

Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

**NORMA MEXICANA NMX-AA-60-1978,**  
**ANALISIS DE AGUA, DETERMINACION DE CADMIO.**

**PREFACIO**

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes organismos:

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.  
SUBSECRETARIA DE MEJORAMIENTO DEL AMBIENTE.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.  
CENTRO DE INVESTIGACION Y ENTRENAMIENTO PARA CONTROLAR LA CALIDAD DEL AGUA.
- CONFEDERACION DE CAMARAS INDUSTRIALES DE LOS ESTADOS UNIDOS MEXICANOS.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA TEXTIL.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

**NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-AA-60-1978**  
**ANALISIS DE AGUA, DETERMINACION DE CADMIO.**

**1.- OBJETIVO**

Esta Norma establece el método colorimétrico para determinar cadmio en agua.

**2.- CAMPO DE APLICACION**

Este método es aplicable en aguas naturales y residuales, para un límite de detección de 0.01 mg/l.

**3.- REFERENCIAS**

Esta Norma se complementa con las Normas Mexicanas en vigor siguientes:

- 3.1 NMX-AA-3 "Método de Muestreo en aguas residuales".
- 3.2 NMX-AA-14 "Método de Muestreo en cuerpos receptores superficiales".
- 3.3 NMX-BB-14 "Clasificación y Tamaños nominales para utensilios de Vidrio usados en laboratorio".
- 3.4 NOM-Z-1 "Magnitudes y Unidades de base del Sistema Internacional de unidades, SI".

**4.- PRINCIPIO**

El método se basa en la reacción del cadmio presente en el agua con la ditizona para dar un complejo de ditizonato de cadmio de color rojo, el cual se extrae con cloroformo y se cuantifica colorimétricamente a una longitud de onda de 515 nm.

**5.- REACTIVOS**

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico y deben almacenarse en recipientes de polietileno o de vidrio libre de cadmio, cuando se hable de agua debe entenderse agua bidestilada, desionizada y exenta de cadmio.

5.1 Acido clorhídrico (HCl) concentrado

5.2 Acido nítrico (HNO<sub>3</sub>), 1:1

5.3 Acido perclórico (HClO<sub>4</sub>), al 70%

5.4 Acido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) concentrado

5.5 Alcohol etílico (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), al 95%

5.6 Cloroformo (CHCl<sub>3</sub>)

5.7 Hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH) concentrado

5.8 Peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), al 30%

5.9 Tetracloruro de carbono (CCl<sub>4</sub>)

5.10 Solución de hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH), 1:99

5.11 Solución de hidróxido de sodio (NaOH), 1N.

Disolver 10 g de hidróxido de sodio en 250 ml de agua.

5.12 Solución de hidróxido de sodio 6 N.

Disolver 240 g de hidróxido de sodio en agua y aforar a 1 litro.

5.13 Solución de dimetilglioxima (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>).

Disolver 1 g de dimetilglioxima en 100 ml de alcohol etílico al 95%.

5.14 Solución concentrada de ditizona I, (C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>S).

5.14.1 Disolver 250 mg de cristales de ditizona en 50 ml de cloroformo.

5.14.2 Filtrar a través de papel filtro y lavar con dos o tres porciones de 15 ml de cloroformo.

5.14.3 Transferir el filtrado a un embudo de separación de 250 ml de capacidad y extraer con porciones sucesivas de hidróxido de amonio 1:99, hasta que desaparezca el color verde de la capa de cloroformo.

5.14.4 Desechar la capa de cloroformo y lavar los extractos combinados con cuatro porciones de 15 ml de cloroformo. Desechar los extractos de cloroformo.

5.14.5 Precipitar la ditizona por adición de 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, y agitar vigorosamente para neutralizar totalmente el amoniaco.

5.14.6 Extraer la ditizona precipitada con dos o tres porciones sucesivas de 25 ml de cloroformo y finalmente diluir a 250 ml con cloroformo los extractos combinados. Conservar en refrigeración.

5.15 Solución concentrada de ditizona II.

5.15.1 Disolver 125 mg de cristales de ditizona en 50 ml de cloroformo.

5.15.2 Filtrar a través de papel filtro y lavar con dos o tres porciones sucesivas de 15 ml de cloroformo.

5.16 Solución diluída de ditizona II.

Diluir 40 ml de la solución concentrada de ditizona II a 100 ml contetracloruro de carbono. Preparar cada vez que se vaya a usar.

5.17 Solución de tartrato de sodio y potasio ( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ).

5.17.1 Disolver 50 g de tartrato de sodio y potasio en 250 ml de agua.

5.17.2 Transferir a un embudo de separación de 500 ml, agitar con dos o tres porciones de 50 ml de solución de ditizona II en tetracloruro de carbono para eliminar las impurezas de metales presentes en el reactivo.

5.17.3 Remover la ditizona II y su producto de oxidación de color amarillo por extracciones sucesivas con porciones de 50 ml de cloroformo hasta que los extractos permanezcan incoloros.

5.17.4 Remover el cloroformo con extracciones sucesivas de dos a tres porciones de 50 ml de tetracloruro de carbono (esta solución debe prepararse cada vez que se vaya emplear.)

5.18 Solución patrón de cadmio.

5.18.1 Solución patrón concentrada de cadmio, (100  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ).

Disolver 100.0 mg de cadmio metálico puro en 20 ml de agua y 5 ml de ácido clorhídrico concentrado, aforar a 1000 ml con agua, 1 ml de esta solución equivale a 100  $\mu\text{g}$  de cadmio.

5.18.2 Solución patrón diluída de cadmio (2.5  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ).

5.18.2.1 Transferir 5.0 ml de la solución patrón concentrada de cadmio a un matraz Erlenmeyer de 250 ml.

5.18.2.2 Agregar 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y diluir a 200 ml con agua. 1 ml de esta solución equivale a 2.50  $\mu\text{g}$  de cadmio (esta solución debe prepararse cada vez que se vaya a usar).

## 6.- MATERIAL Y EQUIPO

6.1 Material común de laboratorio (ver 4.3).

6.2 Equipo de colorimétrico; se necesita uno de los siguientes:

6.2.1 Espectrofotómetro para usarse a una longitud de onda de 515 nm provisto de un paso de luz de 1 cm con celdas de 1 cm.

6.2.2 Fotocolorímetro de filtro equipado con filtro verde para usarse a una longitud de onda de 515 nm, provisto de un paso de luz de 1 cm. Equipado con sus celdas correspondientes.

6.3 Potenciómetro y/o papel indicador de pH.

## 7.- MUESTREO Y CONSERVACION DE MUESTRAS

La muestra se debe coleccionar en frascos de polietileno y preservarse añadiendo ácido nítrico diluido 1:1 hasta neutralización, y adicionar un exceso de 5 ml de ácido nítrico concentrado por litro de muestra.

## 8.- INTERFERENCIA

La mayor interferencia resulta cuando se tienen cantidades elevadas de zinc (relación zinc-cadmio mayor de 500:1) que reducen la posibilidad de extraer las trazas de cadmio y generar resultados bajos.

De otra manera se pueden determinar cantidades de cadmio de 2.5 a 25 µg en presencia de 0.25 mg de cada uno de los siguientes metales: cobre, cobalto y zinc y de 2.5 mg de acetato, aluminio, antimonio, arsénico, bismuto, cromo, cianuro, hierro, plomo, manganeso, mercurio, níquel, fosfato, plata, sulfato, tartrato, tiocianato, tiosulfato, estaño y otros iones comunes.

## 9.- PROCEDIMIENTO

### 9.1 Preparación de la curva de Calibración.

9.1.1 Colocar en una serie de embudos de separación de 125 ml (color ámbar), los volúmenes de solución patrón diluida de cadmio indicados en la Tabla No. 1.

**TABLA No. 1**

VOLÚMENES PARA LA CURVA DE CALIBRACION	
Solución patrón diluida de cadmio de 2.5 µg/ml (ml)	Contenido de cadmio (mg)
0.1	0.0000
1.0	0.0025
2.0	0.0050
4.0	0.0100
6.0	0.0150
8.0	0.0200
10.0	0.0250

9.1.2 Diluir entre 15 a 20 ml con agua, agregar 10 ml de solución de tartrato de sodio y potasio y 4.2 ml de hidróxido de sodio 6N. Continuar con los pasos 9.3.11 a 9.3.20 de la determinación de cadmio en la muestra.

9.1.3 Transferir una porción adecuada de cada solución final a una celda de absorción de 1 cm y medir su absorbancia a 515 nm. Usar como referencia tetracloruro de carbono a un blanco preparado con 20 ml de agua y proseguir según 9.1.2.

Nota: Si el tetracloruro de carbono se usa como referencia, corregir las lecturas de absorbancia de los patrones restando la absorbancia del blanco.

9.1.4 Gratificar los valores de absorbancia corregidos contra los µg de cadmio.

### 9.2 Tratamiento de la muestra.

9.2.1 Tomar un volumen de muestra según el contenido de cadmio esperado de acuerdo a la Tabla No. 2

**TABLA No. 2**

**MUESTRA PARA ANALISIS**

Contenido de cadmio esperado. (mg/l)	Volumen de muestra recomendable. (ml)
<1	1000
1	1000
1 - 10	100
10 - 100	10
100 - 1000	1

Nota: Cuando se tienen contenidos bajos de cadmio (<1 mg/l) es recomendable concentrar la muestra evaporando en un mismo vaso, porciones de 250 ml hasta obtener un volumen final de 15 a 20 ml.

#### 9.2.2 Digestión con ácido nítrico-ácido sulfúrico (Para muestras con materia orgánica fácil de oxidar).

9.2.2.1 Acidificar al anaranjado de metilo a un pH menor de 4.2 con ácido sulfúrico concentrado, agregar 5 ml de ácido nítrico concentrado y 2 ml de peróxido de hidrógeno al 30%.

9.2.2.2 Evaporar en baño maría o en placa de calentamiento hasta tener un volumen aproximado de 15 a 20 ml, cubrir el recipiente con un vidrio de reloj.

9.2.2.3 Transferir completamente el contenido del recipiente a un matraz Erlenmeyer de 125 ml, enjuagar con 5 ml de ácido nítrico concentrado.

9.2.2.4 Agregar al matraz unas perlas de vidrio y 10 ml de ácido sulfúrico concentrado.

9.2.2.5 Evaporar en una parrilla o placa de calentamiento, bajo campana de extracción, hasta que aparezcan humos densos blancos de anhídrido sulfúrico en el matraz, y no calentar más allá de este punto. Si no se ha clarificado la solución, agregar 10 ml más de ácido nítrico y repetir la evaporación a humos blancos de anhídrido sulfúrico (ver apéndice 11.1).

9.2.2.6 Enfriar la solución a temperatura ambiente y diluir con agua cuidadosamente hasta tener un volumen cercano a 50 ml.

9.2.2.7 Calentar en una placa de calentamiento casi a ebullición para disolver las sales solubles y filtrar a través de un crisol Gooch provisto de un disco de fibra de vidrio o en un crisol de vidrio de fondo poroso.

9.2.2.8 Transferir el filtrado a un matraz volumétrico de 100 ml y enjuagar el filtro con dos porciones de 5 ml de agua y aforar. Continuar a partir de 9.3.

#### 9.2.3 Digestión con ácido nítrico-ácido perclórico (para muestras con materia orgánica difícil de oxidar).

9.2.3.1 Acidificar al anaranjado metilo a un pH menor de 4.2 con ácido nítrico y agregar un exceso de 5 ml procediendo según 9.2.2.2. a 9.2.2.5.

9.2.3.2 Enfriar y adicionar 5 ml de ácido nítrico, 1:1, 10 ml de ácido perclórico al 70%, unas perlas de vidrio y evaporar en baño maría hasta desprendimiento de humos. Continuar como se indica en 9.2.2.6 a 9.2.2.8.

Nota: Evitar llevar a sequedad debido al peligro de explosión.

#### 9.3 Determinación de cadmio en la muestra.

9.3.1 Tomar una alícuota de la muestra digerida, que contenga de 25 a 200  $\mu\text{g}$  de cadmio y colocarla en un vaso de precipitados de 150 ml.

9.3.2 Agregar 0.2 ml de ácido clorhídrico concentrado para precipitar la plata presente en la muestra, agitar y dejar reposar por 2 minutos.

9.3.3 Filtrar si es necesario y lavar con agua. Al filtrado y los lavados agregar 5 ml de la solución de tartrato de sodio y potasio y ajustar a un pH de 2 con ácido clorhídrico concentrado o hidróxido de amonio concentrado.

9.3.4 Transferir la solución a un embudo de separación de 125 ml, y efectuar tres extracciones con porciones de 5 ml de solución de ditizona Y en cloroformo hasta que la capa de ditizona permanezca verde. Agitar vigorosamente en cada extracción y desechar los extractos.

9.3.5 Lavar con porciones de 10 ml de cloroformo hasta que la capa orgánica permanezca incolora, desechar los lavados. Finalmente lavar con una porción de 5 ml de tetracloruro de carbono y desechar los lavados.

9.3.6 Transferir la solución acuosa a un vaso de precipitados de 150 ml y añadir 5 ml de solución de tartrato de sodio y potasio.

9.3.7 Ajustar el pH de la solución a 8.5 - 9.0, adicionando hidróxido de amonio concentrado.

9.3.8 Agregar 5 ml de la solución de dimetil-glioxima y agitar vigorosamente durante 30 segundos.

9.3.9 Extraer con tres o más porciones de 10 ml de cloroformo hasta la desaparición de cualquier precipitado blanco de dimetil glioxima en exceso.

Desechar los extractos.

9.3.10 Lavar la capa acuosa con 5 ml de tetracloruro de carbono y desechar el lavado.

9.3.11 Agregar 4.2 ml de hidróxido de sodio 6N al embudo de separación y mezclar. En seguida adicionar 5 ml de solución de ditizona II en tetracloruro de carbono y agitar vigorosamente.

9.3.12 Transferir la capa de tetracloruro de carbono a un embudo de separación limpio de color ámbar.

9.3.13 Extraer la capa acuosa con una segunda porción de 5 ml de solución de ditizona II en tetracloruro de carbono y combinar las capas orgánicas.

9.3.14 Continuar extrayendo con porciones de 3 ml de solución de ditizona II en tetracloruro de carbono hasta que los extractos orgánicos permanezcan incoloros o ligeramente amarillos y agregar estos extractos a los anteriores.

9.3.15 Lavar 2 veces los extractos orgánicos combinados con porciones de 10 ml de hidróxido de sodio 1N y 10 ml de agua, y finalmente con 20 ml de agua. Desechar la capa acuosa en cada paso.

9.3.16 Filtrar la solución roja del complejo de ditizonato de cadmio a través del papel filtro Whatman No. 5 o similar y colocar el filtrado en un matraz volumétrico de 25 ml.

9.3.17 Lavar el papel filtro con una porción de tetracloruro de carbono.

9.3.18 Aforar con tetracloruro de carbono y mezclar bien.

Nota: es recomendable que el material que se maneje sea de color ámbar o de actínica baja, se pueden proteger los embudos de separación y el matraz volumétrico cubriéndolos con papel aluminio, evitando la exposición del extracto a la luz.

9.3.19 Transferir una porción adecuada de la solución de tetracloruro de carbono a una celda de absorción de 1 cm.

9.3.20 Leer la absorbancia de esta solución dentro de los primeros 15 minutos siguientes a la extracción, a una longitud de onda de 515 nm usando tetracloruro de carbono puro como líquido de referencia.

## 10.- CALCULOS

10.1. Las concentraciones de cadmio se calculan por medio de la siguiente fórmula.

- a. Cálculo directo.  
$$\text{mg/l de Cd} = A/B \times 1000$$
- b. Cálculo por dilución.  
$$\text{mg/l de Cd} = (A/B \times 1000) \times 100/C$$

Donde:

- A = Contenido de cadmio leído en la curva de calibración, en mg.  
B = Volumen de muestra, en ml.  
C = Volumen de la alícuota, en ml.  
1000 = Factor de conversión.  
100/C = Factor de dilución.

## 11.- APENDICE

11.1 Se debe tener la seguridad de la eliminación total del ácido nítrico, identificado por la claridad de la solución y por la ausencia de humos rojizos en el matraz.

## 12.- BIBLIOGRAFIA

12.1 Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 14th Ed. 1975 Págs. 182 - 185 APHA, AWWA, WPCF. Washington, D.C.. 1976.

12.2 Reglamento para la Prevención y Control de la Contaminación de Aguas. México, D.F. 1973.

## 13.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

No concuerda con ninguna por no existir sobre el tema.