) Enjuagar con agua (5.1) antes de su uso, al menos 3 veces

Remover las partes del equipo que sean de poliamida (e.g. tornillos y nueces del equipo de muestreo) antes de remojar el equipo en el ácido

Tomar las provisiones necesarias en caso de que el equipo haya sido empleado con altas concentraciones de metales, los cuales no deberán ser empleados para muestras de metales traza en el futuro

6.1 Recipientes de muestreo para agua, hechos de polipropileno, polietileno, propilenetilenfluorinado (PEF)

El material de los botes y tapas no deberá ser empleado si contiene o lixivia cualquier analito, y preferiblemente deberá ser empleado material incoloro

Para determinaciones de niveles ultra traza ($< 0,1 \mu\text{g/L}$) aplicar el procedimiento de limpieza descrito a continuación cuando se requiera:

a) Enjuagar los botes nuevos con acetona para remover posibles residuos grasos. Alternativamente, un detergente apropiado puede ser empleado

- b) Enjuagar con agua (5.1)
- c) Remojar en ácido clorhídrico, $c \approx 6 \text{ mol/L}$ (5.7), por una semana, o a (40 – 50) °C por 24 h
- d) Enjuagar con agua (5.1)
- e) Remojar en ácido nítrico, $c \approx 7 \text{ mol/L}$ (5.3), por una semana, o a (40 – 50) °C por 24 h
- f) Enjuagar con agua (5.1), y colocar en un área limpia
- g) Remojar en ácido nítrico, $c \approx 0,1 \text{ mol/L}$ (5.5), por una semana, acondicionar los botes a la matriz en uso
- h) Enjuagar con agua (5.1) varias veces
- i) Secar con aire filtrado, si el secado es necesario
- j) Colocar los botes limpios en bolsas de plástico cerradas

Si se demuestra que no es necesario la aplicación de los pasos c) y e), uno de los ácidos se puede eliminar. En este caso el ácido clorhídrico es el que ha demostrado mayor efectividad para polietileno y polipropileno, se debe preferir el ácido nítrico para el material de PFE y vidrio

6.2 Recipientes de muestreo para sedimentos, de boca ancha de rosca, de plástico o vidrio

Para limpiar estos recipientes no se requiere el uso de ácidos. Lavar con detergentes y enjuagar con agua desionizada (5.1) es suficiente

6.3 Equipo de Filtración, hecho de vidrio o materiales plásticos sin partes metálicas limpiado como se indicó al inicio del punto 6

6.4 Filtros. Filtros de membrana o filtros capilares, con un valor nominal de poro de 0,45 μm y 0,4 μm respectivamente

El material no deberá absorber o liberar los analitos. Limpiar los filtros con ácido nítrico $c \approx 0,1 \text{ mol/L}$ (5.5) y lavar varias veces con agua

6.5 Mortero de ágata, para pulverizar los elementos a polvo fino

6.6 Pipetas, con una capacidad desde 100 μL a 1 000 μL

Las puntillas deberán ser preferiblemente de plástico incoloro, el cual no deberá contener o lixiviar ningún analito a la disolución. Es importante verificar que las puntillas no contaminen las muestras. Siempre enjuagar las puntillas con la disolución inmediatamente antes de su uso.

Dependiendo de los niveles de concentración de los metales a ser determinados, las puntillas para pipetas nuevas o de re-uso deberán ser lavadas antes de su uso con HNO_3 , $c \approx 1\text{mol/L}$ (5.4), y enjuagar con agua (5.1)

6.7 Espectrómetro de Absorción Atómica acoplado a un Horno de Grafito, equipado con un corrector de ruido de fondo y las lámparas de cátodo hueco necesarias.

Alternativamente, se pueden usar, lámparas de descarga sin electrodo.

Es necesaria un área con sistema de extracción sobre el horno para remover cualquier humo y vapores que pudieran ser dañinos.

6.8 Automuestreador, puede ser usado para mejorar la precisión de la medición

Dependiendo de los niveles de concentración a ser medidos, los recipientes nuevos del automuestreador deberán ser limpiados con ácido diluido. Las tapas re-usadas deberán ser lavadas siempre con ácido. Por ejemplo, lavar los vasos con ácido nítrico $c \approx 1\text{mol/L}$ (5.4), y enjuagar con agua (5.1). Si se empleará el material para determinación de ultratrazas ($<0,1\mu\text{g/L}$), es necesario un paso adicional de limpieza llenando los vasos con ácido del mismo tipo y concentración que el usado en las muestras que serán analizadas. Dejar remojar por mínimo 2h. Enjuagar varias veces con agua (5.1)

6.9 Tubos de grafito, con cubierta pirolítica y plataforma, preferiblemente para elementos alto y medianamente volátiles, considerando que elementos de baja volatilidad podrían ser atomizados desde las paredes del recipiente.

Para obtener resultados satisfactorios, se deberán de seguir las recomendaciones dadas por los fabricantes para el uso de los tubos de grafito

7 MUESTREO Y PRE-TRATAMIENTO

7.1 Muestreo

El muestreo deberá ser llevado a cabo de acuerdo con la ISO 5667-1, ISO 5667-2, ISO 5667-3, ISO 5667-4, ISO 5667-5, ISO 5667-6, ISO 5667-10, ISO 5667-11 e ISO 5667-15

El equipo de muestreo para agua deberá estar hecho de tal manera que la muestra no entre en contacto con partes metálicas. Este deberá estar hecho de plásticos que no liberen analitos en la muestra y ser resistente a la limpieza con ácido clorhídrico diluido.

7.2 Pre-tratamiento de muestras acuosas

7.2.1 Generalidades

El pre-tratamiento y análisis de muestras con concentraciones de elementos ultratraza deberán ser tratadas bajo condiciones de "laboratorio limpio". La técnica de laboratorio limpio requiere que el laboratorio este equipado con un filtro de aire, y que las muestras estén continuamente protegidas de la contaminación originada de diferentes fuentes. En algunos casos, "mesas de trabajo limpias" con corriente de flujo laminar bajo presión, pueden ser usadas como una alternativa apropiada

Elementos traza en muestras de agua son analizados en una o más de las siguientes fracciones

- a) Preservada por adición de ácido (no filtrada). Preservar la muestra por adición de ácido nítrico. Las partículas deberán ser sedimentadas antes de su análisis.
- b) Filtrada (disuelta). Filtrar la muestra a través de una membrana o filtro capilar y preservar el filtrado por adición de ácido nítrico.
- c) Digerida en ácido. Digerir la muestra preservada con ácido nítrico o agua regia.

Almacenar las muestras acuosas preservadas en frío de acuerdo con la ISO 5667-3 hasta su análisis (1 a 5) °C.

7.2.2 Filtración

Es necesaria si se va a analizar las formas disueltas de los elementos traza. Filtrar la muestra inmediatamente después del muestreo y antes de la preservación. Extremar precauciones donde la muestra pudiera entrar en contacto con partes metálicas. Para reducir el riesgo de contaminación, la filtración a presión es preferible a la filtración a vacío.

Preparar al mismo tiempo un blanco de la disolución de prueba por filtración (y preservación) de agua (5.1) de la misma forma que las muestras.

7.2.3 Preservación

Llevar a cabo de acuerdo con la ISO 5667-3. Para obtener un $\text{pH} < 2$ en las muestras, añadir 0,5mL de ácido nítrico concentrado (5.2) por 100mL de muestra. Para la preservación de muestras acuosas con alta alcalinidad podría ser necesario añadir más ácido. Es importante añadir suficiente ácido para reducir la pérdida de elementos por efectos de absorción.

Preferiblemente preservar las muestras en el laboratorio en una atmósfera limpia libre de riesgos de contaminación. Para la disolución de blanco reactivo, preservar agua (5.1) de la misma forma que la muestra.

7.2.4 Digestión de las muestras acuosas

Métodos de digestión para agua con agua regia y ácido nítrico están especificados en la ISO 15587-1 e ISO 15587-2, respectivamente. Puesto que los cloruros pueden causar severas interferencias en la técnica del horno de grafito, se recomienda la digestión con ácido nítrico. Para algunos elementos (por ejemplo Sb en esta Norma Internacional) el ácido nítrico no es adecuado y debe emplearse agua regia.

Preparar al mismo tiempo un blanco reactivo, por digestión de agua (5.1) de la misma forma que la muestra.

Antes del análisis de los digeridos, aforar a un volumen con agua (5.1)

7.3 Pre-tratamiento de muestras de sedimento

7.3.1 Almacenamiento de muestras de sedimento

Después del muestreo, guardar los sedimentos en los recipientes originales (6.2) en un refrigerador, o congelador hasta su tratamiento (ISO 5667-15)

Si la determinación debe ser hecha sobre una muestra seca, preferiblemente secar por congelamiento, o alternativamente secar a 105°C por 24h. Moler la muestra seca en un mortero de ágata (6.5), homogenizar y tamizar si es necesario.

Los sedimentos secos son higroscópicos y absorben humedad si se almacenan. Las muestras secas por congelamiento contienen un pequeño porcentaje de

agua. Por esto es necesario controlar el contenido de agua secando una porción de la muestra a 105°C, antes de la digestión y análisis.

7.3.2 Digestión de sedimentos

Ver anexo B

8 MODIFICACIÓN QUÍMICA

Los modificadores químicos son usados para disminuir las interferencias espectrales y / o las no-espectrales en la muestra (efectos de matriz)

Por la medición de una muestra con y sin adición de un analito y por comparación de la recuperación del analito con un estándar de calibración, permite identificar la existencia de una interferencia no-espectral. A fin de cerciorarse de que el modificador funciona, se debe repetir el mismo procedimiento con la adición del modificador químico seleccionado.

En general, la finalidad de la modificación química es permitir una temperatura de pirólisis que es suficientemente alta para remover el volumen de concomitantes antes del paso de atomización. La combinación de Pd y $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ es reconocido como un modificador "universal" y se usa para varios elementos. La combinación de Pd con un agente reductor, por ejemplo el ácido ascórbico, es a veces empleado en lugar del Pd/ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. La absorción de fondo tiende a ser mayor con $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. Otros modificadores también son utilizados. Algunos de ellos (ejemplo compuestos de Ni) pueden ser descartados por que contienen elementos que son frecuentemente medidos con el mismo equipo y pueden causar contaminación del horno. En la Tabla 2 se recomiendan algunos modificadores químicos. Otros modificadores químicos pueden ser usados si se obtienen resultados consistentes.

Si se usan modificadores químicos, se deben añadir por igual a las muestras, disoluciones de blanco reactivo, disoluciones de blanco de ensayo, disoluciones de calibración, y disoluciones de blanco de calibración. Para lograr las cantidades recomendadas en la Tabla 2, se deberán añadir 10µL de la disolución modificadora. Preferiblemente inyectar la disolución modificadora con el automuestreador directamente dentro del atomizador después que la muestra es añadida.

Tabla 2 – Modificadores químicos recomendados

Elemento	Modificadores químicos (5.15 al 5.19)	Cantidades μg^a
Ag	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	15 + 10 200
Al	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	15 + 10 50
As	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o Ni (como nitrato)	15 + 10 20
Cd	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Co	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	50
Cr	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	50
Cu	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	15 + 10
Fe	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	50
Mn	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	15 + 10 50
Mo	No se requiere	---
Ni	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	50
Pb	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	15 + 10 200 + 10
Sb	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o Ni (como nitrato)	15 + 10 20
Se	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o Ni (como nitrato)	15 + 10 20

Tabla 2 (continuación)

Elemento	Modificadores químicos (5.15 al 5.19)	Cantidades μg^a
Tl	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	15 + 10
V	No se requiere	---
Zn	Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ o	15 + 10

	Mg(NO ₃) ₂	6
^a Estas cantidades son solo recomendaciones. Cantidades significativamente menores podrían ser requeridos en algunos atomizadores. Ver también las recomendaciones de los fabricantes del equipo.		

9 MEDICIÓN

Ejemplos de cómo programar el horno de grafito se dan en el Anexo C.

Un programa de temperatura para el horno de grafito usualmente incluye 4 etapas:

- a) secado
- b) pirólisis
- c) atomización
- d) limpieza

Preferiblemente, antes de iniciar, emplee las temperaturas y tiempos recomendados por el fabricante. Interrumpir el flujo de argón durante la atomización.

Siempre aplique la corrección de ruido de fondo.

Longitudes de onda alternativas (con diferentes sensibilidades) pueden emplearse. Por ejemplo, para Plomo, se puede emplear la longitud de onda de 217,0 nm, donde la sensibilidad esta a la par que en 283,3 nm. Sin embargo, el ruido es mayor y el riesgo de interferencias se incrementa. En el caso de altas concentraciones puede emplearse una longitud de onda con baja sensibilidad, por ejemplo 307,6 nm para Zn y 271,9 nm o 305,9 nm para Fe.

Para la cuantificación, la integración de la absorbancia (área de pico) es recomendada.

10 CALIBRACIÓN

10.1 Técnica de calibración estándar

Inicie la calibración con una disolución de blanco de calibración (5.14) y 3 o 5 disoluciones de calibración (5.13) para un intervalo de concentración

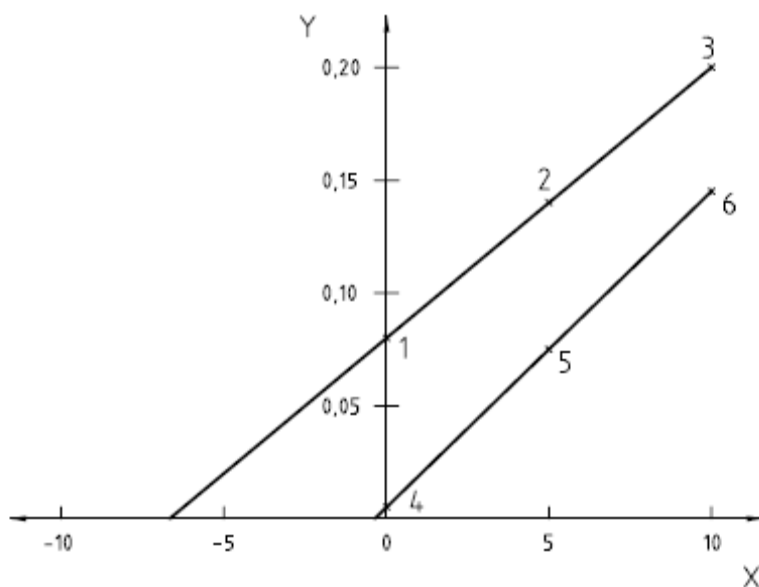
apropiado. Esto podría hacer hincapié en que la linealidad de la curva de calibración está con frecuencia limitada

Corregir los valores de absorbancia de las disoluciones de calibración restando la absorbancia del blanco de calibración. Para construir una curva de calibración o para calcular la función de calibración, emplee los valores de concentración de analito de las disoluciones de calibración junto con los valores resultantes del análisis.

10.2 Técnica de adición de estándar

Para reducir el efecto de interferencias no-espectrales, cuando la modificación química no es empleada o no se pueden eliminar los efectos de matriz, la técnica de adición de estándar podría ser aplicada para obtener una curva de calibración lineal en el intervalo de absorbancia empleado. La técnica de adición de estándar no puede ser usada para corregir interferencias espectrales, tales como absorción de fondo no específica, y no debería ser usada si las interferencias cambian la señal por un factor mayor a 3.

Transferir volúmenes iguales de la muestra a tres recipientes (por ejemplo copas de automuestreador). Añadir una pequeña cantidad de disolución estándar a dos de los recipientes para obtener los valores de absorción correspondientes que sean 100% y 200% mayores que aquellos esperados para la muestra original. Añadir una cantidad igual de agua (5.1) al tercer recipiente. Mezclar bien las disoluciones. Medir la absorbancia integrada de cada disolución, y entonces graficar la concentración añadida en el eje de las abscisas y la absorbancia medida en el eje de las ordenadas, tal como se ilustra en la figura 1. Medir la concentración del analito en el blanco de reactivos o en el blanco de prueba de la misma manera. En la Figura 1 la concentración del analito de la disolución de prueba es 6,67 $\mu\text{g/L}$, y la del blanco de prueba es 0,36 $\mu\text{g/L}$.



Donde:

X Adición ($\mu\text{g/L}$)

Y Integración de la absorbancia

1 Disolución de prueba

2 Disolución de prueba + 5 $\mu\text{g/L}$

3 Disolución de prueba + 10 $\mu\text{g/L}$

4 Blanco de prueba

5 Blanco de prueba + 5 $\mu\text{g/L}$

6 Blanco de prueba + 10 $\mu\text{g/L}$

Figura 1 – Ejemplo de una adición estándar de la función de calibración

11 CÁLCULOS

11.1 Resultados para agua

Obtener los valores de concentración de los analitos de las disoluciones de prueba, el blanco de reactivos y el blanco de prueba en la curva de calibración o calcularlos a partir de la función de calibración. Corregir las concentraciones

del analito de las disoluciones de prueba restando las concentraciones del analito del blanco de reactivos o del blanco de prueba

Aplicar los factores de dilución, si aplican.

Reportar los resultados para aguas en microgramos por litro ($\mu\text{g/L}$). Para muestras que no presenten una señal detectable, reportar como menor que "el límite de cuantificación".

11.2 Resultados para sedimentos

Obtener las concentraciones del analito de las disoluciones de prueba y del blanco de prueba a partir de la curva de calibración o calcular a partir de la función de calibración. Corregir las concentraciones del analito de las disoluciones de prueba restando las concentraciones del analito del blanco de prueba.

Calcular el contenido del analito en la muestras, cuando la determinación es realizada sobre material seco aplicando la siguiente ecuación:

$$w_{s, dm} = \rho_{digs} \left[\frac{V_{digs}}{m_{drs}} \right]$$

O cuando la determinación se realiza sobre una muestra húmeda:

$$w_{s, dm} = \rho_{digs} \left[\frac{V_{digs}}{m_{ws} w_{dm, ws}} \right] * 100$$

Donde:

- $w_{s, dm}$ Contenido de analito en la muestra, expresado en miligramos por kilogramo (mg/kg) de material seco;
- ρ_{digs} Concentración del analito, expresada en microgramos por litro ($\mu\text{g/L}$), de la muestra digerida corregida por el blanco de prueba;
- V_{digs} Volumen, expresado en mililitros, de la muestra digerida después de la dilución;
- m_{drs} Masa, expresada en miligramos, de muestra seca;
- m_{ws} Masa, expresada en miligramos, de muestra húmeda;
- $w_{dm, ws}$ Contenido, expresado como porcentaje, de material seco en la muestra húmeda

Reportar los resultados para sedimentos en miligramos por kilogramo (mg/kg). Para muestras que no presenten una señal detectable, reportar menor al "límite de cuantificación"

12 PRECISIÓN

Una prueba interlaboratorios llevada a cabo en el 2002 que incluyó muestras sintéticas de agua, agua natural, agua residual, sedimentos digeridos, y sedimentos de lago secos y homogenizados. Todas las muestras se analizaron por duplicado. Resultados para Fe, Mn y Al no se reportaron en los sedimentos por que los niveles de concentración estuvieron muy lejos del intervalo óptimo de trabajo del método y muy pocos laboratorios reportaron resultados. Fierro en agua residual, antimonio en agua residual y sedimentos, talio en muestras sintéticas a bajas concentraciones, agua residual y sedimentos digeridos fueron determinados por tan solo tres laboratorios. Por consiguiente, una evaluación estadística completa no es posible (ver Tabla 3)

Tabla 3 – Características de desempeño del método, basados en la comparación interlaboratorio internacional, Marzo 2002

Elemento a analizar	Muestra	n	o	X _{true} µg/L	X µg/L	Recuperación %	Repetibilidad CV %	Reproducibilidad CV %
Ag	SL	9		0,8	1,00	126	8,2	53,1
	SH	9		7,2	8,13	113	3,6	22,9
	FWL	5	1		0,774		8,2	56,9
	FWH	9			5,92		5,0	33,0
	WW	7	1		3,43		8,8	32,0
	Dig	9			1,00		14,0	32,0
	Sed	4	1		0,172 ^a		6,5	69,0
Al	SL	6	2	5	5,85	117	14,2	27,1
	SH	10	2	45	38,6	86	2,4	44,3
	FWL	11			170		6,6	16,4
	FWH	11			193		5,4	46,2
	WW	4	2		147		3,9	44,0
As	SL	1	2	9	9,00	100	2,8	14,1

		7						
	SH	1 9	2	81	77,5	96	2,7	10,5
	FWL	1 9			8,74		7,4	25,2
	FWH	2 1			68,6		3,6	17,8
	WW	1 4	1		11,6		4,0	35,9
	Dig	1 8	1		74,4		4,2	26,2
	Sed	1 7	1		16,3 ^a		3,8	17,0
Cd	SL	3 3	1	0,3	0,303	101	3,5	10,7
	SH	3 4	2	2,7	2,81	104	1,9	14,9
	FWL	3 1	2		0,572		2,9	10,4
	FWH	3 1	3		3,07		2,1	27,5
	WW	2 7	2		1,00		3,1	14,8
	Dig	2 9	2		48,7		2,2	17,0
	Sed	2 7	3		9,53 ^a		3,5	8,5
Co	SL	1 3		5,5	5,71	104	3,1	8,5
	SH	1 2	2	49,5	50,6	102	1,0	7,9
	FWL	1 3			4,23		9,0	14,8
	FWH	1 3	1		40,5		2,6	10,6
	WW	1 0			11,6		7,0	32,9
	Dig	1 1			337		1,6	12,2
	Sed	1 0			68,0 ^a		1,8	15,4
Cr	SL	2 1	3	1,9	1,91	101	7,5	12,4
	SH	2 4	1	17,1	17,5	102	2,0	7,9

	FWL	2 3	1		1,95		7,7	24,7
	FWH	2 3	2		14,0		2,0	7,3
	WW	1 7	4		3,91		4,2	40,5
	Dig	1 9			245		3,7	8,7
	Sed	1 8	3		51,3 ^a		1,3	21,7

Tabla 3 (continuación)

Elemen to analiza do	Muestra	<i>n</i>	<i>o</i>	X_{true} µg/L	$\bar{X}$ µg/L	Recuperación %	Repetibilidad CV %	Reproducibilidad CV %
Cu	SL	1 8	1	2,5	2,60	104	8,1	13,2
	SH	1 9	1	22,5	23,0	102	3,8	5,6
	FWL	1 9			2,37		6,4	15,4
	FWH	2 0	1		29,8		2,3	7,2
	WW	1 1	1		5,08		10,0	30,3
	Dig	1 0	2		216		2,1	9,0
	Sed	1 2	1		43,9 ^a		4,0	18,1
Fe	SL	5	1	3	4,43	148	9,0	33,0
	SH	7		27	27,0	100	3,4	13,8
	FWL	7			98,3		2,4	9,9
	FWH	6			116		1,6	11,2
Mn	SL	8		1,5	1,71	114	4,4	30,0
	SH	1 0		13,5	14,5	108	2,0	15,3
	FWL	8	1		5,47		2,7	22,5
	FWH	1 0			17,7		3,2	14,6

	WW	5			100		4,3	13,8
Mo	SL	6		4,5	5,69	126	4,6	23,8
	SH	7		40,5	44,3	109	2,8	14,0
	FWL	4			5,76		11,5	13,7
	FWH	6			29,4		3,9	12,7
	WW	5			10,8		5,6	60,2
	Dig	6			12,0		9,5	88,4
	Sed	4			2,84a		2,6	73,7
Ni	SL	2 0		6	5,92	99	3,5	15,0
	SH	2 0		54	53,6	99	2,0	8,8
	FWL	1 7	1		3,11		11,7	24,0
	FWH	1 9			33,2		2,5	9,1
	WW	1 5	1		11,4		4,1	27,5
	Dig	1 4	2		294		2,4	6,8
	Sed	1 2	3		58,9 ^a		1,6	7,6
Pb	SL	3 0	2	5	5,07	101	3,1	12,8
	SH	3 4	3	45	46,5	103	1,8	8,8
	FWL	3 2			7,76		8,5	17,2
	FWH	3 3	1		68,2		2,8	15,0
	WW	2 5	2		14,6		5,5	36,9
	Dig	2 9			541		3,1	14,7
	Sed	2 9	1		104 ^a		3,4	14,5
Sb	SL	5		8	7,39	92	3,3	17,9
	SH	7		72	66,9	93	3,4	13,8
	FWL	5			5,78		4,9	21,2
	FWH	7			52,7		3,1	6,6
Se	SL	1 0		12	11,9	99	5,7	23,0

CV	Coeficiente de variación
SL	Disolución sintética de menor concentración
SH	Disolución sintética de mayor concentración
FWL	Agua fresca de menor concentración
FWH	Agua fresca de mayor concentración
WW	Agua residual, digerida por los participantes
Dig	Sedimento digerido en HNO_3
Sed	Sedimento digerido por los participantes
^a	Resultados para el sedimento seco en $\mu\text{g/g}$

13 REPORTE DE PRUEBA

El reporte deberá incluir la siguiente información:

- referencia a esta norma mexicana;
- identificación inequívoca de la muestra;
- información acerca del pre-tratamiento de la muestra [por ejemplo preservación por adición de ácido (no filtrada), filtrada (disueltos) o digerida en ácido];
- información acerca del método de digestión aplicado;
- resultados de las muestras de agua y sedimentos;
- fecha del muestreo y análisis;
- información acerca de otros factores que pudieran afectar el resultado.

14 APÉNDICE NORMATIVO

Anexo A

Digestión de muestras de sedimento

A.1 Reactivos

A.1.1 Agua, grado 1 como se especifica en la ISO 3696:1987 ($\leq 0,01 \text{ mS/m}$), o mejor

Es importante verificar la calidad del agua antes de su uso

A.1.2 Ácido nítrico, concentrado, $c(\text{HNO}_3) = 14,4\text{mol/L}$, $\rho \approx 1,40\text{kg/L}$ (65%)

Si el ácido contiene cantidades significativas de los analitos, purificarlo por destilación empleando material de cuarzo. La destilación deberá ser llevada a cabo dentro de una campana de extracción de humos.

A.1.3 Ácido nítrico, $c(\text{HNO}_3) \approx 7\text{mol/L}$

Mezclar a partes iguales un volumen de HNO_3 (A.1.2) y de agua (A.1.1) con agitación continua

A.1.4 Ácido clorhídrico, $c(\text{HCl}) = 12,1\text{mol/L}$, $\rho \approx 1,19\text{kg/L}$ (37%)

Si el ácido contiene cantidades significativas de los analitos, purificarlo por destilación empleando material de cuarzo. La destilación deberá ser llevada a cabo dentro de una campana de extracción de humos.

A.1.5 Ácido clorhídrico, $c(\text{HCL}) \approx 6\text{mol/L}$

Mezclar a partes iguales un volumen de HCl (A.1.4) y de agua (A.1.1) con agitación continua

A.2 Equipo

A.2.1 Recipientes de digestión, recipientes incoloros fabricados en vidrio de borosilicato o vidrio de calidad equivalente, con una capacidad de 100 mL, y equipados con tapas de rosca

Las botellas y las tapas deberán ser capaces de resistir una presión de trabajo de 200 kPa (120°C).

A.2.2 Autoclave, capaz de lograr presiones de trabajo de 200 kPa (120°C).

A.3 Digestión

A.3.1 Generalidades

Pesar porciones de prueba de sedimentos secos o húmedos. Añadir ácido nítrico o una mezcla de ácido nítrico y clorhídrico (agua regia) y digerir las muestras en los recipientes sellados bajo presión (a 120 °C). Realizar la cuantificación sobre la fase líquida.

Puesto que los cloruros pueden causar serias interferencias en la técnica del horno de grafito, se recomienda emplear la digestión con ácido nítrico. Para algunos elementos (por ejemplo, Sb en esta Norma Internacional) el ácido nítrico no es adecuado y debe emplearse agua regia.

A.3.2 Digestión con ácido nítrico

Transferir una cantidad exactamente pesada de la muestra, de al menos 1 g de material seco o la cantidad húmeda equivalente, a un recipiente de digestión (A.2.1). Añadir 20 mL de ácido nítrico, $c \approx 7 \text{ mol/L}$ (A.1.3). Cerrar el recipiente firmemente, y calentar a 120°C (200 kPa) por 1 h, siguiendo las instrucciones dadas por el fabricante de la autoclave. Enfriar a temperatura ambiente. Destapar y ventilar los recipientes dentro de una campana de extracción de humos. Transferir la disolución cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 mL y diluir a la marca de aforo con agua (A.1.1). Una vez que todo el material no disuelto se ha sedimentado, realizar la medición sobre la fase líquida clara. Algunas veces es necesario filtrar o centrifugar los digeridos.

La digestión también puede ser llevada a cabo en recipientes cerrados en un horno microondas, si el tiempo de digestión y la presión aplicada dan los mismos resultados que los obtenidos con el método antes descrito en esta misma cláusula.

Preparar al final un blanco de prueba de los reactivos de la misma manera que se prepararon las muestras, diluyendo al volumen final, pero omitiendo la adición de la muestra.

A.3.3 Digestión con agua regia

Transferir una cantidad exactamente pesada de la muestra, de al menos 1 g de material seco o la cantidad húmeda equivalente, a un recipiente de digestión (A.2.1). Añadir 15 mL de ácido clorhídrico, $c \approx 6 \text{ mol/L}$ (A.1.5), seguidos de 5 mL de ácido nítrico, $c \approx 7 \text{ mol/L}$ (A.1.3). Cerrar el recipiente firmemente, y calentar a 120°C (200 kPa) por 1 h, siguiendo las instrucciones dadas por el fabricante de la autoclave. Enfriar a temperatura ambiente. Destapar y ventilar los recipientes dentro de una campana de extracción de humos. Transferir la disolución cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 mL y diluir a la marca de aforo con agua (A.1.1). Una vez que todo el material no disuelto se ha sedimentado, realizar la medición sobre la fase líquida clara. Algunas veces es necesario filtrar o centrifugar los digeridos.



La digestión también puede ser llevada a cabo en recipientes cerrados en un horno microondas, si el tiempo de digestión y la presión aplicada dan los mismos resultados que los obtenidos con el método antes descrito en esta misma cláusula.

Preparar al final un blanco de prueba de los reactivos de la misma manera que se prepararon las muestras, diluyendo al volumen final, pero omitiendo la adición de la muestra.

15 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**.

16 BIBLIOGRAFÍA



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-AA-051/6-SCFI-2008
28/34

- [1] U.S. EPA Method 200.9, *Determination of trace elements by stabilized temperature graphite furnace atomic absorption*, Rev. 2.2, 1994
- [2] U.S. EPA Method 200.7, *Determination of metals and trace elements in water and wastes by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry*, Rev. 4.4, 1994 (Mo, V and Zn)
- [3] MATOUSEK, J.P. Interference in electrothermal atomic absorption spectrometry. Their elimination and control. *Prog. Analyt. Atom. Spectrosc.* **4**, 1981, pp. 247-310
- [4] MOODY, J.R. and LINDSTROM, R.M. Selection and cleaning of plastic containers for storage of trace element samples. *Anal. Chem.* **49**, 1977, pp. 2264-2267
- [5] LAXEN, D.P.H. and HARRISON, R.M. Cleaning methods for polythene containers prior to the determination of trace metals in freshwater samples. *Anal. Chem.* **53**, 1981, pp. 345-350
- [6] WELZ, B. and SPERLING, M. *Atomic absorption spectrometry*, 3rd edn., Wiley-VCH, 1998
- [7] WELZ, B., SCHLEMMER, G. and MUDAKAVI, J.R. Palladium nitrate-magnesium nitrate modifier for electrothermal atomic absorption spectrometry Part 5. Performance for the determination of 21 elements. *J. Anal. At. Spectrom.* **7**, 1992, pp 1257-1271
- [8] SLAVIN, W. *Graphite furnace — A source book*. The Perkin-Elmer Corporation, 1984
- [9] XIAO-QUAN, S. and BEI, W. Is palladium or palladium-ascorbic acid or palladium-magnesium nitrate a more universal chemical modifier for electrothermal atomic absorption spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.*, **10**, 1995, pp. 791-798
- [10] HOLM, K. and BORG, H. *Interlaboratory trial for validation of ISO/DIS 15586*. ITM, Report 106, ISRN SU-ITM-R-106-SE

17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma coincide totalmente con la Norma Internacional ISO 15586:2003. Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace.

México D.F., a

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

APÉNDICE INFORMATIVO

Anexo B

Preparación de las disoluciones patrón, 1 000 mg/L

B.1 Generalidades

El procedimiento siguiente para la preparación de las disoluciones patrón ha sido tomado de las referencias [1] y [2] especificadas en la bibliografía

Todas las sales deberán ser secadas por 1 h a 105 °C, a menos que se especifique otra cosa

Las cantidades de metales y sales metálicas empleadas en la preparación de las disoluciones patrón son presentados en la Tabla B.1

Tabla B.1 – Cantidad de metal o sal metálica para la preparación de las disoluciones patrón

Elemento	Compuesto	Formula	Cantidad g
Ag	Metal	Ag	1,000
Al	Metal	Al	1,000
As	Trióxido de Arsénico	As ₂ O ₃	1,320
Cd	Metal ^a	Cd	1,000
Co	Metal ^a	Co	1,000
Cr	Trióxido de cromo	CrO ₃	1,923
Cu	Metal ^b	Cu	1,000
Fe	Metal ^b	Fe	1,000
Mn	Metal	Mn	1,000
Mo	Trióxido de molibdeno	MoO ₃	1,500
Ni	Metal	Ni	1,000
Pb	Nitrato de plomo	Pb(NO ₃) ₂	1,599
Sb	Metal, polvo	Sb	1,000

Se	Dióxido de selenio	SeO ₂	1,405
Tl	Nitrato de talio	TlNO ₃	1,303
V	Metal ^a	V	1,000
Zn	Metal ^a	Zn	1,000
^a	Limpiado con ácido nítrico (1+9)		
^b	Limpiado con ácido clorhídrico (1+1)		

B.2 Disoluciones patrón

B.2.1 Disolución patrón de Ag

Disolver el metal en 80 mL de HNO₃ (1+1) con calentamiento para una mejor disolución. Enfriar y diluir con agua en matraz volumétrico a 1 000 mL. Almacenar la disolución en un frasco ámbar o un frasco forrado totalmente con papel aluminio para proteger el contenido de la luz

B.2.2 Disolución patrón de Al

Disolver el metal en 4 mL HCl (1+1) y añadir 1 mL de HNO₃ concentrado en un vaso de precipitados. Calentar suavemente el vaso para inducir la disolución. Transferir la disolución cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 000 mL. Añadir 10 mL de HCl (1+1) y diluir a la marca de aforo con agua.

B.2.3 Disolución patrón de As y Mo

Disolver el compuesto metálico en 100 mL de agua y 10 mL de NH₄OH concentrado con el calentamiento necesario para inducir la disolución. Acidificar el patrón de As con 20 mL de HNO₃ concentrado. Enfriar y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.4 Disoluciones patrón de Cd, Co, Cu, Mn, V y Zn

Disolver el metal en 50 mL de HNO₃ (1+1) calentando si es necesario para la disolución. Enfriar y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.5 Disolución patrón de Cr



Disolver el compuesto metálico en 120 mL de HNO_3 (1+1). Diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.6 Disolución patrón de Fe

Disolver el metal en 100 mL de HCl (1+1) calentando si es necesario para la disolución. Enfriar y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.7 Disolución patrón de Ni

Disolver el metal en 20 mL de HNO_3 concentrado y caliente. Enfriar y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.8 Disolución patrón de Pb

Disolver el compuesto en la mínima cantidad de HNO_3 (1+1). Añadir 20 mL de HNO_3 (1+1) y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.9 Disolución patrón de Sb

Disolver el polvo metálico en 20 mL de HNO_3 (1+1) y 10 mL de HCl concentrado. Añadir 10 mL de agua y 1,50 g de ácido tartárico. Calentar suavemente la disolución hasta disolución completa. Enfriar y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.10 Disolución patrón de Se

Disolver el compuesto en 200 mL de agua y diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

B.2.11 Disolución patrón de Tl

Disolver el compuesto metálico en agua. Añadir 10 mL de HNO_3 concentrado. Diluir a 1 000 mL en un matraz volumétrico.

Las disoluciones patrón deben prepararse y almacenarse por separado. En general, las disoluciones patrón pueden ser usadas por 1 año.

Anexo C

Ejemplos de parámetros instrumentales de inicio

C.1 Generalidades

Hay grandes diferencias entre los instrumentos de los diferentes fabricantes, así como entre los modelos viejos y nuevos de un mismo fabricante. Es recomendable usar las temperaturas propuestas por los fabricantes para iniciar.

Tabla C.1 – Ajuste de los parámetros instrumentales

Elemento	Longitud de onda nm	Apertura nm	Temperatura de pirólisis °C		Temperatura de atomización	
			Sin modificador	Con modificador ^a	Sin modificador	Con modificador ^a
Ag	328,1	0,7	650	1 000 / 650	1 600	2 200 / 2 200
Al	309,3	0,7	1 400	1 700 / 1 700	2 500	2 350 / 2 400
As	193,7	0,7	300	1 400 / 1 300	1 900	2 200 / 2 500
Cd	228,8	0,7	300	900 / 900	1 250	1 100 / 1 800
Co	240,7	0,2	1 100	1 400	2 200	2 400
Cr	357,9	0,7	1 050	1 650	2 300	2 600
Cu	324,7	0,7	1 100	1 100	2 300	2 600
Fe	248,3	0,2	1 000	1 400	1 900	2 400
Mn	279,5	0,2	1 800	1 400 / 1 400	2 100	2 300 / 2 200
Mo	313,3	0,7	1 100	---	2 700	----
Ni	232,0	0,2	1 100	1 400	2 400	2 400
Pb	283,3	0,7	600	1 200 / 600	1 500	2 000 / 1 900
Sb	217,6	0,7	900	1 200 / 1 100	1 900	1 900 / 2 400
Se	196,0	2,0	200	1 000 /	2 100	2 100 / 2

