SECRETARÍA DE ECONOMÍA

NORMA MEXICANA

NMX-AA-048-SCFI-2006

RESIDUOS - DETERMINACIÓN DE METALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN PRODUCTOS DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT) – MÉTODO DE PRUEBA

WASTE – DETERMINATION OF METALS BY ATOMIC ABSORPTION SPECTOPHOTOMETRY IN PRODUCTS FROM THE TOXIC COMPOUNDS EXTRACTION – TEST METHOD

PREFACIO

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

- ALS-INDEQUIM S.A. DE C.V.
- BUFETE QUÍMICO, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C. LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICOS
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CONCENTRADOS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL S.A. DE C.V.
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES S.A. DE C.V.
- EARTH TECH MÉXICO, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA DGCENICA
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DEL GRUPO MICROANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUÍMICO, INDUSTRIAL Y AGRÍCOLA S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SAS
- LABORATORIOS ABC, QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS Y SUMINISTROS INDUSTRIALES, QUANTUM S.A. DE C.V.
- MICROECOL, S.A. DE C.V.
- ON-SITE ANALÍTICA DE MÉXICO S.A. DE C.V.
- PROCURADURÍA FEDERAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- RESIDUOS INDUSTRIALES MULTIQUIM, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
- LABORATORIO CENTRAL DE CALIDAD DE AGUAS

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2	RESUMEN	2
3	REFERENCIAS	3
4	DEFINICIONES	3
5	INTERFERENCIAS	4
6	SEGURIDAD	6
7	EQUIPOS Y MATERIALES	8
8	REACTIVOS Y PATRONES	9
9	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	11
10	CONTROL DE CALIDAD	12
11	CALIBRACIÓN	21
12	PROCEDIMIENTO	22
13	CÁLCULOS	25
14	DESEMPEÑO DEL MÉTODO	26
15	MANEJO DE RESIDUOS	26
16	VIGENCIA	27
17	BIBLIOGRAFÍA	27
18	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	28
19	TABLAS	29

NORMA MEXICANA

NMX-AA-048-SCFI-2006

RESIDUOS - DETERMINACIÓN DE METALES POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN PRODUCTOS DE EXTRACCIÓN DE CONSTITUYENTES TÓXICOS (PECT) – MÉTODO DE PRUEBA

WASTE – DETERMINATION OF METALS BY ATOMIC ABSORPTION SPECTOPHOTOMETRY IN PRODUCTS FROM THE TOXIC COMPOUNDS EXTRACTION – TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente define como materiales peligrosos a los: "Elementos, sustancias, compuestos, residuos o mezclas de ellos que, independientemente de su estado físico, representen un riesgo para el ambiente, la salud o los recursos naturales, por sus características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables o biológico-infecciosas".

En términos generales, se dice que la toxicidad de una sustancia representa su capacidad para causar una lesión en un organismo vivo.

Los metales pesados, así como la condición de pH, presente, forman parte de las sustancias o condiciones establecidas como tóxicas para los organismos que entran en contacto con las mismas.

Desde luego, el comportamiento de tales parámetros en el ecosistema tendrá un efecto significativo sobre su acción final en los organismos, sin embargo, es de esperar que debido a la naturaleza conservativa de los metales, se puedan presentar efectos tóxicos a grandes distancias del punto inicial de su incorporación al ambiente.

Respecto a los efectos sobre la salud, estos se darán según el grado de exposición, las propiedades especificas de la sustancia química y las características biológicas del órgano afectado, pudiendo presentarse lesiones transitorias o permanentes.

En cualquier caso, la eliminación o el control de la concentración de estos contaminantes antes de entrar a los ecosistemas, aumentará la confianza de que tanto los ecosistemas que sustentan como la salud del hombre, no se verán afectados.

El método establecido en esta norma mexicana, para la medición de metales es considerado confiable debido a que durante su desarrollo se encontraron ciertos procedimientos esenciales en muestras que fueron analizadas con buenos resultados, de manera que todos los requerimientos de desempeño especificados se cumplen.

Durante el desarrollo del método, se recomienda que el laboratorio no omita ninguna de las especificaciones establecidas en el mismo. Los términos "debe", "puede" y "deberá" que se mencionan sirven para realzar la importancia de las especificaciones establecidas para producir datos verificables en los intervalos de trabajo del método.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es de aplicación nacional y establece el método para medir metales en el producto de extracción para compuestos tóxicos por la técnica de espectrofotometría de absorción atómica, aplica para la medición y cuantificación de los siguientes metales: Arsénico, Bario, Cadmio, Cromo total, Mercurio, Plata, Plomo y Selenio.

2 RESUMEN

2.1 Tratamiento de la muestra:

2.1.1 Digestión.- La digestión ácida de la muestra reduce las interferencias producidas por materia orgánica y para convertir los metales a su forma libre para ser analizados por la técnica de espectrofotometría de absorción atómica.

2.1.2 Digestión en placa.- Acidificar 100 ml del producto de extracción para compuestos tóxicos (PECT), con ácido nítrico y clorhídrico concentrados, evaporar la muestra en una placa de calentamiento casi a sequedad hasta completar la digestión, agregar ácido nítrico en caso de ser necesario, la muestra se filtra y se lleva a un volumen de 100 ml con agua grado reactivo.

2.1.3 Para los metales que se analizan por generador de hidruros o vapor frío se debe considerar la digestión específica para cada elemento.

2.1.4 Como alternativa la digestión puede ser realizada por horno de microondas o autoclave. Estos procedimientos alternativos deben cumplir con los criterios de validación establecidos en el método.

2.2 Análisis:

2.2.1 Aspiración directa.- El producto PECT digerido y filtrado, es aspirado y atomizado en una flama de aire-acetileno u óxido nitroso-acetileno, en un espectrofotómetro de absorción atómica (EAA), esta muestra genera una señal (absorbancia) que es proporcional a la concentración del metal de interés.

2.2.2 Generador de vapor frío.- El arsénico, selenio y mercurio son convertidos a sus hidruros respectivos con una disolución de borohidruro de sodio o cloruro estanoso en un medio ácido. El hidruro es removido de la disolución por burbujeo y llevado con un flujo de nitrógeno o argón a la celda del espectrofotómetro de absorción atómica, la lectura de absorbancia de la muestra es leída en una curva de calibración que ha sido medida en las mismas condiciones que la muestra. El mercurio se analiza por la técnica de generación de vapor frío acoplado a espectrometría de absorción atómica.

3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se debe consultar la siguiente norma oficial mexicana vigente o la que la sustituya:

NOM-052-SEMARNAT-2005 Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 23 de junio de 2006.

4 DEFINICIONES

4.1 Blanco de campo:

Alícuota de agua reactivo que es colocada en un envase para muestra en el laboratorio, empacada para el muestreo, y tratada como una muestra en todos los aspectos, incluyendo el contacto con los equipos de campo y expuesta a las condiciones del sitio de muestreo, almacenaje, preservación y todos los procedimientos analíticos, los cuales pueden incluir filtración. El propósito del blanco de campo es determinar cual procedimiento de campo o transporte de muestra y ambiente ha contaminado la muestra.

4.2 Blanco de reactivos:

Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El blanco de reactivos debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El blanco de reactivos se usa para monitorear documentar la contaminación resultante del proceso analítico.

4.3 Desempeño del método:

Conjunto de parámetros que determinan el alcance del método y la calidad de los resultados que deben obtenerse. Estos parámetros incluyen: límite de detección del método, límite práctico de cuantificación, intervalo de trabajo, precisión inicial del método, exactitud inicial del método, precisión continua del método y exactitud continua del método.

4.4 Desviación estándar:

En el presente método este estadístico, se refiere a la desviación estándar de la muestra, calculada a partir de n-1, y no a la de la población (□) lo cual se calcula a partir de n.

4.5 Exactitud:

Desviación de una lectura con respecto al valor nominal de un material de referencia certificado.

4.6 Límite de detección del método (LDM):

Concentración mínima del analito que puede detectarse a un nivel de confianza predeterminado. Para efectos de este método, el nivel de confianza es del 99 %. Este límite de detección generalmente se logra por analistas experimentados con equipo bien calibrado y bajo condiciones no rutinarias.

4.7 Límite práctico de cuantificación (LPC):

Concentración mínima del analito que puede medirse con un nivel de confianza predeterminado en condiciones rutinarias de operación. Este límite puede establecerse entre cinco a diez veces el LDM.

5 INTERFERENCIAS

5.1 Aspiración directa:

5.1.1 Interferencias químicas.- Son causadas por la pérdida de absorción por saltos cuánticos de átomos en combinaciones

moleculares en la flama. Este fenómeno puede ocurrir cuando la flama no está lo suficientemente caliente para disociar la molécula, como en el caso de la interferencia de fosfatos en la medición de bario o porque el átomo disociado es oxidado inmediatamente a un compuesto que no se disociará a la temperatura de la flama. La adición de lantano disminuirá la interferencia del fosfato en la atomización de bario en caso de que la flama sea aire acetileno.

5.1.2 La presencia de altas concentraciones de sólidos disueltos en la muestra, interfieren con los resultados. Estos sólidos además de presentar una barrera física al paso de la luz del cátodo hueco en la flama, forman depósitos en la cabeza del quemador. Para evitar este problema, usar corrección de fondo una vez que se haya filtrado la muestra. Para ciertos elementos no se requiere corrección de fondo, sin embargo es necesaria la limpieza del quemador, las altas concentraciones de sólidos disueltos se evita aspirando continuamente agua acidulada.

5.1.3 Las interferencias de ionización.- Este tipo de interferencias ocurren cuando la temperatura de la flama es lo suficientemente alta como para generar la remoción de un electrón de su átomo neutral, dando un ión con carga positiva. Este tipo de interferencias pueden controlarse generalmente por la adición de elementos o sales fácilmente ionizables a la muestra y a las disoluciones del Material de Referencia Certificados.

5.1.4 La absorción molecular y la dispersión de la luz causada por las partículas sólidas en la flama, pueden causar errores positivos. Cuando ocurra este fenómeno, usar corrección de fondo para obtener valores exactos.

5.1.5 Interferencias específicas para cada elemento:

5.1.5.1 Cadmio

El calcio en concentraciones mayores de 1 000 mg/L, suprime la absorción del cadmio. A concentraciones de 2 000 mg/L la supresión es del 19 %. No interfieren el sodio, potasio, sulfatos y cloruros a concentraciones de 9 000 mg/L cada uno. La presencia de magnesio (4 500 mg/L) utilizando el horno de grafito interfiere con la medición de cadmio.

5.1.5.2 Plomo

Altas concentraciones de calcio incrementan la lectura de la concentración de plomo, esto se elimina con la técnica de corrección de fondo.

5.1.5.3 Selenio

El mercurio y el arsénico en concentraciones mayores de 500 mg/L y 100 mg/L respectivamente, pueden inhibir la formación del hidruro de selenio.

5.1.5.4 Cromo

Puede ocurrir una interferencia sí las muestras contienen altas concentraciones de metales alcalinos, esta interferencia puede tratarse adicionando una disolución de KCl esta adición se hace también a las disoluciones de la curva de calibración.

5.2 Método de adición de estándar:

En caso de no contar con corrector de fondo o tener interferencias no específicas utilizar el método de adición de disoluciones de Materiales de Referencia Certificados.

5.3 Interferencias que pueden originarse en la generación de hidruros:

5.3.1 Si la línea de transferencia entre la celda fría y el atomizador no está bien caliente, puede condensarse el vapor de agua en la línea, esta condensación puede interferir con la medición del hidruro. Para evitar este problema la celda debe estar lo suficientemente caliente, generalmente se deja calentar entre 10 y 15 minutos o hasta que alcance 900 °C.

5.3.2 El cobalto, cobre, hierro, mercurio o níquel con altas concentraciones en la muestra, pueden causar interferencias por la precipitación de los metales reducidos y bloquear la línea de transferencia y demás conexiones.

5.3.3 Arsénico.- La generación del hidruro se ve afectado por la presencia de cobalto, níquel, mercurio, plata, platino, cobre, cromo, molibdeno y antimonio. El sulfuro de hidrógeno y otros sulfuros, son removidos con acetato de plomo durante la digestión y antes de la generación del hidruro.

6 SEGURIDAD

6.1 No se ha determinado la carcinogenicidad de todos los reactivos con precisión, por lo que cada sustancia química debe tratarse como potencialmente peligrosa para la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor contacto posible.

6.2 Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.

6.3 Todas las precauciones de seguridad asociadas a este método deberán estar contenidas en el procedimiento de seguridad.

6.4 El borohidruro de sodio es una sustancia tóxica, inflamable y corrosiva.

6.5 El uso de una campana de extracción, ropa de protección, lentes de seguridad y mascarilla se requieren cuando se preparan las disoluciones donde las reacciones entre el disolvente y el soluto son exotérmicas, esto es, óxido de lantano en disolución ácida. Se requieren iguales precauciones cuando se diluyen ácidos fuertes, debe evitarse el contacto con la piel y vías respiratorias.

6.6 Se requiere un sistema de extracción permanente para eliminar una gran cantidad de gases calientes y algunas veces tóxicos, producidos por el quemador durante la operación del instrumento. Como el acetileno es un gas inflamable deberán tomarse las precauciones adecuadas cuando se use. Para evitar explosiones nunca pasar el acetileno a través de instalaciones o tuberías de cobre o aleaciones con alto contenido de cobre (latón, bronce). Si el espectrofotómetro no esta equipado con un escudo protector, el operador deberá usar lentes de seguridad para atenuar la luz ultravioleta emitida por la flama. El óxido nitroso es un gas que se usa como anestésico, el lugar de trabajo debe estar bien ventilado.

6.7 Los gases oxidantes deben separarse de los gases reductores.

6.8 Los contenedores de gases deben ser almacenados en un lugar ventilado, identificados y asegurados.

6.9 Aplicar cuidadosamente las guías de operación del fabricante del equipo para optimizar la velocidad del flujo de gas. Si no se emplean las precauciones adecuadas, puede resultar una combustión peligrosa dentro de la cámara de mezcla de los gases.

6.10 Para evitar explosiones en línea, no permitir que la presión de llegada del acetileno al instrumento exceda 1,06 kg/cm2 (15 psi).

6.11 Cuando se usa N2O como oxidante, deberá utilizarse una cabeza de quemador de 50,8 mm de diámetro, ya que utilizando una cabeza de 101,6 mm ocurrirá un regreso de la flama. La flama de N2O debe encenderse usando primero una combinación de aire/acetileno y luego cambiar a óxido nitroso/acetileno. El óxido nitroso nunca debe pasarse a través de líneas que contengan residuos de aceites o grasas, ya que puede causar una explosión.

6.12 Revisar que el tubo del desagüe de la cámara de mezcla de gas esté lleno con agua antes de comenzar cualquier análisis. Se recomienda el uso de una trampa de seguridad o de cualquier válvula. Seguir las instrucciones del fabricante para mantener una presión positiva en el sello del líquido.

6.13 Dada la alta toxicidad del plomo, cadmio, níquel, mercurio, plata, bario, cromo, así como todos los pasos de preparación y digestión de las muestras, extremar las precauciones de manejo de todas las soluciones y utilizar un cuarto bien ventilado.

6.14 El arsénico, el selenio y sus correspondientes hidruros son tóxicos. Manéjense con cuidado.

7 EQUIPOS Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son relevantes en este método analítico.

7.1 Equipo:

- Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA);
- Generador de hidruros, continuo o intermitente
- Horno de grafito capaz de programar las temperaturas del tubo de grafito, debe contar con un sistema de enfriamiento
- Lámparas de cátodo hueco de: Arsénico, bario, cadmio, cromo, mercurio, plata, plomo y selenio. Pueden usarse lámparas de descarga sin electrodos en los metales que aplique
- Placa de calentamiento con regulador de resistencia que alcance una temperatura de 40 °C a 400 °C, recubierta con una placa anticorrosiva.
- Horno de microondas de acuerdo a las especificaciones del fabricante, opcional

- Autoclave.- Que alcance una presión de 15 lb/pulg2, y una temperatura de 121 °C, por 30 minutos mínimo, opcional

- Quemadores de 10 cm de ranura, y para óxido nitroso de 5 cm

- Registrador para el EAA. (Sistema para registro de datos)

- Celda de cuarzo cilíndrica.

7.2 Material:

- Matraz erlenmeyer

- Matraz volumétrico clase "A"

- Papel filtro

- Pipetas volumétricas clase "A"

- Micropipetas

- Tubos de grafito (Específicos para el horno de grafito).

7.3 Limpieza del material:

7.3.1 Los contenedores de las muestras deben lavarse con disolución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua desionizada.

7.3.2 Para el material de PTFE o material de vidrio dejar remojando en disolución de HNO3 (1+1), HCl (1+1) o con agua regia (3 partes de HCl concentrado + 1 parte de HNO3 concentrado.) Para celdas de cuarzo utilizar HF (1+1) por 10 a 15 minutos.

8 REACTIVOS Y PATRONES

8.1 Los reactivos que requiere el método deben ser tipo ACS por sus siglas en inglés (American Chemical Society) grado reactivo a menos que se indique otro grado.

- Agua: A menos que se indique otro grado el agua de referencia deberá entenderse como agua grado reactivo con las siguientes especificaciones:

- Conductividad, micromho/cm a 25 °C: 1,0 (5,0 máxima)

- Ácido clorhídrico concentrado (HCl), gravedad específica 1,19;

- Ácido nítrico concentrado (HNO_3), gravedad específica 1,42;
- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), gravedad específica 1,84;
- Borohidruro de sodio ($NaBH_4$) preparar a la concentración especificada por el fabricante del equipo;
- Cloruro de potasio (KCl);
- Sulfato clorhidrato de hidroxilamina;
- Hidróxido de sodio (NaOH);
- Permanganato de potasio ($KMnO_4$);
- Persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$);
- Aire comprimido libre de agua y aceite;
- Acetileno grado absorción atómica;
- Nitrógeno;
- Óxido nitroso grado alta pureza;
- Disolución de clorhidrato de hidroxilamina.- Disolver 120 g de clorhidrato de hidroxilamina en un litro de agua;
- Disolución de permanganato de potasio ($KMnO_4$).- Disolver 5,0 g $KMnO_4$ en agua y diluir a 100 ml;
- Disolución de persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) al 5 %.- Disolver 5,0 g de $K_2S_2O_8$ en 100 ml de agua desionizada;
- Disolución de cloruro de potasio (KCl).- Disolver 250 g de KCl en agua y diluir a un litro.

8.2 Disoluciones de Materiales de Referencia Certificados (MRC):

NOTA 1: Todas las disoluciones usadas en este método deberán ser materiales de referencia certificados y con trazabilidad demostrada.

8.2.1 Disolución espectrométrica de 1 000 mg/L de los siguientes metales: arsénico, bario, cadmio, cromo, mercurio, plata, plomo y selenio.

8.2.2 Disolución intermedia.- Preparar una disolución de MRC intermedia de cada metal, tomando una alícuota adecuada de la disolución espectrométrica diluyendo con agua que contenga 1,5 ml de HNO_3 concentrado/L.

8.2.3 Disolución de MRC de trabajo.- Preparar una serie de cinco disoluciones a partir de las disoluciones espectrométrica de cada metal que se encuentren dentro del intervalo de trabajo (tabla 1 y 2), tomando las diluciones adecuadas de la disolución intermedia (inciso 8.2.2), diluir con agua que contenga 1,5 ml de HNO_3 concentrado/L.

8.2.4 Disolución para la matriz adicionada.- La concentración depende del metal a analizar y de la técnica utilizada, se debe preparar a partir de la disolución intermedia (inciso 8.2.2) diluir con agua que contenga 1,5 ml de HNO_3 concentrado/L.

8.2.5 Muestras de control de calidad (MCC).- El responsable de control de calidad deberá preparar una disolución a partir de un MRC de una fuente diferente al utilizado para la curva de calibración e independiente a la que usa el analista.

8.2.5.1 Disoluciones intermedias de control de calidad.- Preparar las muestras de control de calidad (MCC), diluyendo con agua conteniendo 1,5 ml de HNO_3 concentrado/L. Las concentraciones se deben encontrar dentro del intervalo de trabajo de cada metal (Ver tabla 1 y 2).

9 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

9.1 Cantidad mínima de muestra.- 500 ml de producto PECT.

9.2 Preservación de la muestra.- Preservar adicionando una disolución de ácido nítrico (1+1) hasta obtener un pH < a 2. Para el análisis de mercurio, la muestra debe preservarse adicionando 1,0 ml de H_2SO_4 concentrado, todas las muestras deben almacenarse a 4° C hasta su análisis.

9.3 Tiempo máximo previo al análisis.- Seis meses. Para mercurio es de veintiocho días.

10 CONTROL DE CALIDAD

10.1 Aspectos generales:

10.1.1 Cada laboratorio que utilice este método está obligado a operar un programa de formal de control de calidad.

10.1.2 El desempeño del laboratorio se debe comparar con los criterios establecidos en la sección de desempeño, con objeto de determinar si los resultados de los análisis cumplen con las especificaciones del método.

10.1.3 El analista debe hacer una demostración inicial de su habilidad para generar una exactitud y precisión aceptables por este método. El procedimiento debe realizarse como se menciona en el inciso 10.2.

10.1.4 Cada vez que se realice una modificación al método o que se cambie al analista responsable de llevar a cabo esta medición, el analista designado debe repetir el procedimiento mencionado en el inciso 10.2, si el cambio va a afectar alguno de los parámetros de desempeño del método, el laboratorio debe demostrar que los nuevos parámetros medidos son iguales o mejores que los anteriores.

10.1.5 No se permite el uso de técnicas determinativas alternativas y cambios que degraden la ejecución del método. Si se utiliza una técnica analítica que no sea la especificada en este método, dicha técnica debe tener especificaciones iguales o mejores a la descrita en este documento para el analito de interés.

10.1.6 Es obligatorio para el laboratorio mantener los registros de las modificaciones realizadas a este método. Estos registros deben de incluir lo siguiente:

- La justificación por escrito de la necesidad de realizar modificaciones al método para ese analito.

- Resultados de todas las pruebas de control de calidad comparadas del método modificado con el método original, dichos datos deben incluir todos los parámetros mencionados en la sección de desempeño del método.

- Información que permita a un evaluador externo, validar cada medición mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final. Lo anterior debe

estar debidamente registrado e incluir, al menos los siguientes puntos:

- Identificación de la muestra;
- Número del lote analítico en el cual se analizó la muestra;
- Fecha del análisis;
- Procedimiento cronológico utilizado;
- Cantidad de muestra utilizada;
- Número de muestras de control de calidad analizadas en el lote;
- Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
- Registros de bitácoras, en cintas magnéticas o en otros respaldos de información;
- Información cruda reportada por los equipos o por los analistas;
- Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados del lote analítico;
- Los nombres, títulos, direcciones y número de teléfono de los analistas que ejecutaron los análisis y modificaciones y del encargado del control de calidad que presenció y verificó los análisis y sus modificaciones.

10.2 Demostración inicial de la capacidad del laboratorio:

10.2.1 Verificación de la exactitud de la calibración inicial del método.- Verificar la curva de calibración con materiales de referencia certificados de procedencia diferente a los utilizados para la curva de calibración y elaborados por personal diferente al analista encargado, con objeto de validar que la curva de calibración está adecuadamente preparada.

10.2.1.1 Los valores entre los obtenidos en la curva de calibración y los materiales de referencia de procedencia diferente deben variar menos del 10 %.

10.2.1.2 Si los valores no cumplen con lo especificado, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente de desempeño inicial del método.

10.2.1.3 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con la especificación.

10.2.2 Límite de detección del método (LDM):

10.2.2.1 Preparar una muestra sintética a partir un material de referencia certificado a una concentración que se encuentre entre cinco y diez veces el límite de detección del método estimado.

10.2.2.2 Dividir la disolución anterior en siete alícuotas y analizarlas.

10.2.2.3 Calcular el promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos.

10.2.2.4 Calcular el LDM usando la siguiente ecuación:

$$LDM = (t_{n-1,\ 0,99\%})*s$$

Donde:

$(t_{n-1,\ 0,99\%})$ es la constante cuyo valor es 3,14
s es la desviación estándar

10.2.2.5 Sí el resultado del LDM obtenido es menor de diez veces la concentración de la disolución de la sección 10.2.2.1 que se utilizó, entonces preparar otra disolución que se encuentre entre cinco y diez veces el LDM obtenido y repetir el procedimiento a partir del inciso 10.2.2.2.

10.2.2.6 El procedimiento y los resultados deben quedar asentados en la bitácora del analista y en el expediente del desempeño inicial del método (EDIM).

10.2.2.7 El límite de detección del método que se obtenga, debe ser igual o menor al que se presente en la sección de desempeño.

10.2.3 Intervalo de trabajo del método (ITM).- El ITM se debe centrar de acuerdo al límite máximo permisible de la norma oficial mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, con al menos dos niveles de la curva de calibración por debajo de dicho valor y dos niveles por encima.

10.2.3.1 El intervalo de trabajo se define como la porción lineal de la curva de calibración, normalmente abarca de uno a tres órdenes de magnitud.

10.2.3.2 Se puede determinar utilizando como indicador el coeficiente de correlación de la recta por ajuste de mínimos cuadrados, el cual debe ser mayor a 0,997 (siempre y cuando antes se verifique la linealidad por métodos gráficos).

10.2.4 Exactitud inicial del método.- Calcular la exactitud inicial del método de la siguiente forma:

10.2.4.1 A partir de un material de referencia certificado, preparar una disolución del analito de interés a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, dividir en ocho porciones la muestra y realizar el análisis completo en las mismas condiciones de operación rutinaria y por el mismo analista.

10.2.4.2 Con los resultados obtenidos calcular el porcentaje de recuperación:

$$\% R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

%R	es el porcentaje de recuperación
VE	es el valor medido de la muestra
VR	es el valor asignado a la muestra

10.2.4.3 Calcular el promedio y la desviación estándar del % R.

10.2.4.4 Comparar los valores de la media y la desviación estándar del % R con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

10.2.4.5 Si los valores no cumplen con lo especificado, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente del desempeño inicial del método.

10.2.4.7 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

10.2.5 Precisión inicial del método.- Calcular la precisión inicial del método de la siguiente forma:

10.2.5.1 Con los resultados de las ocho muestras preparadas en la sección anterior elaborar una tabla donde se coloquen los valores en pares (cuatro filas con dos valores cada uno).

10.2.5.2 Calcular la diferencia porcentual relativa (DPR) con la siguiente ecuación:

$$DPR = 200\ (X_1 - X_2)/(X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR es la diferencia porcentual relativa
X_1 es el valor medido de la muestra original
X_2 es el valor medido de la muestra duplicada.

10.2.5.3 Calcular la media aritmética del DPR.

10.2.5.4 Comparar los valores de la media con los que se presentan en la sección de desempeño del método.

10.2.5.5 Si los valores no cumplen con los especificados, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en el expediente del desempeño inicial del método.

10.2.5.6 Repetir el procedimiento anterior hasta que se cumpla con las especificaciones de los criterios de aceptación de la sección de desempeño del método.

10.2.6 Límite práctico de cuantificación (LPC).- Se puede calcular multiplicando por cinco o diez el LDM o en caso de que el intervalo de trabajo sea mayor a este valor, entonces utilizar el primer punto de la curva de calibración.

10.3 Cada lote analítico deberá estar compuesto de la siguiente forma:

1 Muestra de verificación del instrumento (MVI).
2 Muestra de verificación de la calibración inicial (MVCI) (o disoluciones de la curva de calibración).
3 Blanco de reactivos (BR).
4 Muestra sintética de control de calidad (MCC).
5 Muestra real No. 1
6 Muestra real No. 2
7 Muestra real No. 1 duplicada (MD).
8 a 13 Muestras reales Nos. 3 a 10
14 Muestra de verificación de la curva de calibración analítica continua (MVCC).
15 MCC No. 2
16 Muestra real No. 11
17 Muestra real No. 12
18 Muestra real No. 11 duplicada (MD).

19 a 26 Muestras reales Nos. 13 a 20, etc.

Para lotes mayores, analizar al menos un 10 % de MCC y 10 % de MDs.

10.4 Muestras de control de calidad

10.4.1 Blanco de reactivos (BR).- Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El BR debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El BR se usa para monitorear la contaminación resultante del proceso analítico.

10.4.1.1 Para que un blanco de reactivo se considere adecuado, la concentración en el mismo de cualquier analito no deberá ser más alto que el LPC correspondiente.

10.4.1.2 Nunca se deberá sustraer el valor del BR al de las muestras o calibraciones analizadas.

10.4.1.3 Si el valor del BR es mayor al LPC, rechazar los resultados del lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

10.4.2 Muestras duplicadas (MD): Son muestras reales o de control de calidad que se preparan a partir de una misma muestra, la variación entre ellas solo es debida al error aleatorio de la pareja analista-método.

10.4.3 Muestras sintéticas de control de calidad (MCC).- Son muestras preparadas a partir de agua reactivo y con materiales de referencia que se utilizan para determinar la exactitud y precisión de la pareja analista-método.

10.4.3.1 Preparar las MCC a una concentración equivalente al nivel medio de la curva de calibración, a partir de materiales de referencia certificados diferentes a los que se utilizaron para la curva de calibración y por personal diferente.

NOTA 2: Se recomienda que el analista no conozca el valor de las disoluciones de MCC con el objeto de asegurar la veracidad de la medición.

10.4.4 Muestra de verificación de la calibración inicial (MVCI).- Se utiliza para verificar que la curva de calibración sigue vigente a través de diferentes días de trabajo.

10.4.4.1 Se debe utilizar la disolución de concentración intermedia de acuerdo a la curva de calibración y analizarla después de haber verificado el instrumento de medición.

10.4.4.2 La variación máxima permitida es de ± 25 %, sí el valor encontrado, es mayor, entonces realizar una nueva curva de calibración.

10.4.5 Muestra de verificación de la calibración continua (MVCC).- Se utiliza para verificar que la curva de calibración este vigente a través del mismo día de trabajo.

10.4.5.1 Se debe utilizar la disolución de MRC de valor intermedio de la curva de calibración y analizarla cada diez muestras dentro del lote analítico.

10.4.5.2 La variación máxima permitida es de ± 20%, sí el valor encontrado, es mayor, entonces, realizar una nueva curva de calibración, analizar de nuevo las cinco muestras anteriores y proseguir con el análisis del lote analítico.

10.4.6 Muestra de verificación del instrumento (MVI).- Es la muestra que sirve para verificar que el instrumento de medición se encuentra en las condiciones apropiadas de operación y son las mismas en las cuales se realizó la calibración inicial.

10.4.6.1 La MVI es una muestra que depende de las especificaciones del fabricante del instrumento.

10.5 Control de calidad estadístico.- En esta sección se especifica como realizar el control de calidad estadístico obligatorio para este método:

10.5.1 Gráficas de control de exactitud.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de exactitud para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos ocho datos de muestras de MCC, antes de contar con esta cantidad de datos, se puede utilizar como criterio de aceptación y rechazo los límites encontrados en el estudio de desempeño inicial del método. Para elaborar la gráfica de control de exactitud deberá utilizarse el siguiente procedimiento:

10.5.1.1 Calcular el porcentaje de recuperación de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% R = (VE / VR) * 100$$

Donde:

% R es el porcentaje de recuperación
(VE) es el valor Encontrado (valor medido de la muestra de CC)
(VR) es el valor Real (valor asignado a la muestra de CC).

10.5.1.2 Con al menos ocho datos, calcular la media aritmética (X) y la desviación estándar para el % R.

10.5.1.3 Los límites de control son los siguientes:

a) Límite de control superior = X + 3s
b) Límite de advertencia superior = X + 2s
c) Límite de control inferior = X - 3s
d) Límite de advertencia inferior = X -2s

10.5.1.4 Representar en una gráfica de control el valor promedio del %R y los límites de control y de advertencia superior e inferior.

10.5.1.5 Graficar cada valor de exactitud obtenido de las MCC en cada lote analizado, el valor deberá encontrarse dentro de los límites de control.

10.5.1.6 Si un valor de exactitud es mayor a ± 3s, rechazar los resultados del lote analítico, determinar las causas y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas en la bitácora del analista.

10.5.2 Gráficas de control de precisión.- El laboratorio debe elaborar y mantener actualizadas las gráficas de control de precisión para cada lote analizado a partir de la demostración inicial de desempeño. Para iniciar la gráfica, es necesario contar con al menos ocho datos de muestras duplicadas, antes de contar con esta cantidad de datos, considerar como criterio de aceptación y/o rechazo los límites calculados en el estudio de desempeño inicial del método. Utilizar el siguiente procedimiento para elaborar la gráfica de control de precisión:

10.5.2.1 Calcular la diferencia porcentual relativa de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$DPR = 200 \, |X_1 - X_2| / (X_1 + X_2)$$

Donde:

DPR es la diferencia porcentual relativa
X_1 es el valor medido de la muestra original
X_2 es el valor medido de la muestra duplicada

$|X_1 - X_2|$ es el valor absoluto de la diferencia de los dos datos

10.5.2.2 Con al menos cuatro datos de la DPR, calcular el promedio.

10.5.2.3 Calcular los límites de control de la siguiente forma:

Límite Superior de Control (LSC) = 3,27 R

Límite Superior de Advertencia (LSA) = 2,51 R

Donde:

R es el promedio de las DPR calculadas

10.5.2.4 Representar en una gráfica de control el valor promedio de las DPR y los valores de LSA y LSC.

10.5.2.5 Graficar cada valor del DPR obtenido de las muestras duplicadas de cada lote analizado, este valor deberá ser menor al LSC.

10.5.2.6 Si un valor de precisión es mayor a las especificaciones mencionadas en el inciso anterior, rechazar los resultados del lote analítico, determinar las causas del problema y corregir los errores, documentar adecuadamente las incidencias y acciones correctivas e incluirlas en la bitácora del analista.

10.6 Validación de modificaciones del método o de métodos alternos.- Para validar las modificaciones que se efectúen a este método o para la utilización de métodos alternos deberá seguirse el siguiente procedimiento:

10.6.1 Si se realizan modificaciones al presente método, validar de acuerdo a lo que se presenta en el inciso 10.2.

10.6.2 Si se utiliza un método alterno cuya fuente sea un método reconocido por alguna Institución de carácter internacional por ejemplo: ASTM, USEPA, AOAC, Standard Methods, DIN, OMS Environment Canada, etc.) seguir el mismo procedimiento que se presenta en la sección 10.2.

10.6.3 Si se utiliza algún método no estandarizado, deberá evidenciarse, además de los parámetros mencionados en la sección 10.2, los parámetros de robustez, reproducibilidad y especificidad los cuales sólo pueden evaluarse mediante estudios interlaboratorios.

10.7 Dependiendo de los requerimientos del programa específico de control de calidad de algún proyecto, pueden requerirse muestras dobles de campo, para evaluar la precisión y exactitud del

muestreo y las técnicas de transportación de la muestra y otras especiales de control de calidad como muestras adicionadas y muestras adicionadas duplicadas para verificar las interferencias de matriz.

11 CALIBRACIÓN

11.1 La verificación se realizará cada mes, o bien cuando se presente un coeficiente de correlación menor de 0,997 ó un 5 % de variación en la pendiente.

11.1.1 Aspiración directa:

11.1.1.1 Verificar la corriente de la lámpara para cada metal.

11.1.1.2 Seleccionar el ancho de banda espectral óptimo, el cual depende de cada elemento en particular.

11.1.1.3 Seleccionar la longitud de onda para el metal de interés de acuerdo la tabla 1 y 2 o de acuerdo a las condiciones recomendadas por el fabricante del equipo.

11.1.1.4 Alinear el quemador de acuerdo a las especificaciones del fabricante del equipo.

11.1.1.5 Ajustar las condiciones de la flama de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Permitir que el sistema alcance el equilibrio de 10 a 15 minutos.

11.1.1.6 Optimizar la velocidad de nebulización, aspirando una disolución de un metal (como cobre) el cual es sensible a cambios en las condiciones de la flama, ajustar la nebulización hasta obtener una absorbancia máxima.

11.1.1.7 La estabilidad del instrumento debe demostrarse analizando una disolución de cobre, a una concentración tal que deberá dar una máxima absorbancia de acuerdo a lo establecido por el fabricante.

11.1.1.8 Debe efectuarse la mezcla de gases necesaria para obtener la absorbancia requerida por la curva de calibración, con una presión de salida de los tanques de acetileno (12 libras/pulgada2-16 libras/pulgada2), aire (40 libras /pulgada2 - 80 libras/pulgada2).

11.1.1.9 Analizar el blanco de reactivos, la curva de calibración y las muestras de control de calidad.

11.1.2 Calibración del generador de hidruros:

111.2.1 Instalar la lámpara adecuada, colocar la corriente de la lámpara dependiendo del metal a analizar.

11.1.2.2 Encender el espectrofotómetro y esperar a que se estabilice.

11.1.2.3 Seleccionar la longitud de onda y el ancho de banda espectral para el elemento que va a ser medido de acuerdo a lo recomendado por el fabricante del equipo.

11.1.2.4 Ajustar el rayo de luz de la lámpara de acuerdo a las especificaciones del fabricante del equipo.

11.1.2.5 Ajustar los flujos de gas de aire y acetileno, este ajuste no se requiere para la medición de mercurio.

11.1.2.6 Alinear la celda de cuarzo en el rayo de luz y esperar de 20 a 30 minutos para su estabilización en la flama antes de iniciar el análisis; en este período, preparar las disoluciones y los reactivos.

11.1.2.7 Colocar las disoluciones en el contenedor del reductor.

11.1.2.8 Abrir el suministro de gas inerte (N2) e incrementar la presión a 2,5 Kg/cm2.

11.2 Observaciones:

11.2.1 Para preparar la curva de calibración de cada metal, ver los intervalos de concentración en el inciso correspondiente. Preparar una curva de calibración antes de analizar la muestra.

11.2.2 Adicionar 0,25 ml HNO3 concentrado, 0,5 ml de H2O2 al 30 %; 0,5 ml de la disolución de Ni(NO3)2 6H2O al 5 %, a las disoluciones de As y Se, aforar a 25 ml con agua.

12 PROCEDIMIENTO

Las muestras que contengan partículas o materia orgánica requieren en general, un tratamiento previo al análisis. Los metales totales incluyen las combinaciones de carácter orgánico y/o inorgánico, tanto disueltos como en partículas.

12.1 Preparación de la muestra para el análisis de metales totales:

12.1.1 Homogenizar perfectamente la muestra, verificar que no existan sólidos adheridos en el fondo del contenedor. Inmediatamente después medir 100 ml de la muestra, del blanco de reactivos, de

la muestra adicionada (MA) y de la muestra adicionada duplicada (MAD), transferir a un vaso de precipitado.

NOTA 3: El volumen de muestra dependerá de los niveles de concentración esperada de los analitos.

12.1.2 Adicionar 3,0 ml de HNO3 concentrado, calentar en una parrilla, evaporar (cuidando que no llegue a ebullición), hasta aproximadamente 10 ml ó menos dependiendo de la concentración esperada de los analitos, dejar enfriar.

NOTA 4: Si la muestra llega a ebullición, algunos metales como plomo, cadmio, selenio, arsénico, pueden formar compuestos volátiles.

12.1.3 Adicionar 5 ml de HNO3 concentrado, cubrir con un vidrio de reloj y pasar nuevamente la muestra a la parrilla de calentamiento. Incrementar la temperatura hasta que exista reflujo de vapores, en caso de ser necesario, agregar mayor cantidad de HNO3, continuar la digestión.

12.1.4 Una vez concluida la digestión (esto es cuando la muestra presente una apariencia cristalina constante), evaporar casi a sequedad (aproximadamente de 2 ml a 5 ml), retirar la muestra de la parrilla y permitir que la muestra alcance la temperatura ambiente.

12.1.5 Por cada 100 ml de volumen final adicionar 10 ml de HCl (1+1) y 15 ml de agua, calentar la muestra sin llegar a ebullición por espacio de 15 minutos para disolver precipitados o residuos resultantes de la evaporación.

12.1.6 Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio de reloj con agua, filtrar para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajustar el volumen de acuerdo a la concentración esperada de los analitos (Ver nota 4). La muestra está lista para su análisis. Reportar las concentraciones como metales totales.

12.1.7 Análisis de mercurio por vapor frío:

12.1.7.1 Transferir el contenido de los matraces volumétricos que contienen la curva de calibración a matraces erlenmeyer de 250 ml.

12.1.7.2 Utilizar 100 ml de agua como blanco de reactivo, incluirlo en el lote analítico.

12.1.7.3 Adicionar 7 ml de H2SO4 concentrado a cada uno de los matraces.

12.1.7.4 Adicionar 5 ml HNO3 concentrado y algunas perlas de ebullición.

12.1.7.5 Adicionar 6 ml de la disolución KMnO4 al 5 %, mezclar y dejar reposar por 15 minutos.

12.1.7.6 Adicionar 8 ml de al disolución de K2S2O8 al 5 %, mezclar.

12.1.7.7 Digerir durante 2 horas aproximadamente a 85º C en baño de agua, agitar eventualmente (no debe llegar a ebullición), ó digerir en autoclave a 121º C durante 30 minutos.

12.1.7.8 Dejar enfriar a temperatura ambiente.

12.1.8 Análisis de As y Se por generador de hidruros:

12.1.8.1 Utilizar un volumen de 100 ml de agua como blanco de reactivo, de la muestra y de cada uno de las disoluciones, transferir a vasos de 250 ml.

12.1.8.2 Adicionar 0,5 ml de H2SO4 concentrado 2,5 N y 10 ml de disolución de K2S2O8 al 5 %.

12.1.8.3 Llevar a ebullición suave en una placa de calentamiento mínimo 1 hora.

12.1.8.4 Dejar enfriar a temperatura ambiente, transferir a matraz volumétrico, aforar a un volumen de 100 ml.

12.2 Análisis por aspiración directa:

12.2.1 Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica (inciso 10.1.1).

12.2.2 Leer las muestras según la secuencia especificada anteriormente.

12.2.3 Representar en una gráfica los valores de la curva de calibración y calcular los resultados cuantitativos.

12.3 Análisis por generador de hidruros:

12.3.1 Medición de mercurio:

12.3.1.1 Adicionar la cantidad necesaria de clorhidrato de hidroxilamina, mezclar hasta eliminar el color rosa (antes de la lectura en el equipo de generación de hidruros).

12.3.1.2 Calibrar el generador de hidruros según procedimiento del fabricante.

12.3.1.3 Analizar la muestra según procedimiento del fabricante.

12.3.1.4 Representar en una gráfica los valores de la curva de calibración y cuantificar.

NOTA 5: Enjuagar los vasos de reacción entre cada muestra con agua acidificada (HNO_3 al 5 %), secar perfectamente.

12.3.2 Medición de As y Se:

Precaución: El arsénico, el selenio y sus correspondientes hidruros son tóxicos. Tratar con cuidado.

12.3.2.1 Calibrar el generador de hidruros según recomendaciones del fabricante.

12.3.2.2 Representar en una gráfica los valores de la curva de calibración y cuantificar.

12.3.2.3 Si la muestra se diluyó o concentró antes de la digestión, considerar el factor adecuado.

13 CÁLCULOS

13.1 Calcular el coeficiente de correlación de la curva de calibración, debe ser mayor a 0,997.

13.2 Obtener la ecuación de la recta y calcular la concentración de las muestras por interpolación en la gráfica empleando la siguiente ecuación:

$$y = mX + b$$

Donde:

m es la pendiente
b es la ordenada al origen

13.3 Si se trabaja con el método de adición de estándares, obtener la gráfica, el coeficiente de correlación y el valor de la muestra sin añadir.

13.4 Reporte de resultados:

13.4.1 No reportar concentraciones de elementos por debajo del límite de cuantificación práctico.

13.4.2 Reportar todos los valores obtenidos de control de calidad y los resultados del análisis.

13.4.3 Reportar los resultados de análisis en mg/L con tres cifras significativas.

13.4.4 Sí se diluye la muestra, emplear la siguiente ecuación:

$$\mu g/L \text{ del metal en la muestra} = (A)(B)/C$$

Donde:

A es la concentración en μg/L del metal de la alícuota diluida a partir de la curva de calibración.
B es el volumen de aforo usado en la dilución (ml).
C es el volumen de la alícuota de la muestra (ml).

13.4.5 Para la medición del metal por generador de hidruros leer la concentración directamente en la curva de calibración en μg/L.

14 DESEMPEÑO DEL MÉTODO

14.1 Límite de detección: Se presentan en los incisos 18.1 y 18.2 (tablas 1 y 2)

14.2 Límite práctico de cuantificación: Debe ser cinco veces el límite de detección.

14.3 Intervalo de trabajo: Considerar los Límites Máximos Permisibles establecidos en la norma oficial mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005.

15 MANEJO DE RESIDUOS

15.1 La principal fuente de contaminación es la exposición a los vapores tóxicos corrosivos de las digestiones ácidas, por lo que el laboratorio debe contar con una buena ventilación.

15.2 Realizar todas las operaciones de digestión, preparación de disoluciones y muestras en la campana de extracción, además usar mascarillas con filtro de carbón activado.

15.3 Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

15.4 Almacenamiento: El laboratorio debe contar con áreas especiales, que tengan señalamientos adecuados, para almacenar temporalmente las disoluciones contaminadas con metales pesados.

15.5 Los desechos ácidos deben neutralizarse para su disposición final.

15.6 Todas las muestras que cumplan con las especificaciones establecidas en las normas oficiales mexicanas en materia de descargas de aguas residuales podrán descargarse a los cuerpos receptores.

16 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**.

17 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.

- NMX-Z/1-013-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.

- "Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry", Perkin Elmer, USA, 1982. (Métodos analíticos por espectrofotometría de absorción atómica, Perkin Elmer, EUA, 1982).

- Method 200.9, "Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry", Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, april 1991. (Método 200.9, "Determinación de trazas de elementos por Espectrofotometría de absorción atómica con horno de grafito y temperatura estabilizada, Agencia de Protección Ambiental, Departamento de Investigación y Desarrollo.)

- Method SW-846, "Test Methods for Evaluating Solid Waste", Metals Atomic Absorption Methods, Environmental Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response, Washington, D.C., November 1986. (Método SW-846, "Métodos de prueba para evaluación de residuos sólidos, Métodos de determinación de metales por absorción atómica, Agencia de Protección Ambiental, Departamento de residuos sólidos y respuesta a emergencia, Washington, D.C. noviembre de 1986).

- Method 1632, "Inorganic Arsenic in Water by Hydride Generation Flame AA", Environmental Protection Agency, Office of Science and Technology Engineering and Analysis Division, Washington, D.C., January 1996. (Método 1632, "Ársenico inorgánico en agua por generación de flama de hidruro AA2, Agencia de Protección Ambiental, Departamento de ciencia y división de análisis e ingeniería tecnológica, Washington, D.C., enero de 1996).

- Part 3000-Metals, "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", America Public Health Association, Washington, D.C. 20005, 19th Edition, 1995. (Partida 3000-Metales, "Métodos para el análisis de agua y agua residual", Asociación Americana de Salud Pública, Washington, D.C. 20005, 19ava. Edición, 1995).

- "Standard Test Method for Elements in Water by Metals Atomic Absorption Spectroscopy", American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, vol. 11.01 1994. "Métodos de prueba para la determinación de elementos en agua por Espectroscopía de absorción atómica de metales", Sociedad Americana para Pruebas y Materiales, EUA, Comité de normas ASTM, Filadelfia PA, vol. 11.01, 1994).

18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma no coincide con ninguna norma internacional, debido a que no existe norma internacional sobre el tema tratado al momento de su elaboración.

19 TABLAS

Tabla 1.- Condiciones de operación del espectrofotómetro de absorción atómica y límites de detección del método

Elemento	Longitud de onda (nm)	Sensibilidad mg/L	Gases de flama	LDM (mg/L)	LPC (mg/L)
Ba	553,6	0,40	N_2O/acetileno	0,10	0,50
Cd	228,8	0,025	Aire/acetileno	0,05	0,25
Cr	357,9	0,25	N_2O/acetileno	0,05	0,25
Ag	328,1	0,06	Aire/acetileno	0,06	0,3
Pb	217,0	0,5	aire/acetileno	0,1	0,5

Tabla 2.- Condiciones de operación del Generador de Hidruros y Límites de detección del método

Elemento	Longitud de onda (nm)	Flama	LDM (mg/L)	LPC (mg/L)
As	193,7	aire/acetileno	0,5	1,5
Hg	253,7	no requiere	0,02	0,06
Se	196,0	aire/acetileno	0,1	0,3

México, D.F., a 06 de diciembre de 2012

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.