



NORMA MEXICANA

NMX-AA-051-SCFI-2016

**ANÁLISIS DE AGUA.-MEDICIÓN DE METALES POR
ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES,
POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS-
MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-AA-051-SCFI-2001).**

WATER ANALYSIS – MEASUREMENT OF METALS BY ATOMIC
ABSORPTION IN NATURAL WATERS, DRINKING,
WASTEWATERS AND TREATED WASTEWATERS - TEST
METHOD



P R E F A C I O

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

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ANALYZE LABS, S.C.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA Y CAMBIO CLIMÁTICO
- INTERTEK TESTING SERVICES DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
Laboratorio Ciudad de México-Ambiental
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE ANÁLISIS DE LA CALIDAD DEL AGUA Y DEL MEDIO AMBIENTE, S.A. DE C.V.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-AA-051-SCFI-2016

- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE SERVICIOS CLÍNICOS Y ANÁLISIS TOXICOLÓGICOS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO Y ASESORÍA EN CONTROL DE LA CONTAMINACIÓN, S.A. DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX ETILENO COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.
Laboratorio Central de Calidad de Aguas
- SISTEMA DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO DE LEÓN (SAPAL)
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- SISTEMAS DE INGENIERÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD AZCAPOTZALCO
División de Ciencias Básicas e Ingeniería
Depto. de Ciencias Básicas
Área de Química
- UNIVERSIDAD DEL NORESTE, A.C.
UNELAB - Centro multidisciplinario de servicios ambientales y de alimentos



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-AA-051-SCFI-2016

-

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Ingeniería

ÍNDICE DEL CONTENIDO

NÚMERO DEL CAPÍTULO		PÁGINA
0	INTRODUCCIÓN	1
1	OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	1
2	REFERENCIAS	2
3	PRINCIPIO DEL MÉTODO	2
4	DEFINICIONES	2
5	EQUIPO Y MATERIALES	4
6	REACTIVOS Y PATRONES	6
7	RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	7
8	CONTROL DE CALIDAD	8
9	VERIFICACIÓN DE LA CALIBRACIÓN	9
10	PROCEDIMIENTO	11
11	CÁLCULOS	17
12	INTERFERENCIAS	17
13	SEGURIDAD	20
14	MANEJO DE RESIDUOS	22
15	VIGENCIA	22
16	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	22
	Apéndice A (Normativo) Preparación de disoluciones patrón	27
	Apéndice B (Normativo) Digestión de muestras por horno de microondas y/o autoclave	33
	Apéndice C (Normativo) Digestión de muestras para la medición de mercurio por generación de vapor frío	35
17	BIBLIOGRAFÍA	38



NORMA MEXICANA

NMX-AA-051-SCFI-2016

ANÁLISIS DE AGUA.-MEDICIÓN DE METALES POR ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS- MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-051-SCFI-2001).

WATER ANALYSIS - MEASUREMENT OF METALS BY ATOMIC
ABSORPTION IN NATURAL WATERS, DRINKING,
WASTEWATERS AND TREATED WASTEWATERS - TEST
METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Los efectos de los metales que se encuentran en las aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas sobre la salud humana, pueden ir desde el intervalo de benéficos, causantes de problemas, hasta tóxicos, esto es, dependiendo de su concentración, por lo que su cuantificación en cuerpos de agua es importante. Algunos metales son esenciales, otros pueden afectar adversamente a los consumidores de agua, sistemas de tratamiento de aguas residuales y cuerpos receptores de agua.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de espectrofotometría de absorción atómica por medio de atomización por flama, horno de grafito, generador de hidruros y vapor frío para la medición de metales disueltos, totales, suspendidos y extractables en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el:

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

- NMX-AA-003-1980 Aguas residuales.- Muestreo, Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 25 de marzo de 1980.
- NMX-AA-089/1-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. (Cancela a la NMX-AA-089/1-1986), Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 3 de marzo de 2011.
- NMX-AA-089/2-SCFI-2010 Protección al ambiente - Calidad del agua-Vocabulario-Parte 2 (Cancela a la NMX-AA-89/2-1992), Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 29 de Agosto de 2013.
- NMX-AA-115-SCFI-2015 Análisis de agua – Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos Cancela a la NMX-AA-115-SCFI-2001), Declaratoria de vigencia publicada en el **Diario Oficial de la Federación** el 17 de abril de 2001.

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método para la medición de metales por espectrofotometría de absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas se basa en la generación de átomos en estado basal y en la medición de la cantidad de energía absorbida por éstos, la cual es directamente proporcional a la concentración de ese elemento en la muestra analizada.

Se emplea un equipo capaz de generar átomos en estado basal de acuerdo a un sistema de alta temperatura (flama y horno de grafito) o una reacción química (generador de hidruros o vapor frío) para atomizar la muestra y lograr la absorción de energía por parte de los átomos generados.

4 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las normas mexicanas NMX-AA-089/1-SCFI y NMX-AA-089/2-SCFI (véase 2 Referencias), y se establecen las siguientes:

4.1 Metales disueltos:

Aquellos metales en disolución en muestras no acidificadas o en estado coloidal que pasan a través de una membrana de poro de 0,45 μm .

4.2 Metales extractables:

Son aquellos elementos en disolución, presentes en muestras no filtradas tratadas con ácido mineral diluido y que corresponde a la suma de metales disueltos y los metales débilmente adsorbidos en el material en suspensión.

4.3 Metales suspendidos:

Aquellos metales en estado suspendido, los cuales son retenidos por una membrana de poro de 0,45 μm .

4.4 Metales totales:

Es la suma de la concentración de metales en ambas fracciones de una muestra, disueltos y suspendidos. Estos pueden ser medidos en una muestra sin filtrar que previamente ha sido digerida con ácido para solubilizar completamente a los metales a medir.

4.5 Atomización por Flama:

Aspiración de la muestra acidificada en la flama de aire – acetileno u óxido nítrico – acetileno para lograr la absorción de energía por los átomos en estado basal, generados en un espectrofotómetro de absorción atómica.

4.6 Atomización por Generación de hidruros:

El método se basa en la medición por absorción atómica del arsénico, selenio y otros elementos, generados por la reacción química del elemento y el borohidruro de sodio y su posterior descomposición térmica del hidruro correspondiente.

4.7 Atomización por Horno de grafito:

Atomización de la muestra acidificada en un tubo de grafito con programación de temperatura para lograr la absorción de energía por los átomos en estado basal, en un espectrofotómetro de absorción atómica.

4.8 Atomización por Vapor frío:

El mercurio mono o divalente es reducido a su forma elemental empleando cloruro de estaño (II) o borohidruro de sodio en medio ácido. El mercurio elemental es entonces conducido desde la disolución con ayuda de una corriente de gas inerte o aire libre de mercurio y, en la forma de un gas atómico, transportado dentro de la celda. La absorbancia es medida a una longitud de onda de 253,7 nm en la línea de radiación de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica. La concentración de masa es calculada empleando una curva de calibración.

5 EQUIPO Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método.

5.1 Equipo

5.1.1 Balanza analítica con una resolución de 0,1 mg.

5.1.2 Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA). Con haz sencillo o doble haz, monocromador, corrector de fondo, fuente luminosa, detector de fotomultiplicador o estado sólido ajustable al ancho de banda espectral, intervalo de longitud de onda que contenga las longitudes de los analitos a cuantificar y provisto de una interfase con registrador o un adecuado sistema de datos, con capacidad de trabajar las técnicas de flama, y/o generación de hidruros, y/o vapor frío para mercurio y/u horno de grafito.

5.1.3 Lámparas de aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, calcio, cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, paladio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, rutenio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, torio, vanadio, zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de agua).

5.1.4 Horno de microondas, y/o autoclave, y/o placa de calentamiento.

5.1.5 Quemadores de 10 cm de 1 ranura, de 10 cm de 3 ranuras y para óxido nitroso de 5 cm o los recomendados por el fabricante del equipo.

5.1.6 Celda de cuarzo cilíndrica para el generador de hidruros o la

recomendada por el fabricante del equipo.

5.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado o en su caso debe ser verificado por el propio laboratorio.

- a) Matraces volumétricos, de diferentes volúmenes;
- b) pipetas volumétricas tipo A o micropipetas (verificadas);
- c) tubos de grafito y accesorios (específicos para el horno de grafito utilizado);
- d) papel filtro número 40 (o equivalente);
- e) membranas de filtración de nitrato de celulosa de 0,45 μm ;
- f) cajas de Petri;
- g) materiales consumibles necesarios para el espectrofotómetro de absorción atómica, generador de hidruros y vapor frío; y
- h) Vidrio de reloj.

5.3 Limpieza del material

5.3.1 Todo el material usado en esta medición debe ser exclusivo para este procedimiento. Para el lavado del material remojar durante 1 h en una disolución de ácido nítrico al 10 % y enjuagar con agua tipo II para el material que se empleará en el análisis por flama y con agua tipo I para cuando el análisis sea por horno de grafito y generador de hidruros. Los detergentes con base de amoníaco no deben usarse para la limpieza del material. Su uso debe restringirse dentro del laboratorio.

5.3.2 Los contenedores para muestreo deben lavarse con disolución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua, remojar en ácido nítrico al 10% toda la noche y volver a enjuagarse con agua tipo II para el material que se empleará en el análisis por flama y con agua tipo I para cuando el análisis sea por horno de grafito y generador de hidruros y dejar secar (con cuidado especial para el análisis de trazas). También se pueden emplear contenedores nuevos con certificado de calidad para ser usados en muestreo, los cuales son desechables y se ocupan solo una vez y no requieren el tratamiento antes citado.

5.3.3 En los casos de que se presenten adherencias en el material, debe dejarse remojando de 12 h a 24 h con HNO₃ (1:5), HCl (1:5) o con agua regia (3 partes de HCl concentrado + 1 parte de HNO₃ concentrado) a temperatura ambiente, después debe ser enjuagado con agua tipo II para el material que se empleará en el análisis por flama y con agua tipo I para cuando el análisis sea por horno de grafito y generador de hidruros.

5.3.4 En los casos de que el material presente grasas, enjuagar con acetona y/o hexano.

6 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo analítico, para las mediciones a nivel de trazas deberá utilizarse ácidos grado suprapuro o equivalente (no se mencionan todos los reactivos utilizados para eliminar interferencias y para características específicas de cada técnica).

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

	Agua tipo I	Agua tipo II
Tipo de análisis	Concentración en trazas intermedia y alta	Concentración intermedia y alta
Resistividad MΩ/cm (megohm/cm) a 25 °C	>10	>1,0
Conductividad (μS/cm a 25 °C)	<0,1	<1,0
Para el análisis por flama se podrá utilizar agua tipo II, mientras que para análisis por generación de hidruros, vapor frío y horno de grafito se deberá emplear agua tipo I.		

- ácido clorhídrico concentrado (HCl);
- ácido nítrico concentrado (HNO₃);
- ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄);
- ácido nítrico concentrado grado suprapuro (HNO₃);
- disolución de Yoduro de Potasio – ácido ascórbico: Disolver 3 g de yoduro de potasio y 5 g de ácido ascórbico en 100 mL de agua en matraz volumétrico; o bien, prepare el reactivo de acuerdo a las especificaciones del fabricante;



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

- f) disolución de borohidruro de sodio (NaBH_4) en hidróxido de sodio (NaOH) a la concentración especificada por el fabricante del equipo. Esta disolución debe prepararse justo antes de realizar el análisis;
- g) aire comprimido libre de humedad, proporcionado por compresor o por cilindro;
- h) acetileno grado absorción atómica;
- i) argón grado alta pureza o ultra alta pureza;
- j) nitrógeno grado alta pureza o ultra alta pureza;
- k) óxido nitroso grado absorción atómica;
- l) disolución patrón (certificada y/o preparada en el laboratorio de 1 g/L ó 1 g/kg ó 1000 mg/L) de: aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, calcio, cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, paladio, plata, platino, plomo, potasio, renio, rodio, rubidio, rutenio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, torio, vanadio y zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de agua);

NOTA: Véase el Apéndice A.

- m) disolución patrón intermedia: Preparar las disoluciones patrón intermedias de acuerdo al método tomando una alícuota adecuada de la disolución patrón certificada; y
- n) dicromato de potasio grado reactivo (el contenido de mercurio debe ser menor al límite de cuantificación).

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

7.1 Recolección y preservación

Debe tomarse un mínimo de 500 mL de muestra para metales genéricos en su mayoría, en un envase de polietileno o polipropileno y acidificar a pH menor de 2 con HNO_3 concentrado.

Para la medición de mercurio se necesitan 500 mL en envase separado. Acidificar a pH menor de 2 con HNO_3 concentrado suprapuro y adicionar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (la concentración final debe ser de 0,05 % de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

7.2 Tratamiento en campo y/o laboratorio

Para la medición de metales disueltos y/o suspendidos, tanto la muestra como los blancos deben filtrarse a través de una membrana de poro de 0,45 μm , previamente lavada con una disolución de ácido nítrico (1 %) y enjuagando con agua tipo I antes de utilizarse.

7.3 Almacenamiento de la muestra

Todas las muestras deben refrigerarse a $4,0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta su análisis.

Para análisis de metales a nivel de trazas en agua deben preservarse con ácido nítrico grado suprapuro o equivalente.

7.4 Tiempo máximo previo al análisis

El tiempo máximo previo al análisis es de 6 meses. Para mercurio es de 28 días.

8 CONTROL DE CALIDAD

8.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal, que cumpla con lo establecido en la norma NMX-AA-115-SCFI (véase 2 Referencias).

8.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

- Los nombres de los analistas que realizaron los análisis.
- Las bitácoras manuscritas o electrónicas del analista y del equipo, las cuales deberán contener mínimo la siguiente información:
 - a) Fecha del análisis;
 - b) identificación y descripción de la muestra;
 - c) código del procedimiento utilizado;
 - d) cantidad de muestra utilizada;
 - e) número de muestras de control de calidad analizadas;

- f) curvas de calibración de los elementos cuantificados; y
- g) evidencia de la aceptación o rechazo del lote analítico, de acuerdo a los criterios de aceptación de los controles de calidad.

Además, el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos de forma impresa y/o en algún medio de almacenamiento electrónico, de tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada medición mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

9 VERIFICACIÓN DE LA CALIBRACIÓN

9.1 Cada vez que se adquiriera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

9.2 Verificar la calibración de la balanza analítica.

9.3 Verificación del espectrofotómetro de absorción atómica (cada vez que se utilice).

9.3.1 Aspiración directa (aire-acetileno y/o óxido nitroso-acetileno)

Este método es aplicable para la medición de aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, estroncio, estaño, fierro, iridio, litio, magnesio, manganeso, níquel, oro, paladio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, sodio, talio, y zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de agua).

9.3.1.1 Encender el equipo y conectar la lámpara para el metal que se va a medir.

9.3.1.2 Optimizar el instrumento de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

9.3.1.3 Esperar de 10 min a 20 min para que se estabilice el equipo, una vez encendida la lámpara.

9.3.1.4 Ajustar las condiciones de la flama aire-acetileno de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Encender la flama. Permitir que el sistema alcance el equilibrio de temperatura.

9.3.1.5 Aspirar un blanco de reactivos (matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes y

proporciones usadas en el procesamiento de la muestra).

9.3.1.6 Aspirar una disolución estándar del metal a analizar, ajustar la velocidad de flujo del nebulizador hasta obtener la máxima sensibilidad, así como ajustar el quemador horizontal y verticalmente hasta obtener la máxima respuesta.

9.3.1.7 Realizar la curva de calibración con un mínimo de cinco concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal para cada elemento. El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal.

9.3.2 Generación de hidruros

Este método es aplicable para la medición de antimonio, arsénico, mercurio, selenio, etc.

9.3.2.1 Encender el espectrofotómetro y esperar a que se estabilice.

9.3.2.2 Optimizar el instrumento de acuerdo a las instrucciones del fabricante, con la lámpara del analito de interés.

9.3.2.3 Ajustar los flujos de gas de aire y acetileno. Este ajuste no se requiere para la medición de mercurio.

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

9.3.2.5 Colocar en el recipiente del reductor una disolución de borohidruro de sodio en hidróxido de sodio y conectar el recipiente al sistema según las especificaciones del fabricante del equipo.

9.3.2.6 Abrir el suministro de gas inerte y ajustar la presión de acuerdo a las especificaciones del fabricante del equipo.

9.3.2.7 Conectar el vaso de reacción al sistema generador y esperar el tiempo suficiente para que todo el aire se purgue del sistema, entonces registrar el cero en el espectrofotómetro (autocero). Siga las instrucciones del fabricante si es un sistema de flujo continuo o de inyección de flujo.

9.3.2.8 Conectar el vaso de reacción que contiene el blanco de reactivos. Siga las instrucciones del fabricante si es un sistema de flujo

continuo o de inyección de flujo.

- 9.3.2.9** Purgar el sistema hasta eliminar completamente el aire, permitir la entrada de la disolución de borohidruro de sodio hasta obtener la lectura del blanco.
- 9.3.2.10** Limpiar el sistema haciendo pasar agua o ácido clorhídrico diluido.
- 9.3.2.11** Realizar la curva de calibración con un mínimo de cinco concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento. El primer punto deberá ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último deberá estar dentro del intervalo lineal.

9.3.3 Horno de grafito

Este método es aplicable para metales, donde se requiere límites de detección más bajos.

- 9.3.3.1** Establecer la corriente de la lámpara para cada metal y proceder de acuerdo a lo indicado en 9.3.1.3.
- 9.3.3.2** Optimizar el instrumento de acuerdo a las instrucciones del fabricante.
- 9.3.3.3** Alinear el tubo de grafito de acuerdo a las indicaciones del fabricante del equipo.
- 9.3.3.4** Programar el flujo de gas inerte, gas alterno y de agua de enfriamiento de acuerdo a lo especificado por el fabricante.
- 9.3.3.5** Seleccionar el programa para cada uno de los metales con las sugerencias recomendadas por el fabricante del equipo.
- 9.3.3.6** Inyectar la cantidad de muestra especificada por el fabricante en el tubo de grafito.
- 9.3.3.7** Realizar la curva de calibración con un mínimo de cinco concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento. El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal.

10 **PROCEDIMIENTO**

10.1 Condiciones generales

Las muestras de aguas residuales, requieren en general, un tratamiento previo al análisis.

Los metales totales incluyen las combinaciones de carácter orgánico e inorgánico, tanto disueltos como en partículas.

Las muestras incoloras, transparentes con una turbiedad < 1 UTN, pueden analizarse directamente sin digestión.

Realizar tres lecturas independientes (como mínimo) para cada muestra, blanco, patrón, etc.

10.2 Preparación de la muestra para medición de metales disueltos y suspendidos

10.2.1 Para la medición de metales disueltos, la muestra debe filtrarse en el momento de su colección o en el laboratorio a través de una membrana de poro de 0,45 μm . Hacer un blanco utilizando una membrana similar, lavada con agua para asegurarse que está libre de contaminación. Preacondicionar la membrana lavándola con ácido nítrico al 1 % y enjuagar con agua tipo I antes de utilizarla.

10.2.2 Para la muestra de metales suspendidos, registrar el volumen de muestra filtrada e incluir una membrana en la medición del blanco. Antes de filtrar, centrifugar las muestras con un alto contenido de turbiedad en tubos de plástico de alta densidad o PTFE, lavados con ácido nítrico al 1%. Agitar y filtrar al vacío.

10.2.3 Después de la filtración, acidificar el filtrado a un $\text{pH} \leq 2$ con ácido nítrico concentrado y analizar directamente.

10.2.4 La membrana para análisis de metales suspendidos debe guardarse en una caja de Petri limpia, enjuagada con disolución ácida y seca, si la filtración se realiza en campo.

10.2.5 Si durante el traslado de la muestra o durante el almacenamiento se forma un precipitado, deberá homogenizarse perfectamente la muestra previo a la digestión.

10.2.6 Para la digestión de la muestra colocar en una campana de extracción, la parrilla de calentamiento y el matraz Erlenmeyer o vaso de precipitado de 150 mL, transferir la membrana y añadir 4 mL de ácido nítrico concentrado. Incluir un filtro para la medición del blanco y uno para el estándar de digestión. Cubrir con vidrio de reloj y calentar. Incrementar la temperatura para

la digestión completa de la membrana.

- 10.2.7** Calentar casi a sequedad evitando que hierva la muestra, enfriar y lavar el vidrio de reloj con agua y añadir otros 3 mL de ácido nítrico concentrado. Cubrir y continuar calentando hasta digestión completa, generalmente es cuando adquiere una apariencia cristalina o no cambia con la adición del ácido.
- 10.2.8** Evaporar casi a sequedad (aproximadamente 2 mL), enfriar y lavar el vidrio de reloj con agua, añadir 10 mL de ácido clorhídrico (1:1) y 15 mL de agua por cada 100 mL de muestra y calentar por otros 15 min para redissolver precipitados que se hallan formado. En 10.2.6, 10.2.7 y 10.2.8 puede haber cambios en el tratamiento si se utilizan otros equipos de digestión (autoclaves u hornos de microondas).
- 10.2.9** Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio reloj con agua y filtrar para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajustar el volumen basado en el número de metales por analizar y cuantificar.
- 10.3** Preparación de la muestra para la medición de metales totales por digestión en parrilla de calentamiento y en vaso abierto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas
- 10.3.1** Homogeneizar perfectamente la muestra, verificando que no existan sólidos adheridos en el fondo del contenedor. Inmediatamente después tomar una alícuota de 50 mL a 100 mL dependiendo de la naturaleza de la muestra, y transferir a un vaso de precipitados para digestión.
- 10.3.2** Añadir 3 mL de ácido nítrico concentrado y calentar en una placa, evaporar, cuidando que no hierva, hasta aproximadamente de 2 mL a 5 mL de muestra y enfriar.
- 10.3.3** Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado, cubrir con un vidrio de reloj y pasar nuevamente la muestra a la placa de calentamiento. Incrementar la temperatura de calentamiento hasta que exista reflujo de vapores. Continuar calentando y en caso de ser necesario, agregar mayor cantidad de ácido nítrico concentrado y continuar la digestión hasta que sea completa (cuando la muestra tenga apariencia cristalina constante) retirar la muestra y enfriar.

La digestión puede realizarse en placa de calentamiento, autoclave u horno de microondas.

NOTA: Véase el Apéndice B.

10.3.4 Por cada 100 mL de volumen de disolución final, adicionar 10 mL de ácido clorhídrico (1:1) y 15 mL de agua. Calentar la muestra sin llegar a ebullición por espacio de 15 min para disolver precipitados o residuos resultantes de la evaporación y llevar al aforo correspondiente (de 50 mL a 100 mL).

Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio de reloj con agua y filtrar para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajustar el volumen basado en el número de metales por cuantificar. Las concentraciones deben reportarse como metales totales.

Este procedimiento puede variar en la medición de arsénico, antimonio, mercurio y selenio entre otros.

10.3.5 Digestión de Selenio

10.3.5.1 Homogenizar la muestra y tomar una alícuota de 50 mL, transferir la alícuota a un matraz de fondo redondo, adicionar 5 mL de H_2SO_4 concentrado y 5 mL de peróxido de hidrogeno al 30%, calentar a reflujo.

Si aún se presentan vapores oscuros, adicionar nuevamente 5 mL de peróxido de hidrogeno al 30%.

NOTA: Repetir la operación hasta que los vapores sean blancos (digestión completa).

10.3.5.2 Llevar al aforo la muestra al volumen inicial de alícuota (50mL).

10.3.5.3 Proceder con la reducción de Se (ver 10.6.4).

10.4 Análisis por aspiración directa

10.4.1 Verificar la calibración del espectrofotómetro de absorción atómica de acuerdo a lo indicado en 9.3 o manual del fabricante.

10.4.2 Construir una gráfica con los valores de concentración y señal obtenida de los estándares para cada uno de los analitos. Analizar el lote de muestras.

10.5 Análisis por horno de grafito

10.5.1 Verificar la calibración del espectrofotómetro de absorción atómica, con el accesorio de horno de grafito de acuerdo a lo indicado en 9.3.3 o manual del fabricante.

Inyectar la cantidad recomendada por el fabricante en el tubo de grafito del blanco de reactivos y la disolución de trabajo más concentrada o la concentración recomendada por el fabricante para optimizar el programa del horno.

10.5.2 Construir una gráfica con los valores de concentración y señal obtenida de los estándares para cada uno de los analitos.

10.5.3 Analizar el lote de muestras.

10.6 Análisis por generador de hidruros (arsénico, selenio, antimonio, bismuto, estaño y telurio)

En forma directa para aguas naturales, aguas con una turbiedad < 1 UTN y/o después de previa digestión para aguas residuales y residuales tratadas.

10.6.1 Reducción de As (V) a As (III)

Añadir a 25 mL de la muestra digerida o sin digerir, 20 mL de ácido clorhídrico y 4 mL de disolución de yoduro de potasio-ácido ascórbico (vease 6 Reactivos y Patrones) al matraz de fondo esférico que contiene la muestra digerida o la muestra sin digerir.

Calentar durante 15 min a 50 °C.

Enfriar la disolución de la muestra y transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 100 mL y llevar al aforo con agua, o seguir las instrucciones del fabricante.

10.6.2 Reducción de Bi (V) a Bi (III)

Añadir 10 mL de ácido clorhídrico concentrado a un matraz de volumétrico de 100 mL y aforar con la muestra. La reducción ocurre inmediatamente. O seguir las instrucciones del fabricante.

10.6.3 Reducción de Sb (V) a Sb (III)

A 10 mL de muestra añadir 1 mL de ácido clorhídrico concentrado, 1 mL de solución de Yoduro de potasio al 5 % y ácido ascórbico al 5 %. La reducción ocurre inmediatamente. O seguir las instrucciones del fabricante.

10.6.4 Reducción de Se (VI) a Se (IV)

Añadir 20 mL de ácido clorhídrico a un matraz de fondo redondo que contiene 50 mL de la muestra digerida o la muestra sin digerir.

Llevar a ebullición con reflujo durante 15 min. Si no hay digestión previa o si la muestra contiene cloro libre, airear la solución con nitrógeno (cerca de 1 L/min) por el mismo periodo de tiempo.

Enfriar la disolución y transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 100 mL y llevar al aforo con agua.

Trate la disolución blanco y las disoluciones de calibración de la misma forma. O siga las instrucciones del fabricante.

10.6.5 Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica con el aditamento generador de hidruros de acuerdo a lo indicado en 9.3.2. o manual del fabricante.

10.6.6 Construir una gráfica con los valores de concentración y señal obtenida de los estándares para cada uno de los analitos.

10.6.7 Analizar el lote de muestras.

10.7 Análisis por vapor frío (Mercurio)

10.7.1 Para análisis con cloruro estanoso.

10.7.1.1 Verificar la calibración del espectrofotómetro de absorción atómica con el accesorio para vapor frío (véase 9.3.2.6 y 9.3.2.11).

10.7.1.2 Estándares, blanco y muestras deben ser tratados con ácido nítrico y ácido clorhídrico en presencia de permanganato de potasio para oxidar todo el mercurio presente a forma de Hg^{2+} .

El exceso de permanganato de potasio es reducido con cloruro de hidroxilamina.

El mercurio metálico se reduce con cloruro estanoso y el vapor atómico del mercurio es llevado por medio del sistema aereador a la celda de absorción para ser detectado.

10.7.2 Para análisis con borohidruro de sodio.

Los estándares, blanco y muestras, más un oxidante, se

conectan al sistema de vapor frío para ser detectados, ver manual de fabricante.

NOTA: Véase Apéndice C.

Tanto para 10.7.1, como para 10.7.2, construir una gráfica con los valores de concentración y señal obtenida de los estándares para cada uno de los analitos y analizar el lote de muestras.

11 CÁLCULOS

11.1 Con gráficas de 10.4.2, 10.5.2 y 10.6.6, calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación de la recta que se obtiene de las curvas de calibración para cada metal empleando la siguiente ecuación:

$$Y = mX + b$$

Donde:

Y es la absorbancia de la muestra ya procesada;
m es la pendiente (coeficiente de absortividad), y
b es la ordenada al origen.

Despejar X, que debe ser la concentración de la muestra procesada y tomar en cuenta los factores de dilución que se realicen en cada uno de los metales según la técnica utilizada, y se debe obtener la concentración del metal en la muestra.

11.2 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.

11.3 Reporte de resultados:

11.3.1 No se deben reportar concentraciones de elementos por debajo del límite de cuantificación.

11.3.2 Reportar los resultados del análisis en mg/L.

12 INTERFERENCIAS

Las que a continuación se informan son de las interferencias más comunes.

12.1 Aspiración directa

12.1.1 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. La adición de lantano o estroncio a blancos, muestra y estándares disminuye esta interferencia, así como la flama N_2O/C_2H_2 ayuda a la disociación efectiva de las moléculas.

12.1.2 Interferencia de absorción no específica (fondo). La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la flama pueden causar errores positivos. Para evitar este problema se debe utilizar corrección de fondo. Estos sólidos, además de presentar una barrera física al paso de la luz de la lámpara en la flama, forman depósitos en la cabeza del quemador, sin embargo, esto se puede evitar aspirando continuamente agua acidulada.

12.1.3 Interferencias de ionización. Ocurren cuando la temperatura de la flama es lo suficientemente alta para generar la remoción de un electrón de su átomo neutral, generándose un ion con carga positiva. Este tipo de interferencias pueden controlarse generalmente con la adición de elementos fácilmente ionizables tales como Na, K y Cs en blancos, muestras y estándares.

12.1.4 Interferencias físicas. Están relacionadas con las diferentes propiedades existentes entre las muestras y los estándares. Las cuales pueden afectar a la aspiración y eficiencia de nebulización en el sistema de atomización. Si las disoluciones presentan diferencias de viscosidad y/o tensión superficial, la eficiencia de nebulización no será igual y los resultados analíticos se ven afectados. La presencia de otros compuestos, además del elemento de interés, puede afectar a los resultados analíticos. Estas interferencias pueden ser corregidas utilizando el método de estándar interno o adición de estándares.

Para las interferencias específicas de cada elemento en el análisis de metales por flama se recomienda ver el manual del fabricante.

NOTA: Para los elementos que presenten interferencias significativas en ciertas matrices se recomienda el uso de la técnica de adición de estándares.

12.2 Atomización por horno de grafito

- 12.2.1** Interferencias químicas (véase 12.1.1). Este tipo de interferencias en horno de grafito por lo general se eliminan con el adecuado desarrollo del programa de atomización, utilizando plataformas o adicionando modificadores de matriz, tal como Pd, Ni, etc.
- 12.2.2** Interferencias de absorción no específica (fondo) (véase 12.1.2). Este tipo de interferencias pueden ser corregidas en horno de grafito con el uso de corrector de fondo: lámpara de Deuterio (fuente continua); por efecto Zeeman o Smith-Hieftje.
- 12.2.3** Interferencias espectrales. Son causadas por algún elemento debido al traslape entre la longitud de onda de este elemento que está interfiriendo y la del analito de interés. También son causadas por la radiación, absorción, reflexión y emisión de cuerpos opacos producidos durante el ciclo de atomización. Este tipo de interferencias son poco comunes en la técnica de absorción atómica, pero en caso de presentarse, las formas de superarlas es utilizando lámparas de un solo elemento (no multielementales) y/o utilizando la técnica de adición de estándares.
- 12.2.4** Interferencias por incandescencia. Éstas se presentan por saturación del detector de la señal de emisión proveniente de la incandescencia del tubo de grafito, especialmente a longitudes de onda alrededor de 500 nm y a temperaturas de atomización mayores de 2 500 °C. Este tipo de interferencias se pueden corregir utilizando anchos de ranura (slit en inglés) con altura reducida.
- 12.2.5** Interferencias de memoria. Se presentan cuando se analizan muestras con concentraciones altas de un elemento, produciendo señales falsas en las lecturas siguientes por acumulación del mismo, dentro del tubo de grafito. Este tipo de interferencias pueden eliminarse asignando temperaturas de limpieza (100 °C a 200 °C arriba de la temperatura de atomización) o utilizando tubos con cubierta pirolítica.
- 12.2.6** Para las interferencias específicas de cada elemento en el análisis de metales por horno de grafito, se recomienda ver el manual del fabricante.
- NOTA:** Para el adecuado uso de los modificadores, plataformas y corrector de fondo, es necesario consultar la información proporcionada por el proveedor del instrumento.

Para los elementos que presenten interferencias significativas, se recomienda el uso de la técnica de adición de estándares.

12.3 Generador de hidruros

12.3.1 Las interferencias en generador de hidruros se presentan por presencia de otros elementos o moléculas presentes en la muestra. Los efectos se ven reflejados en una disminución de la cantidad de hidruro formado y por lo tanto en una disminución de la señal analítica. La forma de eliminar este tipo de interferencias es modificando la concentración del ácido y/o del borohidruro de sodio.

12.3.2 Para las interferencias específicas de cada elemento en el análisis de metales por generador de hidruros, se recomienda ver el manual del fabricante.

13 **SEGURIDAD**

13.1 Para el muestreo se necesita tener los cuidados que se establecen en la norma mexicana NMX-AA-003 (véase 2 Referencias).

13.2 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 nivel posible.

13.3 Este método puede no mencionar todas las normas 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.

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

13.5 Se requiere el uso de una campana de extracción, ropa de protección, lentes de seguridad y mascarilla cuando se preparan las disoluciones donde las reacciones entre el disolvente y el soluto son exotérmicas, esto es, óxido de lantano en solución

ácida. Se requieren iguales precauciones cuando se diluyen ácidos fuertes, debe evitarse el contacto con la piel y vías respiratorias

- 13.6** Se requiere de un sistema de ventilación 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 combustible deberán tomarse las precauciones adecuadas cuando se use. Para evitar explosiones, nunca pase el acetileno a través de instalaciones o tuberías de cobre o aleaciones con alto contenido de cobre (latón, bronce). Si el espectrofotómetro no está 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, por lo que el lugar debe estar bien ventilado.
- 13.7** Los gases oxidantes deben separarse de los gases reductores.
- 13.8** Seguir 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.
- 13.9** Para evitar explosiones en la línea, no permitir que la presión de llegada del acetileno al instrumento exceda 103,42 kPa (1,06 kg/cm²) [15 psi (libras/pulgada cuadrada, por su siglas en inglés, se refiere a libras fuerza)].
- 13.10** Cuando se usa óxido nitroso como oxidante, debe utilizarse una cabeza de quemador de 50,8 mm de longitud, ya que utilizando una cabeza de 101,6 mm [4 plg (pulgadas)] ocurre un regreso de la flama. La flama de óxido nitroso 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.
- 13.11** Revisar que el tubo del drenaje 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. Siga las instrucciones del fabricante para mantener una presión positiva en el sello del líquido.
- 13.12** Dada la alta toxicidad del berilio, plomo, cadmio, níquel, mercurio, antimonio, plata, bario y cromo, así como todos los

pasos de preparación y digestión de las muestras, extremar las precauciones de manejo de todas las disoluciones y utilizar un cuarto bien ventilado.

- 13.13** El arsénico, el selenio y sus correspondientes hidruros son tóxicos. Manéjese con cuidado.
- 13.14** Los compuestos del antimonio son irritantes para la piel y las membranas de las mucosas.
- 13.15** La inhalación de los vapores de manganeso han sido reportados como tóxicos para el ser humano.

14 MANEJO DE RESIDUOS

- 14.1** Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad (CC) el destino final de los residuos generados durante la medición.
- 14.2** Confinamiento. El laboratorio debe contar con áreas especiales, que tengan señalamientos adecuados, para almacenar temporalmente las disoluciones contaminadas con metales pesados.
- 14.3** Los desechos ácidos deben neutralizarse para poder transportarlos a su disposición final.

15 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 120 días naturales después de la publicación de la declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana¹ coincide básicamente con las siguientes Normas

¹ Esta norma, es modificada (MOD) con respecto a las Normas:

ISO 5961: 1994. Water quality. Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry.
ISO 7980:1986. Water quality - Determination of calcium and magnesium. Atomic absorption spectrometric method.
ISO 8288:1986. Water quality - Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead - flame - atomic absorption spectrometric methods.
ISO 9174: 1998 Water quality - Determination of chromium - Atomic absorption spectrometric methods.
ISO 9964-2: 1993 Water quality - Determination of sodium and potassium - Part 2: Determination of potassium by atomic absorption spectrometry.
ISO 12020: 1997 Water quality - Determination of aluminium - Atomic absorption spectrometric methods.
ISO 15586: 2003 Water quality - Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace.

Internacionales:

ISO 5961: 1994. Water quality. Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry.

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, calcio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, vanadio, zinc, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.
- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

ISO 7980:1986. Water quality - Determination of calcium and magnesium. Atomic absorption spectrometric method.

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, , cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, vanadio, zinc, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.
- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

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

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, aluminio, antimonio, arsénico,

bario, berilio, bismuto, boro, calcio, cesio, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, oro, osmio, plata, platino, potasio, rodio, rubidio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, vanadio, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.

- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

ISO 9174: 1998 Water quality — Determination of chromium — Atomic absorption spectrometric methods.

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, cadmio, calcio, cesio, cobalto, cobre, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, vanadio, zinc, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.
- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

ISO 9964-2: 1993 Water quality - Determination of sodium and potassium - Part 2: Determination of potassium by atomic absorption spectrometry.

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, calcio, cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, rodio, rubidio, selenio, silicio, talio, titanio, vanadio, zinc, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.
- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

ISO 12020: 1997 Water quality - Determination of aluminium - Atomic absorption spectrometric methods.

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, boro, cadmio, calcio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, silicio, sodio, talio, titanio, vanadio, zinc, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.
- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

ISO 15586: 2003 Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace.

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, bario, berilio, bismuto, boro, calcio, cesio, estaño, estroncio, iridio, magnesio, mercurio, litio, oro, osmio, platino, potasio, rodio, rubidio, silicio, sodio, talio, titanio, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.
- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

ISO 17378-2: 2014 Water quality — Determination of arsenic and antimony — Part 2: Method using hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-AAS).

Y difiere en los siguientes puntos:

- Se adicionaron los elementos, aluminio, antimonio, bario, berilio, bismuto, boro, cadmio, calcio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, silicio, sodio, talio,



titanio, vanadio, zinc, para complementar los elementos por analizar mediante el procedimiento propuesto en esta norma ISO.

- Se adicionó el Capítulo 13 de seguridad, que se incluye en este tipo de normas mexicanas.
- Se adicionaron los Apéndices A, B y C que incluyen temas específicos e indispensables para el desarrollo analítico de las muestras para metales.

Apéndice A
(Normativo)
Preparación de disoluciones patrón

Los patrones primarios pueden ser disoluciones certificadas y/o preparadas en el laboratorio.

La preparación se podrá hacer a partir de disoluciones comerciales, sales del elemento de interés o a partir de metales, siempre y cuando cumplan con las especificaciones de pureza.

Las sales deben ser certificadas por un organismo autorizado y tener una pureza del 99 % y los metales de 99,9 % como mínimo.

Deben ser conservados bajo las condiciones indicadas por el fabricante.

A.1 Reactivos

- a) agua libre de metales tipo I y tipo II;
- b) los ácidos deben ser grado reactivo analítico, suprapuro o equivalente;
- c) disolución de calcio. Disolver 0,630 g de CaCO_3 , en 50 mL de 1 agua desionizada + 5 HCl concentrado. Si es necesario, hervir cuidadosamente para obtener una completa disolución. Enfriar y diluir a 1 000 mL con agua;
- d) ácido clorhídrico, al 1 %, 10 %, 20 % (v/v), 1:5, 1:1 y concentrado;
- e) ácido nítrico al 2 % (v/v), 1:1 y concentrado;
- f) ácido sulfúrico, al 1 % (v/v);
- g) ácido fluorhídrico 1M;
- h) disolución de lantano. Disolver 58,65 g de óxido de lantano, La_2O_3 , en 250 mL de HCl concentrado. Adicionar lentamente el ácido, hasta la disolución total y diluir a 1 000 mL con agua.
- i) peróxido de hidrógeno al 30%; y
- j) agua Regia. Adicionar tres volúmenes de HCl concentrado a un volumen de HNO_3 concentrado.

A.2 Disoluciones patrón

Secar los reactivos previamente según sea el caso.

Para hidratos utilizar reactivos recientes.

- A.2.1** Aluminio. Disolver 0,100 g de Aluminio metálico en una mezcla ácida de 4 mL de HCl 1 + 1 y 1 mL de HNO₃ concentrado en un vaso de precipitados. Transferir a un matraz de 1 L, adicionar 10 mL de HCl 1 + 1 y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Al.
- A.2.2** Antimonio. Disolver 0,2669 g K(SbO)C₄H₄O₆ en agua, adicionar 10 mL + 1 mL HCl concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Sb.
- A.2.3** Arsénico. Disolver 1,320 g de Óxido de Arsénico As₂O₃ en un matraz volumétrico de 1000 mL. Adicionar 2g de NaOH y disolver en una pequeña cantidad de agua. Llevar al aforo con agua y homogenizar. Esta disolución corresponde a 1000 mg/L (1,00 mL = 100 µg As).
- A.2.4** Bario. Disolver 0,1516 g de BaCl₂ (secado previamente a 250 °C por 2 h), en 10,0 mL de HCl 1 + 1 y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Ba.
- A.2.5** Berilio. Disolver 1,966 g de BeSO₄·4H₂O en agua, adicionar 10,0 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Be.
- A.2.6** Bismuto. Disolver 0,100 g de Bismuto metálico en un volumen mínimo de HNO₃ 1 + 1. Llevar al aforo a 1 000 mL con HNO₃ al 2 % (v/v); 1,00 mL = 100 µg de Bi.
- A.2.7** Boro. Disolver 28,60 g de Ácido Bórico H₃BO₃ en 1 000 mL de agua empleando un matraz volumétrico. Almacenar en un frasco de polietileno. 1,00 mL = 500 µg.
- A.2.8** Cadmio. Disolver 0,100 g de Cadmio metálico en 4 mL de HNO₃ concentrado, adicionar 8 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Cd.
- A.2.9** Calcio: Suspender 0,2429 g de CaCO₃ (secado previamente a 180 °C por 1 h) en agua y disolver cuidadosamente con una mínima cantidad de HNO₃ 1 + 1. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Ca.

- A.2.10** Cesio. Disolver 0,1267 g de cloruro de cesio, CsCl, en 1 000 mL de agua; 1,00 mL = 100 μ g Cs.
- A.2.11** Cromo. Disolver 0,1923 g de CrO₃ en agua. Cuando la disolución sea completa, acidificar con 10 mL de HNO₃ concentrado, y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Cr.
- A.2.12** Cobalto. Disolver 0,1000 g de cobalto metálico en una mínima cantidad de HNO₃ 1 + 1. Adicionar 10 mL de HCl 1 + 1 y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Co.
- A.2.13** Cobre. Disolver 0,100 g de cobre metálico en 2 mL de HNO₃ concentrado, adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Cu.
- A.2.14** Estaño. Disolver 1,000 g de estaño metálico en 100 mL de HCl concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 1 000 μ g Sn.
- A.2.15** Estroncio. Suspender 0,1685 g SrCO₃ en agua y disolver cuidadosamente con una mínima cantidad de HNO₃ 1 + 1. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo con agua a 1 000 mL; 1 mL = 100 μ g Sr.
- A.2.16** Hierro. Disolver 0,100 g de alambre de hierro en una mezcla de 10 mL de HCl 1 + 1 y 3 mL de HNO₃ concentrado Adicionar 5 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Fe.
- A.2.17** Iridio. Disolver 0,1147 g de cloroiridiato de amonio, (NH₄)₂IrCl₆, en un volumen mínimo de HCl al 1 % (v/v) y llevar al aforo a 100 mL con HCl al 1 %; 1,00 mL = 500 μ g Ir.
- A.2.18** Litio. Disolver 0,5323 g de carbonato de litio, Li₂CO₃, en un volumen mínimo de HNO₃ 1 + 1. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Li.
- A.2.19** Magnesio. Disolver 0,1658 g de MgO en un volumen mínimo de HNO₃ 1 + 1, adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado. Llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Mg.
- A.2.20** Manganeso. Disolver 0,1000 g de manganeso metálico en 10 mL de HCl concentrado mezclado con 1 mL de HNO₃ concentrado. Llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Mn.
- A.2.21** Mercurio. Disolver 1,080 g de Óxido de Mercurio HgO en un

volumen mínimo de HCl 1 + 1. llevar al aforo a 1000 mL con agua y homogenizar la solución; 1,00 mL = 1 000 µg.

A.2.22 Molibdeno. Disolver 0,2043 g de $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ en 1 000 mL de agua; 1,00 mL = 100 µg Mo.

A.2.23 Níquel. Disolver 0,1000 g de níquel metálico en 10 mL de HNO_3 concentrado y calentar a disolución completa, enfriar y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Ni.

A.2.24 Oro. Disolver 0,100 g de oro metálico en un volumen mínimo de agua regia. Evaporar a sequedad, disolver el residuo en 5 mL de HCl concentrado, enfriar y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Au.

A.2.25 Osmio. Obtener el estándar 0,1 M de solución de tetróxido de osmio y guardarlo en frasco de vidrio; 1,00 mL = 19,02 mg Os. Hacer diluciones diariamente conforme se utilice usando H_2SO_4 al 1% (v/v).

PRECAUCIÓN: OsO_4 es extremadamente tóxico y volátil.

A.2.26 Paladio. Disolver 0,100 g de alambre de paladio en un volumen mínimo de agua regia y evaporar a sequedad. Adicionar 5 mL de HCl concentrado, 25 mL de agua y calentar a disolución completa. Disolver el residuo en 20 mL de HCl 1 + 1 y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Pd.

A.2.27 Plata. Disolver 0,1575 g de nitrato de plata (AgNO_3) en 100 mL de agua, adicionar 10 mL de ácido nítrico concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Ag.

A.2.28 Platino. Disolver 0,1000 g de platino metálico en un volumen mínimo de agua regia y evaporar a sequedad. Adicionar 5 mL de HCl concentrado y 0,1 g de NaCl y evaporar nuevamente a sequedad. Disolver el residuo en 20 mL de HCl 1 + 1 y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Pt.

A.2.29 Plomo. Disolver 0,1598 g de nitrato de plomo, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, en una mínima cantidad de HNO_3 1 + 1, adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Pb.

A.2.30 Potasio. Disolver 0,1907 g de cloruro de potasio, KCl, (secado previamente a 110 °C) en agua y llevar al aforo a 1 000 mL, 1,00 mL = 100 µg K.

- A.2.31** Renio. Disolver 0,1554 g de perrenato de potasio, $KReO_4$, en 200 mL de agua. Llevar al aforo a 1 000 mL con H_2SO_4 al 1% (v/v); 1,00 mL = 100 μ g Re.
- A.2.32** Rodio. Disolver 0,386 g de hexaclorrodato de amonio, $(NH_4)_6RhCl_6 \cdot 1,5H_2O$, en un volumen mínimo de HCl al 10% (v/v) y llevar al aforo a 1 000 mL con HCl al 10% (v/v); 1,00 mL = 100 μ g Rh.
- A.2.33** Rubidio. Disolver 1,415 g de Cloruro de Rubidio $RbCl$ llevar al aforo en 1 000 mL de agua. 1,00 mL = 100 μ g Rb.
- A.2.34** Rutenio. Disolver 0,205 g de cloruro de rutenio, $RuCl_3$, en un mínimo volumen de HCl al 20 % (v/v) y llevar al aforo a 1 000 mL con HCl al 20 % (v/v); 1,00 mL = 100 μ g Ru.
- A.2.35** Selenio. Disolver 1,000 g de selenio metálico en un volumen mínimo de HNO_3 concentrado. Evaporar a sequedad, adicione 2 mL de agua y evapore a sequedad repetir la operación de 2 a 3 veces. Disuelva en HCL al 10% (v/v) y llevar al aforo a 1000 mL con HCL al 10% (v/v); 1,00 mL = 1 000 μ g Se.
- A.2.36** Silicio. Disolver 0,4730 g de $Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$ en agua. Adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Si. Guardar en polietileno.
- A.2.37** Sodio. Disolver 0,2542 g de cloruro de sodio, $NaCl$ (secado previamente a 140°C), en agua, adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL; 1,00 mL = 100 μ g Na.
- A.2.38** Talio. Disolver 0,1303 g de nitrato de talio, $TlNO_3$, en agua. Adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g Tl.
- A.2.39** Torio. Disolver 0,238 g de nitrato de torio, $Th(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$ y llevar al aforo a 1 000 mL de agua; 1,00 mL = 100 μ g Th.
- A.2.40** Titanio. Disolver 0,3960 g de cloruro de Titanio, $TiCl_4$, en una mezcla de volúmenes iguales de HCl 1N y HF 1N. Llevar al aforo a 1 000 mL de agua L; 1,00 mL = 100 μ g Ti.
- A.2.41** Vanadio. Disolver 0,2297 g de metavanadato de amonio, NH_4VO_3 , en una mínima cantidad de HNO_3 concentrado y calentar a disolución completa. Adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y llevar al aforo a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μ g V.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-AA-051-SCFI-2016
32/39

A.2.42 Zinc. Disolver 0,100 g de Zinc metálico en 20 mL de HCl 1 + 1 y llevar al aforo a 1 000 mL en agua; 1,00 mL = 100 μ g Zn.

Preparar una serie de disoluciones patrón de metales, en la concentración e intervalos óptimos, por medio de la dilución adecuada de las disoluciones stock antes mencionadas, para ello diluir con agua conteniendo el ácido correspondiente.

Apéndice B
(Normativo)

Digestión de muestras por horno de microondas y/o autoclave

B.0 Introducción

La digestión ácida de muestras de agua natural, potable, residual y residual tratada, es una etapa muy importante del proceso de análisis de la muestra.

La digestión en horno de microondas y/o autoclave es un proceso eficiente que se refleja en rapidez, ahorro de reactivos y disminución de emisiones a la atmósfera.

B.1 **Equipo y accesorios**

B.1.1 Sistema de calentamiento por microondas capaz de liberar de 575 W a 1 000 W de potencia. La unidad debe ser capaz de ajustar la potencia a 1 % en un segundo de tiempo, contar con un sistema de control de presión dentro de uno de los vasos y un sistema de ventilación de 2,8 m³/min.

B.1.2 Sistema de calentamiento por autoclave debe tener una válvula de seguridad que se abra a 103,42 kPa (15 lb/plg², se refiere a lbf) de presión del vapor y un manómetro para indicar la presión interna.

B.1.3 Vasos cerrados de teflón. El vaso debe ser transparente a las microondas y resistir la presión interna y temperatura recomendadas por el fabricante para este tipo de muestras. El vaso debe tener válvula de seguridad con una membrana de ruptura u otro mecanismo para prevenir la posible ruptura del vaso, proyección de la tapa o pérdida de muestra.

B.1.4 Los vasos usados para digestión en autoclave pueden ser los mismos u otros vasos que soporten 15 libras y 125 °C por tiempos que pueden ser dos o tres veces mayores que los tiempos de digestión en microondas.

B.1.5 Los ácidos utilizados deben ser de alta pureza para el análisis de trazas.

B.2 Procedimiento

B.2.1 En un vaso de teflón de 100 mL transferir 50 mL de la muestra. Identificar los vasos con el contenido.

B.2.2 Si la muestra se analiza por flama, añadir los ácidos y volúmenes

recomendados por el fabricante.

- B.2.3** Si la muestra se analiza por horno de grafito añadir 5 mL de ácido nítrico suprapuro.
- B.2.4** Tapar los recipientes herméticamente y programar el horno de microondas según las instrucciones del fabricante. Incluir un blanco y un estándar de digestión.
- B.2.5** El periodo de digestión puede variar de 30 min a 50 min, dependiendo de las características de la muestra y de la potencia aplicada.
- B.2.6** Sacar y enfriar a temperatura ambiente los vasos del horno de microondas y/o sumergir en agua fría.
- B.2.7** Dentro de una campana de extracción, agitar para mezclar la disolución y ventilar a la atmósfera, para evitar cualquier tipo de presión de gas dentro de los vasos, destapar.
- B.2.8** Abrir y filtrar si se requiere para retener silicatos y otros materiales insolubles. No lave o diluya la muestra digerida. El volumen final de la muestra debe ser de 50 mL.

NOTA: Para usar el autoclave en la digestión de la muestra, se sigue el mismo procedimiento, excepto que el tiempo de la digestión se duplica como mínimo.

Apéndice C (Normativo)

Digestión de muestras para la medición de mercurio por generación de vapor frío

C.0 Introducción

El mercurio en las muestras de aguas naturales, potables residuales y residuales tratadas, puede estar presente en forma inorgánica, orgánica y elemental. La generación de vapores a partir de cada una de las formas, por medio de la reducción con cloruro estanoso, no es igual, por lo que se requiere de una digestión para oxidar los diferentes mercurios y pasen a la forma de (Hg^{++}).

C.1 Reactivos

- a) Agua Tipo I;
- b) disolución patrón de mercurio;
- c) ácido nítrico concentrado grado suprapuro (HNO_3)
- d) disolución de permanganato de potasio (KMnO_4) al 5 %;
- e) disolución de persulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) al 5 %;
- f) disolución de cloruro de sodio con sulfato de hidroxilamina: disolver 12 g de NaCl y 12 g de $(\text{NH}_2\text{OH}) \text{H}_2\text{SO}_4$ en agua y llevar al aforo a 100 mL. Se puede sustituir por cloruro de hidroxilamina al 10 %;
- g) disolución de cloruro estanoso al 10 % en HCl al 20 % o como lo indique el fabricante del equipo,
- h) ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.

C.2 Procedimiento de digestión y estandarización

C.2.1 Preparar la disolución de trabajo de 100 μg /L (0,1 mg/L) a partir de la disolución patrón de 1 000 mg/L de mercurio.

C.2.2 Tomar la cantidad de muestra y patrones necesarios según las indicaciones del fabricante del equipo.

C.2.3 Preparar 100 mL de cada uno de los patrones de trabajo, del blanco y de la muestra, procediendo de acuerdo a la secuencia presentada en la tabla C1 como se describe en los siguientes

pasos:

- Paso 1. Cantidad en mL de blanco, patrones y muestra.
- Paso 2. Concentración de mercurio en los patrones de trabajo y la concentración desconocida de la muestra (X).
- Paso 3. Añadir 2 mL de H₂SO₄.
- Paso 4. Añadir 1 mL de HNO₃.

TABLA C1.- Procedimiento de digestión y estandarización

Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6	Paso 7
Poner en un frasco mL	Hg mg/L	H ₂ SO ₄ Concentrado mL	HNO ₃ Concentrado mL	Disolución KMnO ₄ mL	Disolución K ₂ S ₂ O ₈ mL	Disolución Hidroxilamina a que desaparezca el color (mL)
100 blanco	0,000 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 1	0,000 5	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 2	0,001 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 3	0,002 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 4	0,005 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 5	0,010	2	1	6	3,2	0 - X
100 muestra	X	2	1	6	3,2	0 - X

- Paso 5. Añadir la disolución de permanganato de potasio hasta que permanezca el color (puede ser menos o más de la indicada en la tabla C 1) y reposar por 15 min para asegurar la oxidación total. Cuando la matriz de la muestra está baja en material orgánico se aumenta el tiempo de reposo de 15 min a aproximadamente 2 h y se continúa en el paso 7 y 8.
- Paso 6. Añadir la disolución de persulfato de potasio y calentar en baño maría a 95 °C por 2 h. Enfriar a temperatura ambiente.
- Paso 7. Añadir la cantidad necesaria de la disolución de hidroxilamina para reducir el exceso de permanganato (decoloración de la muestra).
- Paso 8: Añadir la disolución de cloruro estano para liberar el

mercurio en estado basal. El vapor atómico de mercurio es llevado a la celda de absorción para su detección.

Para el caso de mercurio utilizando el borohidruro de sodio se realiza una digestión ácida.

C.3 Método de digestión por microondas

C.3.1 Reactivos adicionales

Ácido clorhídrico, $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/mL}$ (concentrado).

C.3.2 Aparatos adicionales:

- a) Horno de microondas, con poder programable en el cual la distribución de energía sea uniforme sobre las muestras, y
- b) recipientes plásticos, de 100 mL de capacidad, volumen total aproximado de 140 mL, hecho de politetrafluoroetileno (PTFE) o perfluoroalcoxi (PFA), equipado con una válvula de desfogue capaz de resistir una presión aproximada de 1 000 kPa.

NOTA: Las instrucciones del fabricante deben ser estrictamente observadas.

C.3.3 Procedimiento

C.3.3.1 Transferir 40 mL de la muestra de agua estabilizada al vaso de digestión.

C.3.3.2 Añadir 4 mL de ácido nítrico y 1 mL de ácido clorhídrico.

C.3.3.3 Mezclar y dejar reposar por aproximadamente 5 min.

C.3.3.4 Cerrar firmemente el vaso y colocarlo en el horno de microondas.

C.3.3.5 Calentar el horno de acuerdo a la especificación.

C.3.3.6 Remover el vaso del horno de microondas y dejar enfriar.

C.3.3.7 Ventear para eliminar la sobre presión (humos de la cabeza del vaso).

C.3.3.8 Si una cantidad diferente de muestra es empleada, y consecuentemente, diferentes volúmenes de reactivos han sido usados, diluir la muestra digerida a un volumen específico.

- C.3.3.9** Analizar la muestra digerida tan pronto como sea posible.
- C.3.3.10** Preparar un blanco de reactivos de la misma manera que se preparó la muestra, empleando agua y adicionando la misma cantidad de reactivos para la digestión.

17 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-001-SEMARNAT-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores – Muestreo, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
- NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos, publicado en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.
- EPA Method 200.9, "Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace Atomic Absorption"
- Methods "Metals by atomic Absorption Spectrometry", Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, USA, American Public Health Association (APHA), Washington, DC 20005, 21th Edition 2005.
- ISO 5961: 1994. Water quality. Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry.
- ISO 7980:1986. Water quality - Determination of calcium and magnesium. Atomic absorption spectrometric method.
- ISO 8288:1986. Water quality – Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead – flame - atomic absorption spectrometric methods.
- ISO 11969: 1996. - Water quality - Determination of arsenic - atomic absorption spectrometric method (hydride technique).

- ISO 5666: 1999. - Water quality - Determination of mercury.
- ISO 9174: 1998 Water quality — Determination of chromium — Atomic absorption spectrometric methods.
- ISO 9965: 1993 Water quality - Determination of selenium - Atomic absorption spectrometric method (hydride technique).
- ISO 12020: 1997 Water quality - Determination of aluminium - Atomic absorption spectrometric methods.
- ISO 15586: 2003 Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace.
- ISO 17378-2: 2006 Water quality — Determination of arsenic — Part 2: Method using hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-AAS).
- ISO 17379-2: 2006 Water quality — Determination of selenium — Part 2: Method using hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-AAS).
- ISO 9964-2: 1993 Water quality - Determination of sodium and potassium - Part 2: Determination of potassium by atomic absorption spectrometry.

Ciudad de México, a

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS
ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA