

Fuente : Diario Oficial de la Federación

NOM-117-SSA1-1994

NORMA OFICIAL MEXICANA, BIENES Y SERVICIOS.

METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE CADMIO, ARSENICO, PLOMO, ESTAÑO, COBRE, FIERRO, ZINC Y MERCURIO EN ALIMENTOS, AGUA POTABLE Y AGUA PURIFICADA POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

JOSE MELJEM MOCTEZUMA, Director General de Control Sanitario de Bienes y Servicios, por acuerdo del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 3o. fracción XXII y XXIV, 13 fracción I, 194 fracción I, de la Ley General de Salud; 3o. fracción XI, 38 fracción II, 40 fracción I, VI, VIII, XI y XIII, 41, 43, y 47 fracción IV de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracción IV y 13 fracción I del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud; y los aplicables del Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios, y

CONSIDERANDO

Que con fecha 28 de abril de 1994, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización la Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, el Anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

Que con fecha 15 de agosto de 1994, en cumplimiento del acuerdo del Comité y lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el Diario Oficial de la Federación el Proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana a efecto que dentro de los siguientes noventa días naturales posteriores a dicha publicación, los interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario.

Que en fecha previa, fueron publicadas en el Diario Oficial de la Federación las respuestas a los comentarios recibidos por el mencionado Comité, en términos del artículo 47 fracción III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Que en atención a las anteriores consideraciones, contando con la aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, se expide la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-117-SSA1-1994, BIENES Y SERVICIOS. METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE CADMIO, ARSENICO, PLOMO, ESTAÑO, COBRE, FIERRO, ZINC Y MERCURIO EN ALIMENTOS, AGUA POTABLE Y AGUA PURIFICADA POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron los siguientes organismos e instituciones:

SECRETARIA DE SALUD

Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios
Laboratorio Nacional de Salud Pública

SECRETARIA DE AGRICULTURA, GANADERIA Y DESARROLLO RURAL

Centro Nacional de Parasitología Animal
Comisión Nacional del Agua

PROCURADURIA FEDERAL DEL CONSUMIDOR

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA

Unidad Iztapalapa

LABORATORIO FERMI, S.A.

LABORATORIO ICCABI, S.A. DE C.V.

INDUSTRIAS VINICOLAS PEDRO DOMECQ, S.A. DE C.V.

SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACION Y CERTIFICACION, S.C.

NORMEX

INDICE

0 INTRODUCCION
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION
2 FUNDAMENTO
3 DEFINICIONES
4 SIMBOLOS Y ABREVIATURAS
5 REACTIVOS Y MATERIALES
6 APARATOS E INSTRUMENTOS
7 PREPARACION DE LA MUESTRA
8 PROCEDIMIENTO
9 EXPRESION DE RESULTADOS
10 INFORME DE LA PRUEBA
11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES
12 BIBLIOGRAFIA
13 OBSERVANCIA DE LA NORMA
14 VIGENCIA

0. Introducción

La presencia de ciertos elementos químicos en alimentos, bebidas, agua potable y agua purificada, constituye un serio problema para la salud del hombre debido a su toxicidad.

1. Objetivo y campo de aplicación

1.1. Esta Norma Oficial Mexicana establece los métodos de prueba de espectrometría de absorción atómica para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio presentes en alimentos, bebidas, agua purificada y agua potable.

1.2. Esta Norma Oficial Mexicana es de observancia obligatoria en el territorio nacional para las personas físicas o morales que requieran efectuar este método en productos nacionales o de importación, para fines oficiales.

2. Fundamento

El método de absorción atómica se basa en hacer pasar un haz de luz monocromática de una frecuencia tal que puede ser absorbido por el analito que se encuentra presente en forma de vapor atómico. La medida de la intensidad luminosa antes y después de su paso por el vapor atómico permite determinar el porcentaje de absorción.

La cantidad de absorción aumenta con la concentración de los átomos en el medio absorbente, es decir, la medida de la absorción aumenta con la concentración del elemento en la muestra, ya sea que esté en su condición original o sujeta a pretratamiento.

3. Definiciones

Para fines de esta Norma se entiende por:

3.1 Blanco de calibración del instrumento, es la solución del ácido usado como diluyente.

3.2 Blanco de reactivos, es la solución que contiene todos los reactivos usados en los mismos volúmenes y concentraciones en el procesamiento de la muestra. Este blanco debe seguir los pasos de digestión y preparación de la muestra.

3.3 Blanco de reactivos fortificado, es la solución que se prepara a partir de una alícuota del blanco de reactivos, añadiendo una alícuota de la solución estándar concentrada "solución madre", para dar una concentración final que produzca una absorbancia aceptable (aproximadamente 0,1) para el analito. El blanco de reactivos fortificado debe seguir el mismo esquema de digestión y preparación de la muestra.

3.4 Espectrometría, es una rama de la espectroscopia relacionada con la medición de espectros.

3.5 Espectrometría de absorción atómica, es una rama del análisis instrumental en el cual un elemento es atomizado en forma tal que permite la observación, selección y medida de su espectro de absorción.

3.5.1 Espectrometría de absorción atómica por flama, es el método por el cual el elemento se determina mediante un espectrómetro de absorción atómica, usado en conjunto con un sistema de nebulización y una fuente de atomización.

La fuente de atomización es un quemador que utiliza diferentes mezclas de gases, las más frecuentes son aire-acetileno y óxido nitroso-acetileno.

3.5.2 Espectrometría de absorción atómica por horno de grafito, es el método mediante el cual el elemento se determina por un espectrómetro de absorción atómica, usado en conjunto con un horno de grafito. El principio es esencialmente el mismo que en absorción atómica de aspiración directa en flama, excepto que se usa un horno en lugar de la flama para atomizar la muestra.

3.5.3 Espectrometría de absorción atómica por generación de hidruros, es un método similar al del vapor frío. Las muestras reaccionan en un dispositivo externo con un agente reductor, generalmente borohidruro. Los productos gaseosos de reacción se llevan a una celda de muestreo que se encuentra en el paso óptico del espectrómetro de absorción atómica, en este caso, los productos de reacción son hidruros volátiles. Estos compuestos moleculares no son capaces de dar una señal de absorción atómica, por lo tanto la celda se calienta para disociar el hidruro gaseoso en átomos libres. Cuando el hidruro gaseoso se disocia en la celda calentada en átomos libres, la absorción atómica crece y cae a medida que se crean los átomos y escapan de la celda de absorción. Se mide el máximo de absorción o altura de pico, como señal analítica. Los elementos que se pueden determinar con esta técnica son: As, Bi, Ge, Pb, Sb, Se, Te y Sn.

3.5.4 Espectrometría de absorción atómica por vapor frío, este método es otra aproximación para mejorar la sensibilidad de la absorción atómica, optimizando la eficiencia de muestreo en el quemador de pre-mezcla, en donde el mercurio se reduce químicamente al estado atómico libre haciendo reaccionar la muestra con un reductor fuerte (cloruro estanoso o borohidruro de sodio) en un recipiente de reacción cerrado. El mercurio volátil libre se arrastra del matraz de reacción burbujeando aire o nitrógeno a través de la solución. Los átomos del mercurio que se arrastran son transportados a una celda de absorción que se coloca en el paso de luz del espectrómetro de absorción atómica. A medida que los átomos de mercurio pasan por la celda de muestreo, la absorbancia medida se incrementa indicando el aumento de concentración en el paso de luz.

3.6 Espectroscopia, es una área de la física y la química dedicada al estudio de la generación, medición e interpretación de los espectros de energía (electromagnético o partícula) que resulta ya sea de la emisión o absorción de energía radiante o partículas de una sustancia cuando se le bombardea con radiación electromagnética, electrones, neutrones, protones, iones o bien por calentamiento, excitación con un campo eléctrico magnético, usada para investigar estructura nuclear y atómica.

3.7 Método de adiciones estándar, es el que implica la preparación de estándares en la matriz de la muestra, añadiendo cantidades conocidas de un estándar a una o más alícuotas de la muestra y que compensa los efectos de exaltación o depresión de la señal del analito, pero no corrige interferencias aditivas que causan una desviación de la línea de base y en la cual los resultados obtenidos son válidos si:

La curva analítica es lineal.

La forma química del analito es la misma que en la muestra.

El efecto de interferencia es constante en el intervalo de trabajo.

La señal se corrige por interferencia aditiva.

3.8 Muestra de control de calidad, es una muestra externa al laboratorio, que contiene una alícuota de concentración conocida del analito, cuyos valores de absorbancia deben estar comprendidos en el rango lineal del método.

3.9 Muestra fortificada, es la muestra a la cual se le adiciona una alícuota de concentración conocida del analito, diluida en el ácido apropiado de tal forma que la solución resultante tenga una absorbancia de 0,1 aproximadamente.

4. Símbolos y abreviaturas

Cuando en esta Norma se haga referencia a los siguientes símbolos y abreviaturas se entiende por:

As	arsénico
Bi	bismuto
Cd	cadmio
Cu	cobre
Fe	hierro
Ge	germanio
Hg	mercurio
Pb	plomo
Sb	antimonio

Se	selenio
Sn	estaño
Te	teluro
Zn	zinc
µmho	micromho
°C	grados Celsius
%	por ciento
lb	libra
g	gramo
cm	centímetro
kg	kilogramo
mg	miligramo
l	litro
ml	mililitro
µg	microgramo
seg	segundo
rpm	revoluciones por minuto
nm	nanómetro
RA	reactivo analítico
N	normal
M	molar
p	peso
v	volumen
/	por
LDI	límite de detección del instrumento
MCC	muestra de control de calidad
LDM	límite de detección del método
No.	número

5. Reactivos y materiales

5.1 Reactivos

Soluciones estándares de referencia certificadas de cada uno de los metales.

Agua, debe ser destilada deionizada, con un grado máximo de conductividad de 1 µmho/cm a 25°C.

Acido nítrico (densidad específica 1,41), grado suprapuro.

Acido nítrico (densidad específica 1,41), contenido de mercurio muy bajo.

Acido perclórico (densidad específica 1,67), grado suprapuro.

Acido clorhídrico (densidad específica 1,19), grado suprapuro.

Acido sulfúrico (densidad específica 1,84), grado suprapuro.

Acido sulfúrico 1 N a partir de la solución grado suprapuro.

Acido nítrico 65% v/v grado RA.

Peróxido de hidrógeno (densidad específica 1,12).

Hidróxido de sodio granalla reactivo RA.

Aire comprimido seco y limpio.

Gases: acetileno, óxido nitroso, argón y nitrógeno, grado absorción atómica.

Solución de Nitrato de Magnesio hexahidratado al 7% p/v. Disolver 70 g de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ en 1000 ml de HCl 1

N.

Acido clorhídrico 1 N. Diluir 8,3 ml de HCl y llevar a 100 ml de agua.

Acido nítrico al 50% v/v. Diluir 50 ml de HNO_3 al 65% v/v grado suprapuro en 50 ml de agua.

Acido clorhídrico 8 M. Diluir 66,0 ml de HCl y llevar a 100 ml con agua.

Acido clorhídrico 0,5 N. Diluir 4,15 ml de HCl y llevar a 100 ml con agua.

Solución de Yoduro de Potasio al 15% p/v. Disolver 15 g de KI en 100 ml de agua (esta solución debe prepararse en el momento de usarse).

Solución de Yoduro de Potasio al 20% p/v. Disolver 20 g de KI en 100 ml de agua (esta solución debe prepararse en el momento de usarse).

Solución de Cloruro de Potasio (10 mg/ml de K). Disolver 1,91 g de KCl en agua y diluir a 100 ml con agua.

Solución de Nitrato de Magnesio al 50% p/v. Disolver 50 g de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ en 100 ml de agua.

Solución de ácido clorhídrico al 1,5% p/v. Diluir 1,5 ml de HCl en 100 ml de agua destilada deionizada.

Solución de hidróxido de sodio al 1% p/v. Pesar 1 g de hidróxido de sodio y diluir a 100 ml con agua destilada deionizada.

Solución de borohidruro de sodio al 4% p/v en solución de hidróxido de sodio al 1% p/v. Pesar 4 g de borohidruro de sodio en 100 ml de una solución de hidróxido de sodio al 1% p/v. Filtrar al vacío.

Solución reductora para mercurio. Mezclar 50 ml de ácido sulfúrico concentrado con aproximadamente 300 ml de agua. Enfriar a temperatura ambiente y disolver 15 g de cloruro de sodio, 15 g de sulfato o cloruro de hidroxilamina y 25 g de cloruro o sulfato estano en solución. Diluir a 500 ml.

Solución de dilución para mercurio. En un matraz de 1 l, conteniendo de 300 a 500 ml de agua destilada deionizada, agregar 58 ml de ácido nítrico concentrado de muy baja concentración de mercurio y 67 ml de ácido sulfúrico concentrado. Diluir al volumen con agua.

Solución de trabajo de As de 1 $\mu g/ml$. Diluir 1 ml de la solución patrón de 1000 $\mu g/ml$ a 1 l con ácido sulfúrico 1N preparada a partir de la solución grado suprapuro. Preparar fresca cada día.

5.2 Materiales

Matraces Kjeldahl de 500 ml y 800 ml.

Sistema de reflujo con refrigerante.

Crisoles Vycor de 40 a 50 ml de capacidad.

Crisoles de platino de 40 a 50 ml de capacidad.

Matraces Erlenmeyer de diferentes capacidades.

Matraces volumétricos de diferentes capacidades.

Matraces redondos de fondo plano de 50 ml.

Bombas Parr.

Micropipetas o pipetas de Eppendorf de diferentes capacidades.

Puntas de plástico para micropipetas.

Papel filtro Whatman N° 2.

Perlas de ebullición.

Varillas de plástico.

Tubos de ensayo graduados de propilen o propileno de 15 ml.

Recipientes de propilen o propileno.

Embudos de filtración de diferentes capacidades.

Material común de laboratorio.

Todo el material utilizado debe someterse a lavado de acuerdo con las siguientes instrucciones.

El jabón que se use debe ser de preferencia neutro.

Enjuagar perfectamente con agua corriente.

Sumergir el material de vidrio o plástico en un recipiente (de preferencia plástico) que contenga una solución de ácido nítrico grado RA al 30 %.

Dejarlo tapado y reposando por un lapso de 24 horas.

Quitar el exceso de ácido nítrico con varios enjuagues (5 o 6 veces) con agua deionizada.

Dejar escurrir y secar.

Guardar en cuanto esté seco para evitar contaminación por partículas en el aire.

6. Aparatos e instrumentos

6.1 Aparatos

Lámparas de cátodo hueco o de descarga sin electrodos para determinar arsénico, cadmio, cobre, estaño, fierro, mercurio, plomo y zinc.

Fuente de radiofrecuencia en caso de usar lámparas de descarga.

Automuestreador y recirculador de agua.

Placa de calentamiento con regulador que alcance una temperatura de 400 a 450 °C.

Horno de microondas.

Autoclave que alcance $121 \pm 5^{\circ}\text{C}$ o 15 lb de presión.

Centrífuga de laboratorio capaz de mantener 1600 rpm.

6.2 Instrumentos

Los instrumentos que a continuación se indican deben estar calibrados y ajustados antes de su operación.

Espectrómetro de absorción atómica equipado con los accesorios para flama, horno de grafito, generador de hidruros o vapor frío, dependiendo del método a seguir.

Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg.

Mufla capaz de mantener una temperatura de $550 \pm 10^{\circ}\text{C}$.

Horno de calentamiento (estufa) con intervalo de temperatura de $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

7. Preparación de la muestra

7.1 Digestión para la determinación de Cd, Cu, Fe, Pb y Zn.

7.1.1 Digestión por vía húmeda.

7.1.1.1 Pesar con precisión de $\pm 0,1$ mg, una cantidad apropiada de muestra.

Para la determinación por el método de absorción por flama pesar como máximo 40 g de jugo o bebida, 20 g de alimentos que contengan del 50 al 75% de agua y 10 g de alimentos sólidos o semisólidos. Limite el contenido de grasa o aceite a un máximo de 4 g y el total de materia orgánica a 5 g.

7.1.1.2 Añadir 10 ml de ácido nítrico concentrado y dejar reposar toda la noche o iniciar directamente la digestión.

7.1.1.3 Usar matraz de Kjeldhal o matraz conectado al sistema de refrigerantes.

7.1.1.4 Calentar suavemente.

7.1.1.5 Digerir la muestra 3 horas o más tiempo si es necesario (algunas muestras requieren la adición de mayor cantidad de ácido nítrico) hasta la aparición del color traslúcido, si queda ámbar, adicionar peróxido de hidrógeno gota a gota con agitación continua (reacción exotérmica).

7.1.1.6 Enfriar.

7.1.1.7 Recuperar, filtrar y llevar a un volumen conocido en matraz volumétrico.

7.1.1.8 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.1.1.9 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica por flama u horno de grafito).

7.1.2 Digestión por vía seca.

7.1.2.1 Pesar con precisión de $\pm 0,1$ mg, una cantidad apropiada de muestra.

Para la determinación por el método de absorción por flama pesar como máximo 40 g de jugo o bebida, 20 g de alimentos que contengan del 50 al 75% de agua y 10 g de alimentos sólidos y semisólidos. Limite el contenido de grasa o aceite a un máximo de 4 g y el total de materia orgánica a 5 g.

7.1.2.2 Añadir 10 ml de ácido nítrico concentrado y dejar reposar toda la noche o iniciar directamente la digestión. En productos con alta concentración de proteínas adicionar una solución de nitrato de magnesio al 7,0% p/v y mezclar completamente, llevar a sequedad aproximadamente durante 6 horas en estufa a una temperatura de 90 a 95°C .

7.1.2.3 Colocar la muestra en una mufla y elevar la temperatura lentamente de 2 a 4°C por minuto hasta 350°C . Mantener la temperatura hasta que cesen los humos.

7.1.2.4 Elevar gradualmente la temperatura de 500 a 550°C para evitar que la muestra se incinere y mantener esa temperatura durante 16 horas o toda la noche.

7.1.2.5 Apagar la mufla y dejar enfriar.

7.1.2.6 Un segundo paso de calcinación puede ser requerido para remover algunos residuos de carbón, mediante el siguiente procedimiento:

Lavar las paredes del crisol con 2 ml de ácido nítrico al 50%. Colocar la muestra en una placa de calentamiento puesta a 120°C para remover el exceso de ácido. Colocar la muestra en una mufla fría y elevar la temperatura gradualmente de 500 a 550°C , manteniéndola por el tiempo necesario. Repetir este procedimiento cuantas veces sea necesario hasta que quede libre de carbón remanente.

7.1.2.7 Disolver las cenizas completamente en 5 ml de ácido clorhídrico 1N, transferir la muestra disuelta a un tubo de propileno o a un matraz de volumen conocido, enjuagar el crisol con dos alícuotas de 5 ml de ácido clorhídrico 1 N y transferir al mismo tubo o matraz para obtener un volumen de 15 ml en el primero y llevar al aforo en el segundo, tapar y mezclar, si existe presencia de partículas o materia insoluble, filtrar en papel Whatman No. 2, antes de la determinación.

7.1.2.8 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.1.2.9 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica: flama u horno de grafito).

7.2 Digestión por vía húmeda para la determinación de Sn.

7.2.1 Proceder igual que en el punto 7.1.1.1.

7.2.2 No adicionar ácido nítrico si no se lleva cabo la digestión total en el mismo día.

7.2.3 Adicionar 30 ml de ácido nítrico concentrado al matraz y calentar suavemente por 15 minutos en campana para iniciar la digestión, evitando una excesiva producción de espuma.

7.2.4 Hervir suavemente hasta tener un remanente de 3 a 6 ml o hasta que la muestra empiece a secarse en el fondo. No dejar que la muestra se calcine.

7.2.5 Retirar la muestra del calor.

7.2.6 Al mismo tiempo correr dos blancos de reactivos.

7.2.7 Adicionar 25 ml de ácido clorhídrico concentrado, calentar suavemente durante aproximadamente 15 minutos, hasta que todo el cloro sea liberado. Aumentar la temperatura gradualmente hasta ebullición.

7.2.8 Evaporar hasta obtener de 10 a 15 ml, usando un matraz similar con 15 ml de agua como patrón de volumen.

7.2.9 Adicionar aproximadamente 40 ml de agua.

7.2.10 Agitar y pasar a un matraz de 100 ml y enjuagar con 10 ml de agua.

7.2.11 Cuando el ácido clorhídrico está presente en la digestión, las muestras se pueden quedar toda la noche o por más tiempo.

7.2.12 Agregar 1 ml de solución de cloruro de potasio en cada matraz.

7.2.13 Enfriar a temperatura ambiente.

7.2.14 Diluir con agua y agregar más agua para compensar el volumen de grasa en el matraz.

7.2.15 Mezclar perfectamente y filtrar de 30 a 50 ml a través de un papel filtro Whatman No. 2 y recoger el filtrado en un recipiente de propileno, polipropileno o polietileno.

7.2.16 No filtrar los blancos. Tapar las botellas durante el análisis. Las soluciones son estables por varios meses.

7.2.17 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.2.18 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica: flama u horno de grafito).

7.3 Digestión por vía húmeda para la determinación de Hg.

7.3.1 Sistema de reflujo.

7.3.1.1 Pesar con precisión de $\pm 0,1$ mg, la cantidad apropiada de muestra, dependiendo el tipo de ésta, en un matraz de digestión y adicionar perlas de ebullición.

7.3.1.2 Conectar el matraz al sistema de reflujo y agregar poco a poco la cantidad necesaria de ácido nítrico concentrado y calentar durante media hora o hasta que no se observen cambios en la digestión.

7.3.1.3 Dejar enfriar y agregar una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico concentrados (1 + 1).

7.3.1.4 Calentar y agregar más ácido nítrico gota a gota sobre las paredes del recipiente, hasta que el color oscuro de la solución desaparezca.

7.3.1.5 Enfriar.

7.3.1.6 Si existe grasa o cera filtrar la solución.

7.3.1.7 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.3.1.8 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica de vapor frío).

7.3.2 Sistema cerrado.

7.3.2.1 Pesar con precisión de $\pm 0,1$ mg, la cantidad apropiada de muestra, dependiendo el tipo de ésta, en el recipiente de digestión.

7.3.2.2 Agregar la cantidad necesaria de ácido nítrico concentrado.

7.3.2.3 Tapar y sellar perfectamente el recipiente de digestión.

7.3.2.4 Si el recipiente de digestión es un matraz Erlenmeyer, colocar éste en una autoclave a 15 lb por 30 minutos. Si se utiliza bomba Parr, calentar en parrilla controlando la temperatura a un máximo de 300°C por 30 minutos.

7.3.2.5 Enfriar a temperatura ambiente.

7.3.2.6 En caso de que la digestión no sea completa adicionar peróxido de hidrógeno y repetir la digestión.

7.3.2.7 Filtrar en caso de que exista grasa o cera y analizar el contenido de Hg.

7.3.2.8 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.3.2.9 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica de vapor frío).

7.4 Digestión para la determinación de As.

7.4.1 Digestión por vía húmeda-seca.

7.4.1.1 Proceder como en el punto 7.3.2 hasta que la digestión sea completa y posteriormente continuar con los siguientes pasos.

7.4.1.2 Con una pipeta tomar una alícuota de la solución de muestra digerida y colocarla en un crisol Vycor o vaso de precipitados.

7.4.1.3 Añadir 1 ml de solución de nitrato de magnesio al 7% p/v y calentar en una parrilla a temperatura baja, hasta sequedad.

7.4.1.4 Incrementar el calor de la placa a un máximo de 375°C.

7.4.1.5 Colocar el matraz en la mufla a 450°C para oxidar cualquier residuo de carbón y descomponer el exceso de nitrato de magnesio, por un tiempo mayor o igual a 30 minutos.

7.4.1.6 Enfriar y disolver el residuo en 2,0 ml de ácido clorhídrico 8 M.

7.4.1.7 Añadir 0,1 ml de yoduro de potasio al 20% p/v para reducir el As(V) a As(III).

7.4.1.8 Dejar reposar por un tiempo mayor a 2 minutos y transferir a un matraz y llevar al aforo con agua.

7.4.1.9 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.4.1.10 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica con adaptación para horno de grafito o generador de hidruros).

7.4.2 Digestión por vía seca.

7.4.2.1 Pesar con precisión de $\pm 0,1$ mg, la cantidad necesaria de muestra en un crisol Vycor o de platino.

7.4.2.2 Añadir el volumen necesario de nitrato de magnesio al 50% p/v.

7.4.2.3 Homogeneizar con una varilla limpia de plástico extendiendo la mezcla en el crisol.

7.4.2.4 Colocar la muestra en una mufla subiendo gradualmente la temperatura hasta 300°C por 2 horas. Posteriormente subir gradualmente la temperatura hasta 500°C por 16 horas o durante toda la noche.

7.4.2.5 Enfriar a temperatura ambiente y humedecer las cenizas con ácido nítrico al 50% v/v.

7.4.2.6 Calentar en parrilla hasta la eliminación del ácido.

7.4.2.7 Llevar los crisoles a una mufla elevando gradualmente la temperatura de 23 a 500°C, manteniendo ésta 30 min hasta evaporación total.

7.4.2.8 Transferir las cenizas del crisol a un matraz aforado usando una porción de 10 ml de ácido clorhídrico 0,5 N.

7.4.2.9 Enjuagar los crisoles con 5 ml de agua destilada y transferir al matraz, añadir 1 ml de solución de yoduro de potasio al 15% y mezclar.

7.4.2.10 Dejar reposar durante 15 minutos y llevar al aforo.

7.4.2.11 Correr un blanco de reactivos y muestra fortificada por cada serie de digestión.

7.4.2.12 Leer en el aparato de elección (espectrómetro de absorción atómica con adaptación para horno de grafito o generador de hidruros).

7.5 Digestión para la determinación de Cd, As, Pb, Sn, Cu, Fe, Zn y Hg por horno de microondas.

Pesar con precisión de $\pm 0,1$ mg, 0,500 g como máximo de muestra, añadir 6 ml de ácido nítrico concentrado y 2 ml de agua oxigenada al 30%, cerrar perfectamente el envase de reacción y proceder según el manual del fabricante.

7.6 Determinación de metales en agua potable y agua purificada.

Las muestras incoloras, transparentes e inodoras y de una sola fase, pueden analizarse directamente por espectrometría de absorción atómica, sin digestión.

Previo a dicho análisis, adicionar a 100 ml de muestra, 1 ml de ácido nítrico, en caso de que se observe un precipitado, realizar una digestión adicionando 1 ml más de ácido nítrico concentrado, calentar a 85°C hasta reducir el

volumen a 20 ml cuidando de que no hierva. Calentar a reflujo 30 minutos y transferir a un matraz volumétrico de 50 ml. Centrifugar a 1600 rpm por 30 minutos o dejar reposar toda la noche y analizar el sobrenadante.

8. Procedimiento

8.1 Espectrometría de absorción atómica por flama.

8.1.1 Calibración. Es necesario comprobar que se tiene una calibración inicial y periódica aceptable.

8.1.1.1 Se inicia la configuración operacional del instrumento y en el sistema de adquisición de datos. Permitir un periodo no menor a 30 minutos para el calentamiento de las lámparas de descarga sin electrodos.

8.1.1.2 Se debe verificar la estabilidad del instrumento mediante el análisis de una solución estándar 20 veces más concentrada que el límite de detección del instrumento (LDI) para el analito, leída un mínimo de cinco veces y calculando la desviación estándar resultante, la cual debe ser menor al 5%.

8.1.1.3 El instrumento debe calibrarse para el analito a determinar usando el blanco de calibración y los estándares de calibración preparados a 3 o 4 niveles de concentración dentro del intervalo dinámico de concentración del analito.

8.1.1.4 Ajustar el instrumento a 0 con el blanco de calibración. Introducir los estándares de calibración del analito de menor a mayor concentración y registrar al menos tres réplicas de la absorbancia de cada uno.

8.1.1.5 Elaborar una curva de calibración graficando absorbancia en función de la concentración.

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente, en los cuales sólo es necesario introducir los estándares y marcar su concentración teórica.

8.1.2 Operación del instrumento.

El desempeño del instrumento se verifica mediante el empleo de blancos de calibración, estándares de calibración y una muestra de control de calidad (MCC).

8.1.2.1 Después de que se ha realizado la calibración, se debe verificar que el instrumento trabaje adecuadamente para el analito. Para ello se analiza una muestra de control de calidad. Si las mediciones varían en $\pm 10\%$ o más, al valor establecido para la MCC, el análisis debe interrumpirse y buscar la posible causa de error, el instrumento se debe recalibrar y verificar la nueva calibración.

8.1.2.2 Para verificar que el instrumento no presenta deriva, por cada 10 análisis se debe analizar el blanco de calibración. Si el valor verdadero del analito difiere $\pm 10\%$ o más, el instrumento debe recalibrarse. Si el error persiste debe identificarse el problema y corregirse.

Si la matriz de la muestra es responsable de la deriva o afecta la respuesta del analito puede ser necesario trabajar por adiciones estándar.

8.1.2.3 La demostración de la operatividad inicial del instrumento se hace estableciendo los límites de detección del método (LDM) para el analito y el intervalo de calibración lineal. Para determinar el LDM se usa un blanco de reactivos fortificado con una concentración del analito equivalente de 2 a 5 veces el límite de detección estimado. Se hacen al menos 4 réplicas de lectura de absorbancia del blanco de reactivos fortificado procesado a través de todo el método analítico. Los LDM se calculan de acuerdo a:

$$\text{LDM} = t \times s$$

t = valor de la "T" de Student a un intervalo de confianza de 99% y una desviación estándar estimada para n-1 grados de libertad. t = 3,14 para 7 réplicas.

s = desviación estándar de las réplicas del análisis.

El intervalo lineal de calibración se establece a partir de por lo menos 4 estándares de diferente concentración, uno de los cuales debe estar próximo al límite superior del intervalo lineal.

8.1.3 Determinación

8.1.3.1 Ajustar el instrumento de absorción atómica en las condiciones adecuadas para la determinación del analito de acuerdo a las indicaciones del manual del instrumento.

8.1.3.2 Introducir el blanco de reactivos y la muestra a analizar y registrar los valores de absorbancia. Se debe analizar al menos un blanco de reactivos con cada grupo de muestras. Los valores obtenidos ponen de manifiesto la calidad de los reactivos usados y el grado de contaminación del laboratorio.

8.1.3.3 En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida da directamente la concentración del elemento en las unidades de concentración utilizadas.

8.1.3.4 Se debe analizar al menos un blanco de reactivos fortificado para cada grupo de muestras. Se calcula la exactitud como el porciento de recuperación (de acuerdo al apartado 8.1.3.6).

8.1.3.5 Se debe fortificar al menos una muestra por grupo o el 10% de ellas lo que resulte mayor. La concentración añadida debe ser de aproximadamente 0,1 unidades de absorbancia.

8.1.3.6 Se debe calcular el porcentaje de recuperación para el analito, de acuerdo a:

$$R = \frac{CM - C}{CA} \times 100$$

R = % recuperación

CM = Concentración de la muestra fortificada

C = Concentración de la muestra

CA = Concentración equivalente de analito añadido a la muestra.

Si la recuperación del analito en la muestra fortificada está fuera del intervalo previamente establecido y el blanco de reactivos fortificado está correcto, puede existir un problema relacionado con la matriz de la muestra. Los datos se deben verificar por el método de las adiciones estándar.

8.2 Espectrometría de absorción atómica por horno de grafito.

8.2.1 Calibración.

8.2.1.1 Proceder de acuerdo a los puntos 8.1.1.1 a 8.1.1.4.

8.2.1.2 Elaborar una curva de calibración graficando área de pico o altura máxima contra concentración del analito.

La calibración mediante el uso de una computadora o una calculadora basada en el ajuste sobre los datos de concentración respuesta es aceptada.

Lo anterior puede llevarse a cabo en equipos que se programan directamente, en los cuales sólo es necesario introducir los estándares y marcar su concentración teórica.

8.2.2 Operación del instrumento.

8.2.2.1 Proceder de acuerdo a 8.1.2.1 a 8.1.2.3.

8.2.3 Determinación.

8.2.3.1 Ajustar el instrumento de absorción atómica en las condiciones adecuadas para la determinación del analito, de acuerdo a las recomendaciones del manual del instrumento.

El programa de temperaturas para el horno de grafito puede variar dependiendo de la matriz de la muestra. En el caso de existir interferencias no específicas (absorción molecular o dispersión de la luz), se recomienda consultar la bibliografía existente en cuanto a los métodos disponibles para eliminarlas, así como en el caso de interferencias de matriz.

8.3 Espectrometría de absorción atómica por generador de hidruros.

8.3.1 Calibración.

8.3.1.1 Proceder de acuerdo a los puntos 8.1.1.1 a 8.1.1.4.

8.3.1.2 A partir de la solución estándar de As de 1000 mg/l, preparar una solución de As de 1 mg/l en ácido clorhídrico de concentración apropiada al método. Trazar una curva de calibración de absorbancia (máximo de la altura de pico) en función de la concentración del analito para un intervalo de concentración de 0 a 10 µg/l de As bajo las mismas condiciones de la matriz de la muestra.

8.3.2 Operación del instrumento.

8.3.2.1 Proceder de acuerdo a los puntos 8.1.2.1 a 8.1.2.3.

8.3.3 Determinación.

8.3.3.1 Ajustar el instrumento de absorción atómica en las condiciones adecuadas para la determinación de As: longitud de onda de 193,7 nm y lámpara de descarga sin electrodos. Colocar y ajustar la celda de absorción de acuerdo al manual del fabricante. Ajustar el flujo de gas (nitrógeno o argón).

8.3.3.2 Ajustar a 0 de absorbancia con el blanco de calibración de ácido clorhídrico al 1,5% siguiendo las instrucciones del manual del fabricante.

8.3.3.3 Optimizar con un estándar de calibración la respuesta del instrumento al analito (por lo general, 10 ml de una solución de 5 µg/l de As da una absorbancia de 0,2), ajustando el tiempo de purga I, el tiempo de reacción y el tiempo de purga II.

8.3.3.4 Tomar un volumen conocido de la muestra dirigida y seguir el mismo procedimiento que con los estándares de calibración.

8.4 Espectrometría de absorción atómica por vapor frío.

8.4.1 Calibración.

8.4.1.1 Proceder igual que en los puntos 8.1.1.1 a 8.1.1.4.

8.4.1.2 A partir de la solución de trabajo de 1 µg/ml preparar estándares de calibración que contengan 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 y 1,0 µg de Hg a frascos de reacción. A cada frasco agregar 100 ml de la solución de dilución y 20 ml de la solución de reducción. Trazar la curva de calibración de absorbancia (altura máxima de pico) en función de la concentración del analito.

8.4.2 Operación del instrumento.

8.4.2.1 Proceder de acuerdo a los puntos 8.1.2.1 a 8.1.2.3.

8.4.3 Determinación.

8.4.3.1 Ajustar el instrumento de absorción atómica en las condiciones adecuadas para la determinación de Hg: longitud de onda de 253,6 nm, slit 0,7 nm y lámpara de cátodo hueco. Colocar y ajustar la celda de absorción de acuerdo al manual del fabricante. Ajustar el flujo de gas (nitrógeno o argón).

8.4.3.2 Ajustar a 0 de absorbancia con el blanco de calibración (solución de dilución y de reducción) siguiendo las instrucciones del manual del fabricante.

8.4.3.3 Optimizar con un estándar de calibración la respuesta del instrumento al analito.

8.4.3.4 Tomar 25 ml de la muestra digerida y seguir el mismo procedimiento que con los estándares de calibración.

9. Expresión de resultados

Método de cálculo.

Interpolan los valores de absorbancia o altura de pico de la muestra analizada en la curva de calibración y obtener los mg/kg del elemento en la muestra y realizar los cálculos empleando la siguiente fórmula:

$$\text{mg/kg} = \frac{A \times B}{C}$$

en donde:

A = Concentración en mg/kg de la muestra a interpolar en la curva de calibración.

B = Volumen final al que se llevó la muestra (ml).

C = Peso de la muestra (g) o volumen de la muestra (ml) en el caso de agua.

En los equipos que pueden programarse, la lectura obtenida da directamente la concentración del elemento en mg/kg o µg/kg.

10. Informe de la prueba

Los resultados se informarán en mg/kg o µg/kg del elemento a determinar.

11. Concordancia con normas internacionales

Esta Norma Oficial Mexicana no es equivalente con ninguna norma internacional.

12. Bibliografía

12.1 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1992. Ley Federal sobre Metrología y Normalización. Diario Oficial de la Federación. México, D.F.

12.2 Secretaría de Salud. 1984. Ley General de Salud. Diario Oficial de la Federación. México, D.F.

12.3 Secretaría de Salud. 1988. Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios. Diario Oficial de la Federación. México, D.F.

12.4 Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. NOM-008-SCFI-1993. Norma Oficial Mexicana. Sistema General de Unidades de Medida.

12.5 Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry. 1971. The Perkin-Elmer, Corp-March. USA.

12.6 Boudene C. 1979. Food contamination by metals, in Trace Metals. Exposure and Health Effects. Pergamon Press, Oxford, p 163.

12.7 Clesceri L.S., Green A. E., Rhodes B. R. 1989. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 17a. Ed. M-3030 p. 3-1 a 3-6.

12.8 Dalton E.F. y Malanoski A.J. 1971. Atomic Absorption Newsletter, Vol. 10, No.4.

12.9 Determination of Mercury in Fish (Atomic Absorption Spectrophotometric Method). 1970. Dow Chemical Company. Method CAS-AM-70.10. Midland. MI 48640.

- 12.10 Determination of Mercury in Liver, Muscle, Kidney or Hair by Atomic Absorption Spectrophotometry. 1986. Chemistry Laboratory Guidebook, Science, USDA, FSIS. 5.007.
- 12.11 Determination of Metals Trace in Liver, Muscle, Kidney of Hair by Atomic Absorption Spectrophotometry. 1986. Chemistry Laboratory Guidebook, Science, USDA, FSIS.
- 12.12 Kahn H.L. y Schallis J.E. 1968. Atomic Absorption Newsletter, Vol. 7, No. 5 (1968).
- 12.13 Kothandaramon P. y Dallmeyer J.F. 1976. Improved Desiccator for Mercury Cold Vapor Technique. Atomic Absorption Newsletter, Vol.15, No.5.
- 12.14 Manning, D.C. 1970. Compensation for Broad-Band Absorption Interference in the Flameless Atomic Absorption Determination of Mercury. Atomic Absorption Newsletter. Vol. 9, No.5 p. 109.
- 12.15 Matthews P.J. 1984. Control of metal application rates from sewage Sludge utilization in agriculture. Crit. Rev. Environ. Control. Vol. 14, No. 199.
- 12.16 MHS-10 Mercury/Hydride System. 1976. Operators Manual Perkin-Elmer. Instrument Division, Perkin-Elmer Corporation, Norwalk, Ct 06856, USA.
- 12.17 Nieboer E. y Richardson D.H.S. 1980. The replacement of the mondescript term "heavy metals" by a biologically and Chemilally significant classification of metal ions. Environ. Pollot. Ser. B., Vol. 1-3.
- 12.18 NORMA-Z-013/02. 1981. Guía para la Redacción, Estructuración y Presentación de las Normas Oficiales Mexicanas. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial.
- 12.19 Norma ISO 2447 (E). 1974. Determination of Tin. International Organization for Standardization.
- 12.20 Norma ISO 6561 (E). 1983. Fruits, Vegetables and Derived Products- Determination of Cadmiun Content. Flameless Atomic Absorption Spectrometric Method. International Organization for Standardization.
- 12.21 Norma ISO 6633. 1984. Fruit, Vegetables and Derived Products Determination of head content- Flameless Atomic Absorption Spectrometric Method. International Organization for Standardization.
- 12.22 Norma ISO 6637 (E). 1984. Fruits, Vegetables and Derived Products. Determination of Mercury Content. Flameless Atomic Absorption Method. International Organization for Standardization.
- 12.23 Norma ISO 6636/2 (E). 1984. Fruits, Vegetables and Derived Products. Determination of Zinc Content. Part 2, Atomic Absorption Spectrometric Method. International Organization for Standardization.
- 12.24 Norma ISO/DIS 7952. 1991. Fruits, Vegetables and Derived Products- Determination of copper content- Method by flame atomic absorption Spectrometry. Draft International Standard.
- 12.25 Official Methods of Analysis. 1990. Association of Official Analytical Chemists. 15 th Edition. USA. Volumen I. Chapter 9 p. 237 a 273.
- 12.26 Swayer R., Kirk R.S. y Egan H. 1987. Manual de Análisis Químicos de Alimentos de Pearson. Cía. Editorial Continental. 1a. ed. en español. México, D.F. p. 125-140.

13. Observancia de la Norma

La vigilancia del cumplimiento de la presente Norma corresponde a la Secretaría de Salud.

14. Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter de obligatorio a los 30 días siguientes a partir de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México,D.F., a 29 de junio de 1995.- El Director General, **José Meljem Moctezuma**.- Rúbrica.