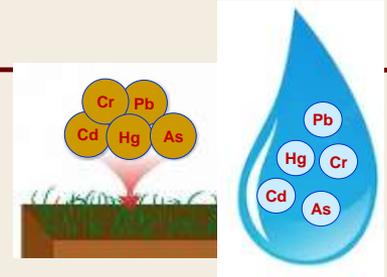


“Diálogos Sectoriales”

Perspectivas y desafíos en metrología:
Visión 2030, CENAM, 2024



08 Materiales de Referencia para calidad de agua y suelo



“Mediciones Inorgánicas”

Presenta

M. en C. María del Rocío Arvizu Torres

Dirección de Análisis Inorgánico

Dirección Metrología de Materiales

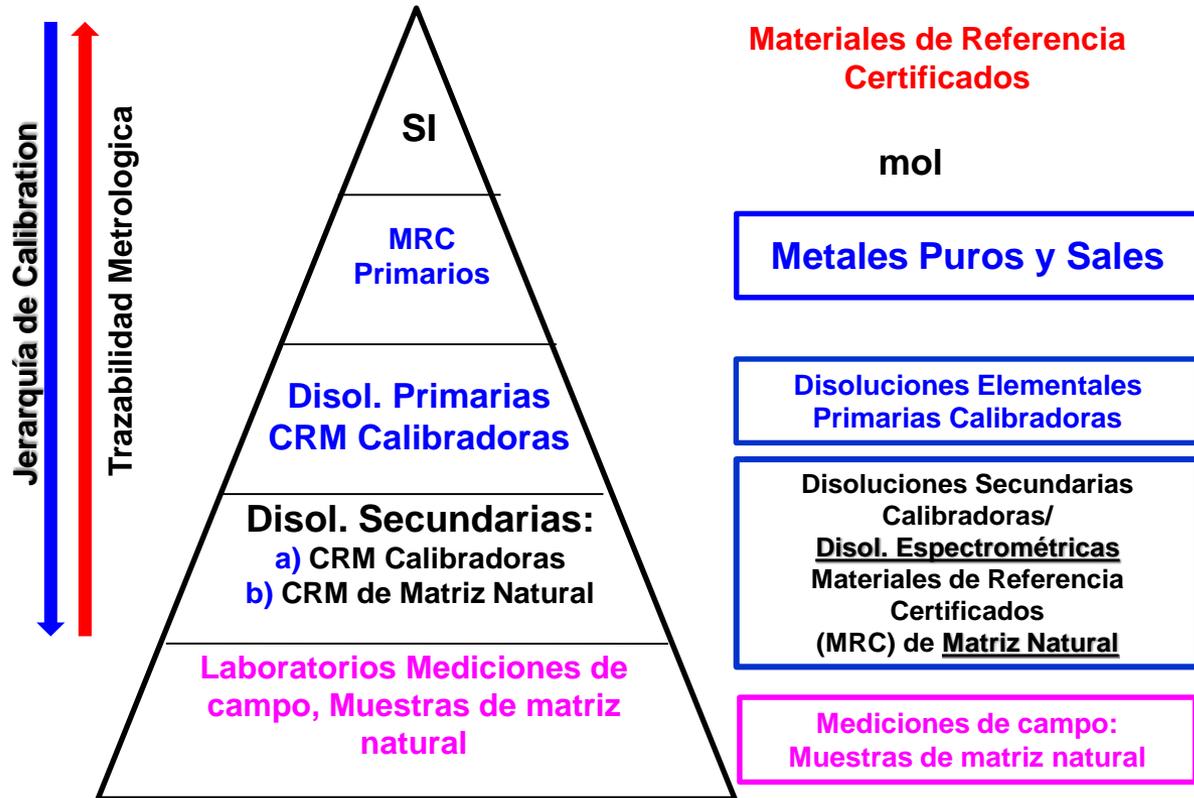
Abril 17, 2024



ECONOMÍA
SECRETARÍA DE ECONOMÍA

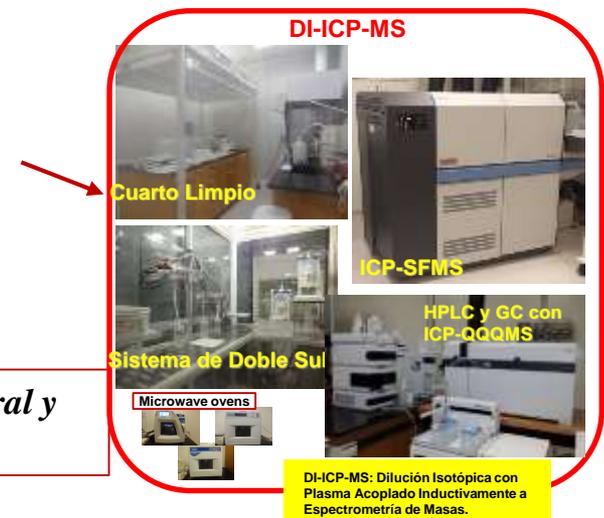


Trazabilidad al SI de Unidades de Cantidad de Sustancia de Elementos Químicos



- **Elementos químicos tóxicos /contaminantes inorgánicos**
- **Elementos químicos de carácter nutricional**
- **Elementos de Valor Industrial**

CNM-PNQ-5 Patrón Nacional, Dilución Isotópica con ICP-SFMS y ICP-QQMS



DI-ICP-MS: Dilución Isotópica con Plasma Acoplado Inductivamente a Espectrometría de Masas.

Matriz Natural y Sintética

CCQM-IAWG/15-21-2015

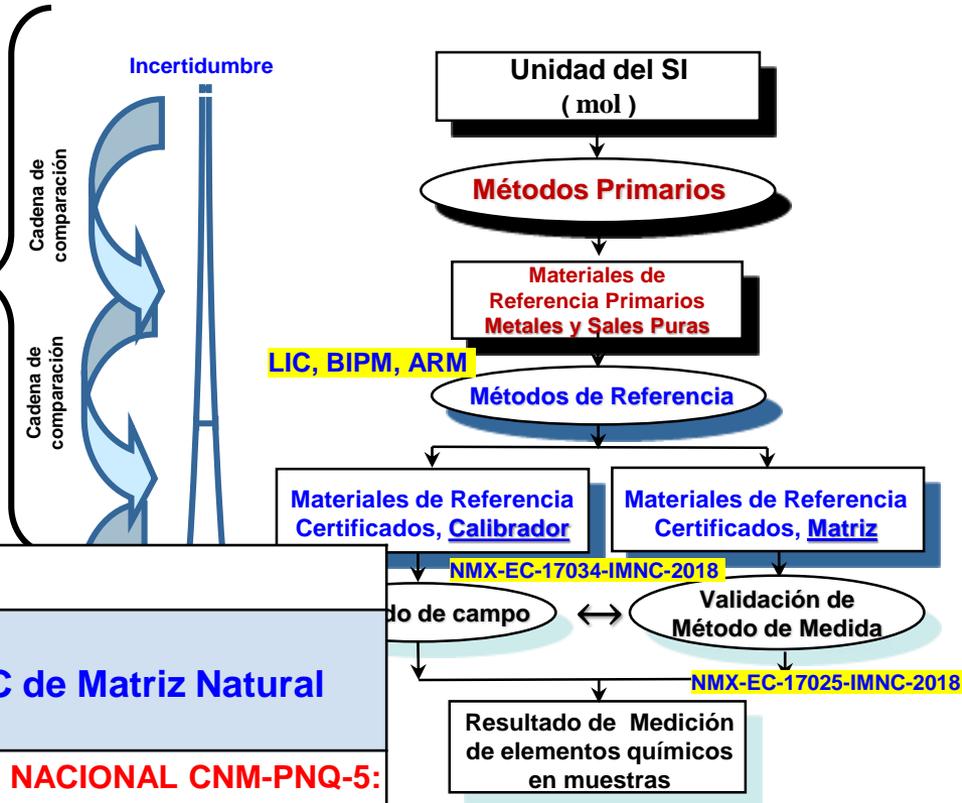
$$k_{(B,x)} = k_{(B,z)} \cdot \frac{m_{yx} \cdot m_z \cdot [R_y - R_{bx}] \cdot [R_{bz} - R_z]}{m_x \cdot m_{yz} \cdot [R_{bx} - R_x] \cdot [R_y - R_{bz}]}$$

La trazabilidad metrológica en mediciones inorgánicas

- La trazabilidad metrológica es **sinónimo de calidad** en las mediciones de **elementos químicos**.
- No se puede establecer trazabilidad metrológica, sin la **incertidumbre de medida**.

Cumplimiento de trazabilidad metrológica al SI :

Por parte de los C y Productores de los **MRC** y **Laboratorios Nacionales de Metrología (NMI)**



Lineas de Trabajo, MRC

Metales puros → Disoluciones monoelementales Calibradoras			MRC de Matriz Natural
Certificación MRC Metales Puros Caracterización: ICP-SFMS CGHE CE	Preparación Gravimétrica: Balanzas Analíticas	Certificación ICP-AES	PATRON NACIONAL CNM-PNQ-5: DI-ICP-QQQMS DI-ICP-SFMS Hornos Microondas CG-ICP-QQQMS HPLC-ICP-QQQMS ICP-AES EAAF, EAA-VF, EAA-GH, EAA-ET Uv-Vis

Laboratorios: 11
Instrumentos: 12
Otros Equipos: 9

CENAM cuenta con técnicas analíticas espectroscópicas para medir elementos químicos



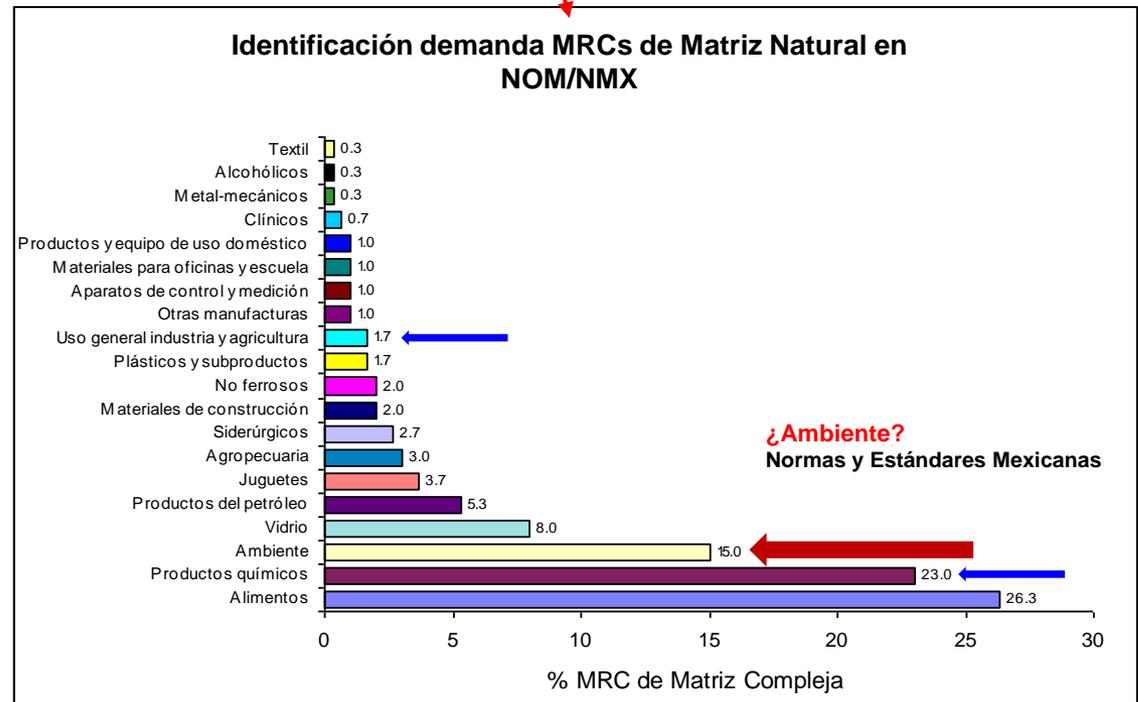
Laboratorios: 11 (7 en Q y 4 en C)
Instrumentos: 12
Otros Equipos: 9

Principales sectores

Basado en la revisión de las normas NOM/NMX

Sectores	Metales puros		Calibradores		Matriz Natural	
	NOM	NMX	NOM	NMX	NOM	NMX
Agua	2	9		6	5	11
Alimentos	20	28	22	24	23	25
Ambiente laboral			1		8	
Ciencia forense					1	
Fuentes fijas					1	
Investigación		15		4	1	8
Química		125	5	157	2	149
Residuos	14	3	14	3	7	4
Sanidad agropecuaria	7	22	6	31	1	16
Otros	9	22	4	1	2	
TOTAL	52	224	52	226	50	213

JVL, 2017

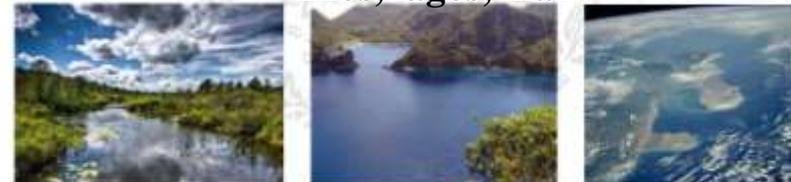


Ley de Aguas Nacionales



Título Sexto

Cuerpos de agua o cuerpo receptor
 Ríos, lagos, mar



Regulación Nacional en Materia Agua

SEMARNAT
7

Contempla usos:

- ✓ Ley General del equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente
- ✓ La Ley de Aguas Nacionales y su Reglamento

CONAGUA
11

SSA
9

- **NOM-001-Semarnat-2021** Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.
- **NOM-002-Semarnat-1996** Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal.
- **NOM-003-Semarnat-1997** Establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reusen en servicios al público.
- **NOM-004-Semarnat-2002** Protección ambiental.- Lodos y biosólidos.- Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final.
- **NOM-022-Semarnat-2003** Establece las especificaciones para la preservación, conservación, aprovechamiento sustentable y restauración de los humedales costeros en zonas de manglar.
- **NOM-083-Semarnat-2003** Especificaciones de protección ambiental para la selección del sitio, diseño, construcción, operación, monitoreo, clausura y obras complementarias de un sitio de disposición final de residuos sólidos urbanos y de manejo especial.
- **NOM-141-Semarnat-2003** Establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como las especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción, operación y post-operación de presas de jales.

- **NOM-001-CONAGUA-2011** Sistemas de agua potable, toma domiciliaria y alcantarillado sanitario. Hermeticidad, especificaciones y métodos de prueba.
- **NOM-002-CNA-1995** Toma domiciliaria para abastecimiento de agua potable. Especificaciones y métodos de prueba.
- **NOM-003-CONAGUA-1996** Requisitos durante la construcción de pozos de extracción de agua para prevenir la contaminación de acuíferos.
- **NOM-004-CONAGUA-1996** Requisitos para la protección de acuíferos durante el mantenimiento y rehabilitación de pozos de extracción de agua y para el cierre de pozos en general.
- **NOM-005-CONAGUA-1996** Fluxómetros. Especificaciones y métodos de prueba.
- **NOM-009-CONAGUA-1998** Inodoros para uso sanitario. Especificaciones y métodos de prueba.
- **NOM-010-CNA-1999** Válvula de admisión y válvula de descarga para tanque de inodoro. Especificaciones y métodos de prueba.
- **NOM-011-CONAGUA -2015** Conservación del recurso agua. Establece las especificaciones y el método para determinar la disponibilidad media anual de las aguas nacionales.
- **NOM-013-CNA-2000** Redes de distribución de agua potable. Especificaciones de hermeticidad y métodos de prueba.
- **NOM-014-CONAGUA-2003** Requisitos para la recarga artificial de acuíferos con agua residual tratada.
- **NOM-015-CONAGUA-2007** Infiltración artificial de agua a los acuíferos. Características y especificaciones de las

- **NOM-013-SSA1-1993** Requisitos sanitarios que debe cumplir la cisterna de un vehículo para el transporte y distribución de agua para uso y consumo humano.
- **NOM-014-SSA1-1993** Procedimientos sanitarios para el muestreo de agua para uso y consumo humano en sistemas de abastecimiento públicos y privados.
- **NOM-127-SSA1-2021** Salud ambiental. Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización.
- **NOM-179-SSA1-2020** Vigilancia y evaluación del control de calidad del agua para uso y consumo humano, distribuida por sistemas de abastecimiento público.
- **NOM-230-SSA1-2002** Salud ambiental. Agua para uso y consumo humano, requisitos sanitarios que se deben cumplir en los sistemas de abastecimiento públicos y privados durante el manejo del agua. Procedimientos sanitarios para el muestreo.
- **NOM-244-SSA1-2020** Para evaluar la eficiencia en reducción bacteriana en equipos y sustancias germicidas para tratamiento doméstico de agua.
- **NOM-245-SSA1-2010** Requisitos sanitarios y calidad del agua que deben cumplir las albercas.
- **NOM-201-SSA1-2015** Productos y servicios. Agua y hielo para consumo humano, envasados y a granel.
- **NOM-117-SSA1-1994** Bienes y servicios. Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, hierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica.

https://ctaem.edomex.gob.mx/normas_sector_agua#:~:text=NOM%2D127%2DSSA1%2D1994,por%20sistemas%20de%20abastecimiento%20p%3Bablico.

MRC establecen Trazabilidad al SI de Unidades: Disoluciones espectrométricas elementales

MRC para calibrar instrumentos para medición de **elementos en agua**

Normatividad		Campo de aplicación	Elemento	Técnica analítica	
NOM	NMX				
NOM-001-SEMARNAT-2021	NMX-AA-051-SCFI-2016 EAAF	Descargas de aguas residuales en cualquier tipo de cuerpo receptor propiedad de la Nación Suelo	As	Espectrometría de absorción atómica (AA)	
			Cd		
			CN		
	NMX-AA-131/1-SCFI-2021 ICP-AES		NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Cu	Espectrometría de emisión atómica (ICP-AES) NMX-131/1
				Cr	
				Hg	
				Ni	
NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Pb	Espectrometría de masas (ICP-MS) NMX-131/2		
		Zn			
NOM-002-SEMARNAT-1996	NMX-AA-051-SCFI-2016 EAAF	Descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal	As	Espectrometría de absorción atómica (AA)	
			Cd		
			CN		
	NMX-AA-131/1-SCFI-2021 ICP-AES		NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Cu	Espectrometría de emisión atómica (ICP-AES) NMX-131/1
				Cr VI	
				Hg	
				Ni	
NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Pb	Espectrometría de masas (ICP-MS) NMX-131/2		
		Zn			
NOM-127-SSA1-2021	NOM-117-SSA1-1994 AAF	Agua para uso y consumo humano	Al	Espectrometría de absorción atómica (AA)	
			As		
			Ba		
	NMX-AA-131/1-SCFI-2021 ICP-AES		NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Cr	Espectrometría de emisión atómica (ICP-AES), anexo B.4.2 NOM-127
				Fe	
				Mn	
				Hg	
	NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS		NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Ni	Espectrometría de emisión atómica (ICP-AES) NMX-131/1
				Pb	
NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	NMX-AA-131/2-SCFI-2021 ICP-MS	Se	Espectrometría de masas (ICP-MS) NMX-131/2		
		CN			

83 %

Servicios metrológicos para química inorgánica

Materiales de Referencia Certificados

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac	Ku	Ha													
		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lw		

www.cenam.mx/materiales

MRC Disoluciones Espectrométricas Calibradores elementales

Clave	MRC disponibles por CENAM
CMR-6200401	Disolución espectrométrica de bario
CMR-6200110f	Disolución espectrométrica de mercurio
CMR-6200522b	Disolución espectrométrica de fósforo
CMR-6200057e	Disolución espectrométrica de potasio
CMR-6200017j	Disolución espectrométrica de cobre
CMR-6200078f	Disolución espectrométrica de aluminio
CRM-6200063f	Disolución espectrométrica de plomo
CMR-6200061g	Disolución espectrométrica de zinc
CMR-6100056c	Disolución espectrométrica de sodio
CMR-6100094e	Disolución espectrométrica de cromo
CMR-6100040f	Disolución espectrométrica de níquel
CMR-6100312d	Disolución espectrométrica de arsénico
CMR-6100086d	Disolución espectrométrica de hierro
CMR-6100055e	Disolución espectrométrica de calcio
CMR-6100085f	Disolución espectrométrica de cadmio



Regulación Nacional en Suelo

MRC identificados, ¿Prioridad, colaboración?

➤ **NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004**, Que establece criterios para determinar las concentraciones de remediación de suelos contaminados por arsénico, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plomo, selenio, talio y vanadio.

➤ **NOM-021-RECNAT-2000**, Que establece las especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos. Estudios, muestreo y análisis.

➤ **NOM-141-SEMARNAT-2003**, que establece el procedimiento para caracterizar los jales, así como las especificaciones y criterios para la caracterización y preparación del sitio, proyecto, construcción, operación y postoperación de presas de jales.

Arsénico
 Bario
 Berilio
 Cadmio
 Cromo VI
 Mercurio
 Níquel
 Plata
 Plomo
 Selenio
 Talio
 Vanadio

Cobre
 Hierro
 Aluminio
 Potasio
 Zinc
 Manganeseo
 Silicio
 Calcio
 Magnesio



Oportunidad de Mejora, MRCs Disol Esp. (Calibradores)



Ag	Co	Mg	Sb
Al	Cr	Mn	Se
As	Cu	Mo	Sn
Ba	Fe	Na	Sr
Be	Hg	Ni	Tl
Ca	K	Os	V
Cd	Li	Pb	Zn

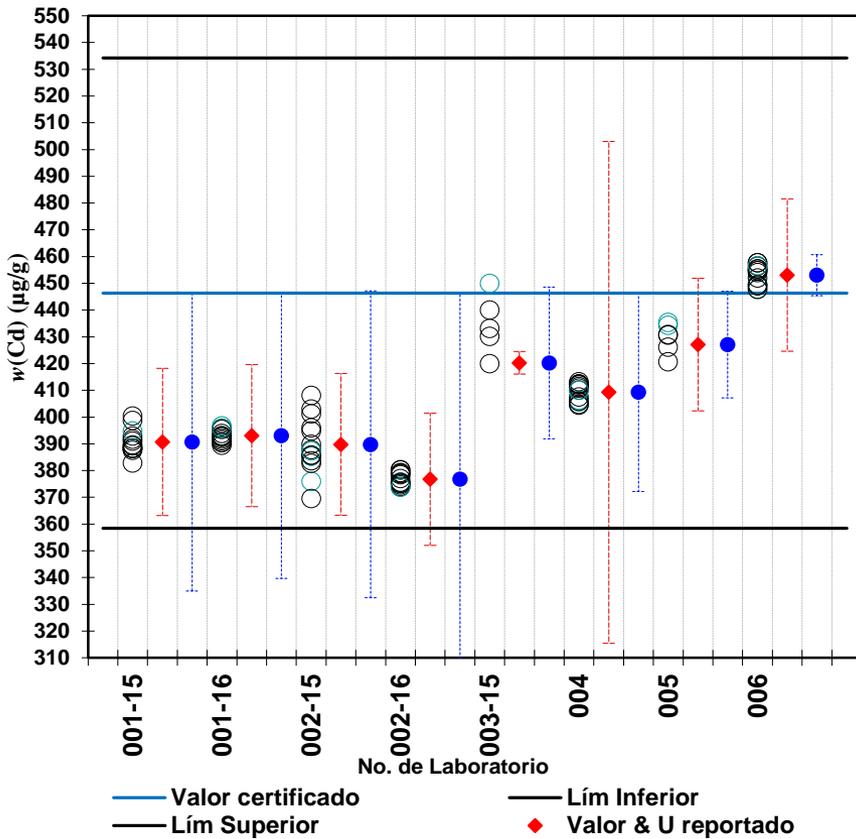
MRC de Matriz, Ambiente

CMR-6200625a	Carbón mineral
CMR-6200752a	Arcilla de litio
CMR-6200675a	Concentrado de Cobre
CMR-6200526a	Suelo industrial

Caso mediciones en suelo NOM-147

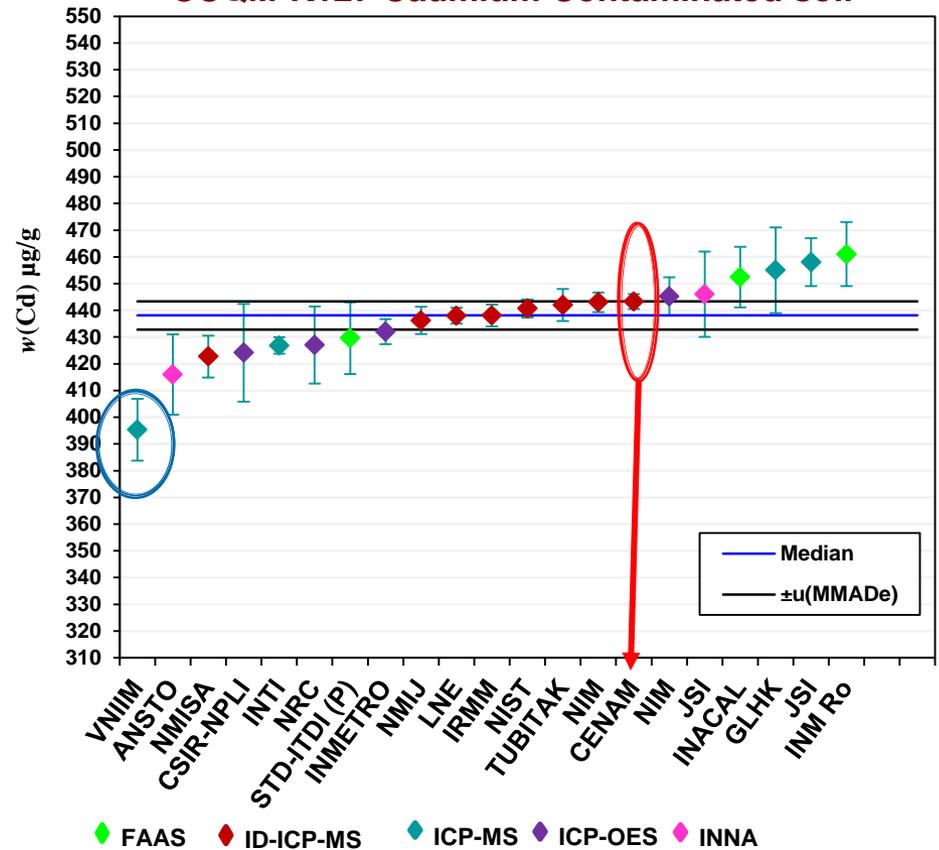
Oportunidades de mejora

Ensayo de aptitud técnica, Cd



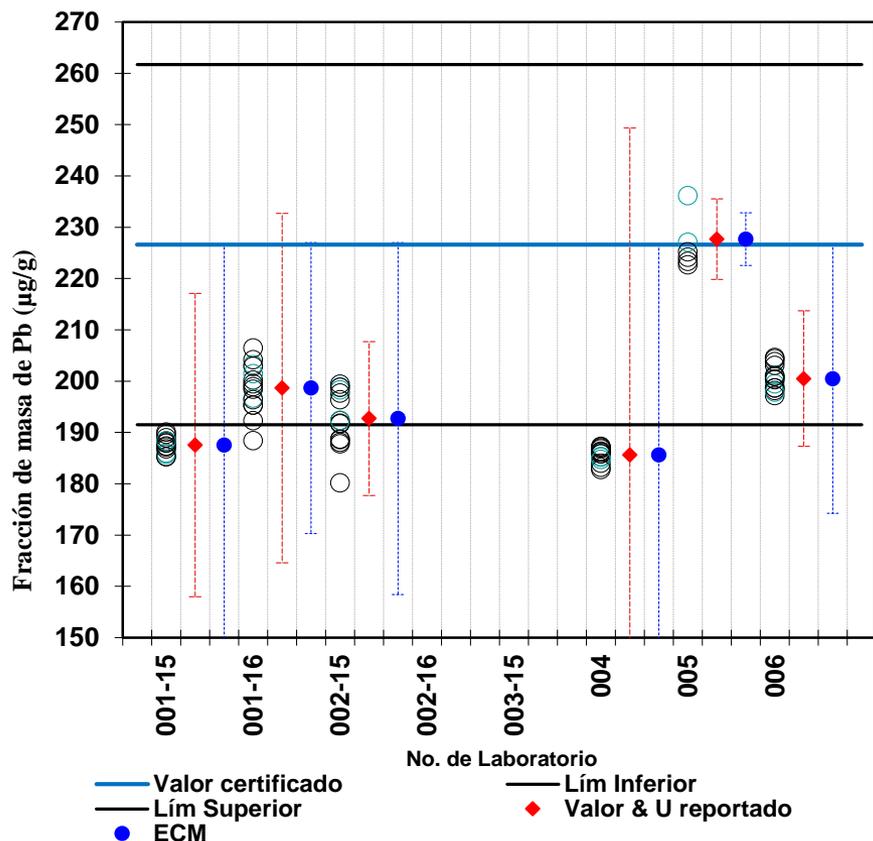
VALOR CERTIFICADO: 446,3 µg/g
Incertidumbre (U): ± 29,3 µg/g

Soporte Comparación Internacional
 CCQM-K127 Cadmium Contaminated soil



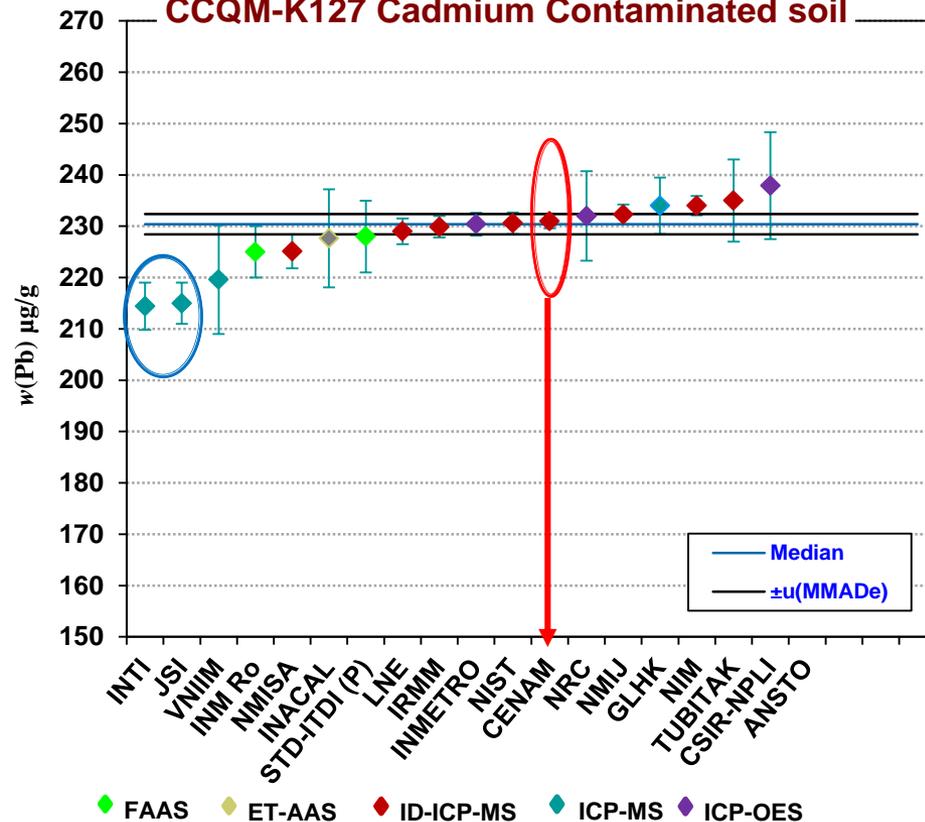
Caso mediciones en suelo NOM-147 Oportunidades de mejora

Ensayo de aptitud técnica, Pb



VALOR CERTIFICADO: 226,6 $\mu\text{g/g}$
Incertidumbre (U): \pm 11,7 $\mu\text{g/g}$

Soporte Comparación Internacional CCQM-K127 Cadmium Contaminated soil

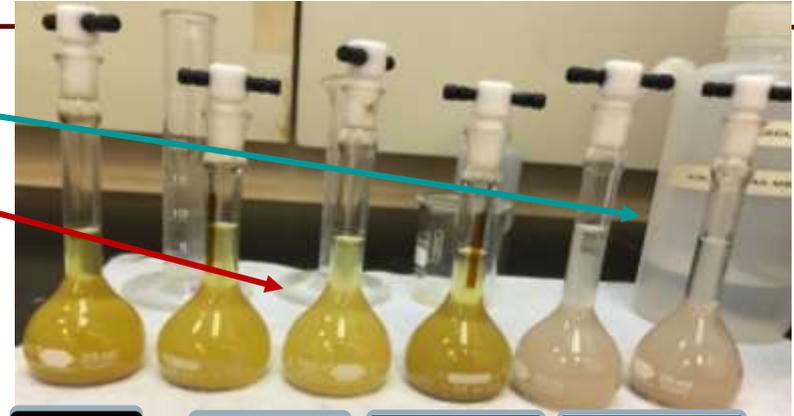


Comparación Métodos de preparación Norma vs CENAM

NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004

NOM- ANEXO, Apéndice Normativo B.2

0.5 g muestra es digerida con 10 mL de ácido nítrico; o con 9 mL de HNO₃ y 3 mL de ácido clorhídrico, El tiempo de digestión para cada grupo de muestras es de 10 minutos. La temperatura de cada muestra se puede elevar hasta $(175 \pm 5) ^\circ\text{C}$ en aproximadamente (5.5 ± 0.25) minutos y mantenerse a $(175 \pm 5) ^\circ\text{C}$ por 4.5 minutos



JSI Cambisol éútrico DMR-526a Riolítico SRM-2710a DMR-526a Riolítico

Método CENAM, CCQM-K127 y DMR-526a

0.3 a 0.5 g de muestra

4 mL Ácido nítrico
10 mL Ácido clorhídrico
2 mL Ácido fluorhídrico
2 mL Peróxido de hidrogeno
1 mL Ácido bórico 4.5 %

6 Etapas digestión, total ≈ 2 h



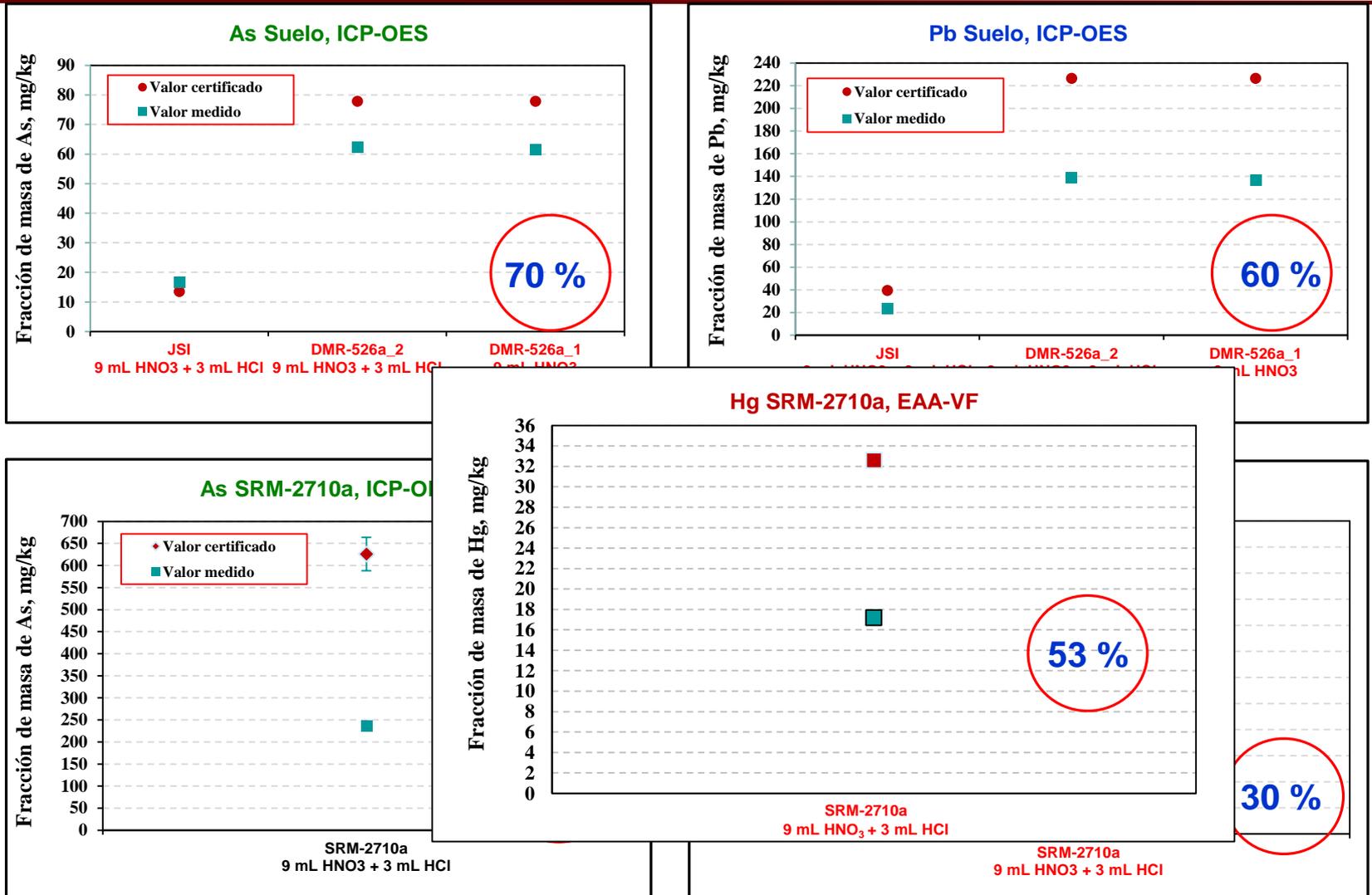
Muestra JSI
Cambisol éútrico

Muestra DMR-526a
Riolítico

SRM-2710a/
SRM-2711a

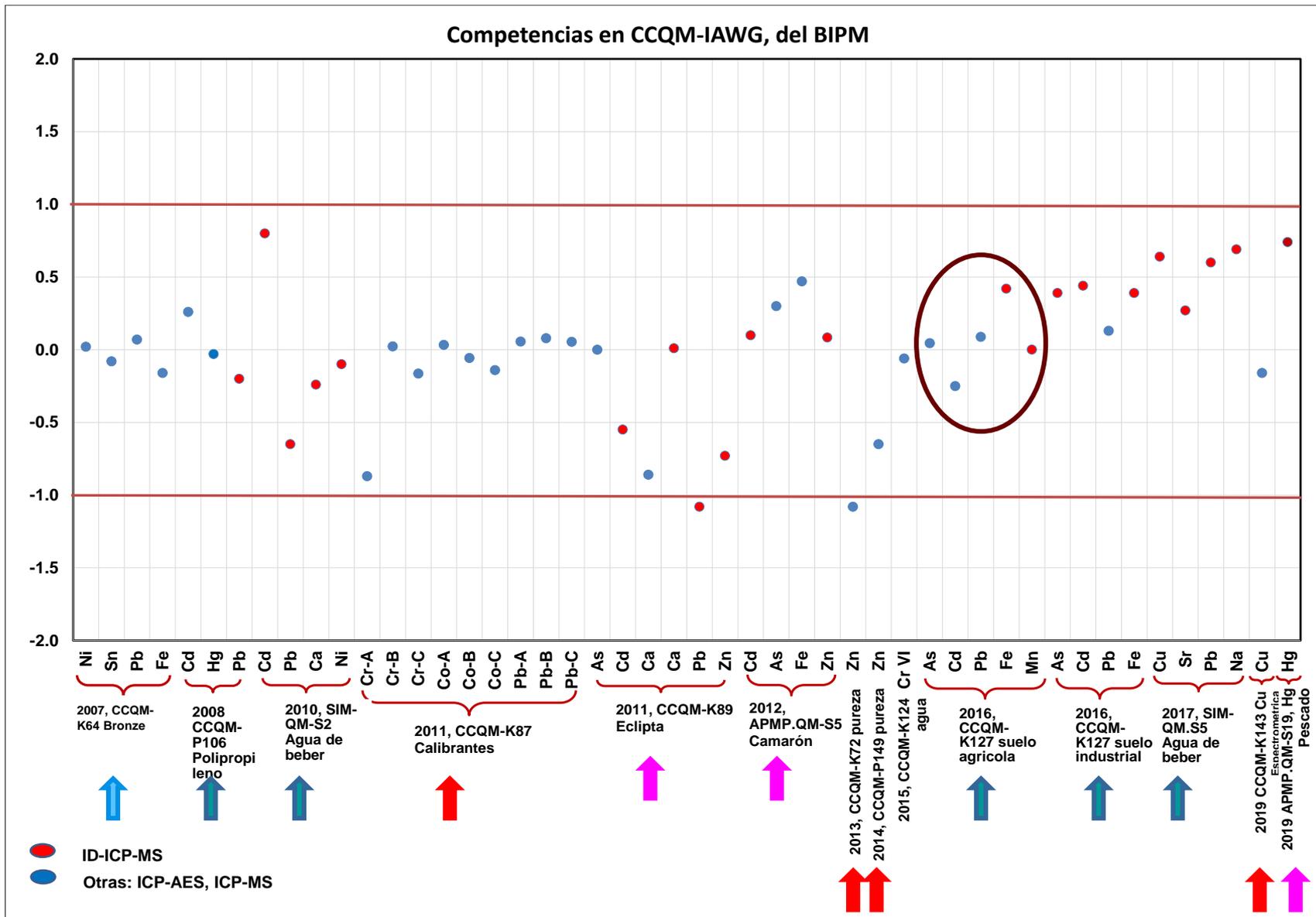
Aplicación NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004

Recobro de As, Pb y Hg



Soporte de capacidad de medición ante CCQM-BIPM

Grados de equivalencia



Soporte de capacidad de medición ante CCQM-BIPM

Capacidades de Mediciones inorgánicas Declaradas (CMCs)

Capacidades de Medición Declaradas en BIPM desde 2001 a la fecha

TOTAL CENAM ≈ 750

Total en 600: 331

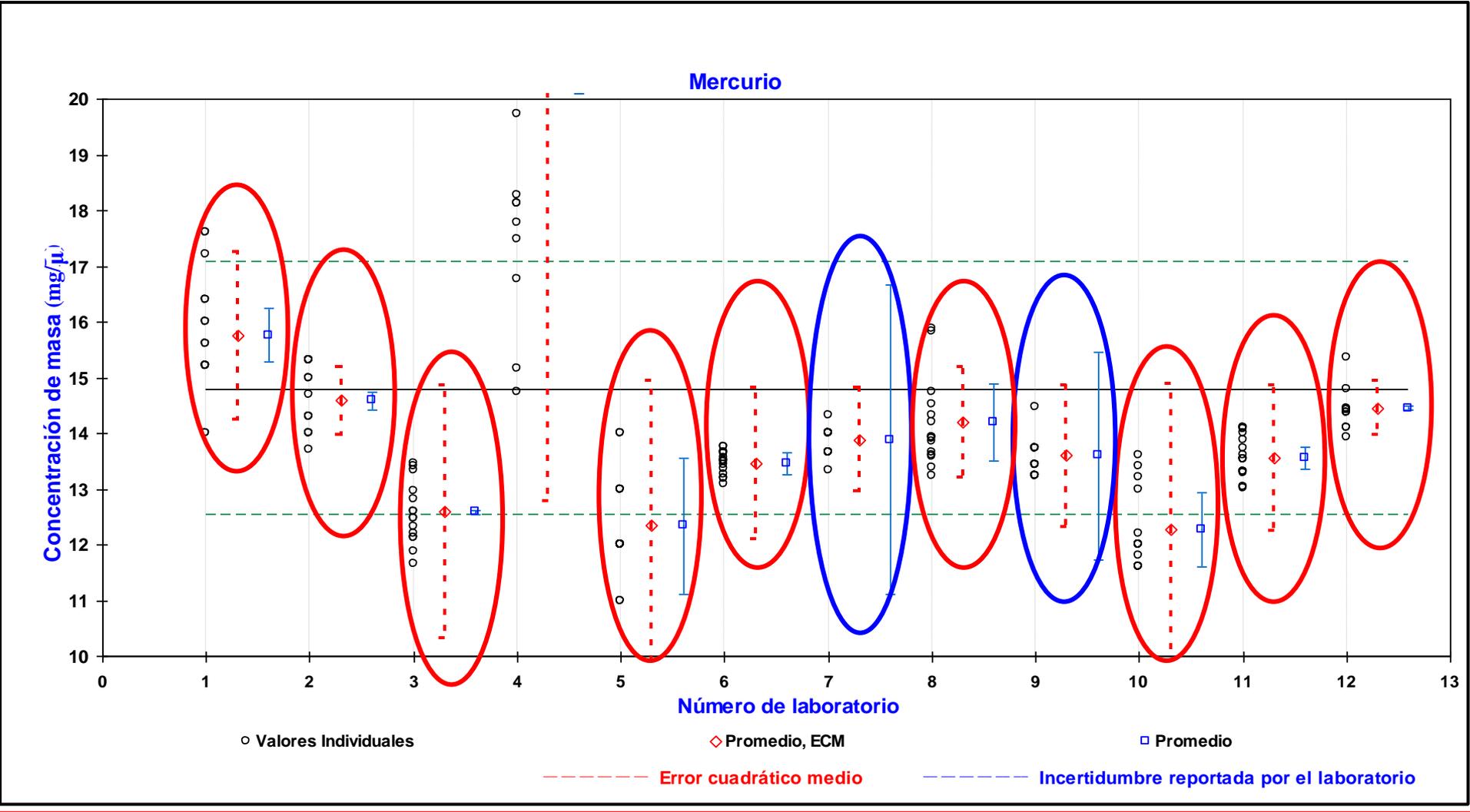
Total en GEM: 84

Comparaciones Piloto y Clave: 52 (1999 a la fecha)

Category	Measurement service	Total
	Sub Category No.	
1	High purity chemicals	8
1.3	Metals	8
2	Inorganic solutions	34
2.1	Elemental	34
5	Water	11
5.1	Fresh water	10
5.2	Contaminated water	1
8	Metal and metal alloys	7
8.2	Non-ferrous metals	7
9	Advanced materials	3
9.3	Polymers and plastics	3
11	Food	15
11.1	Nutritional constituents	6
11.2	Contaminants	9
13	Sediments, soils, ores, and particulates	5
13.1	Sediments	2
13.2	Soils	4
13.3	Ores	2
Total		84

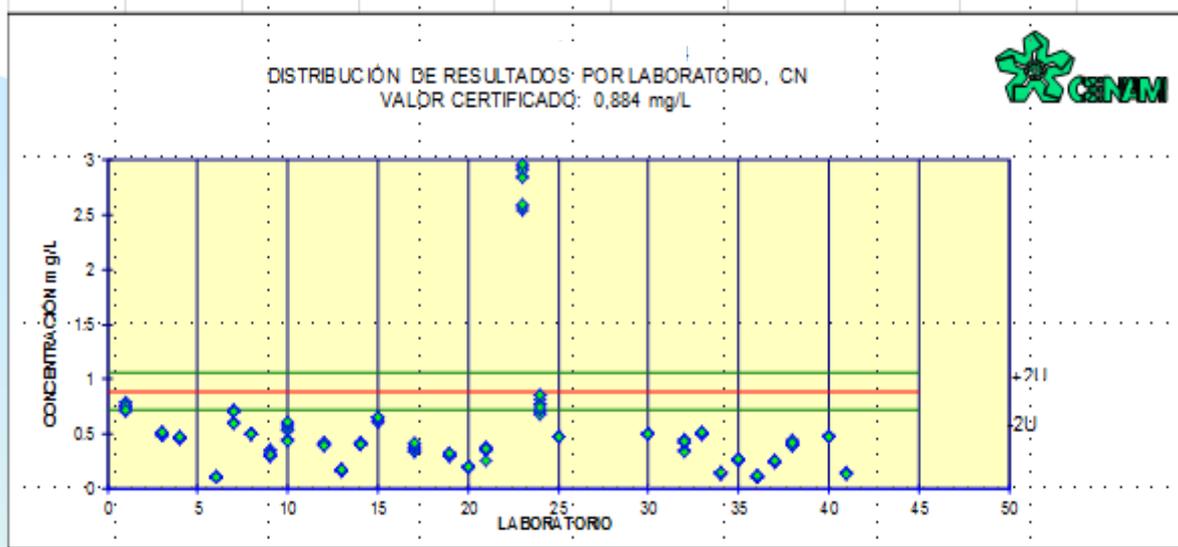
Experiencia CENAM: EA Resultados de Hg en Agua

Valores individuales, ECM e Incertidumbre



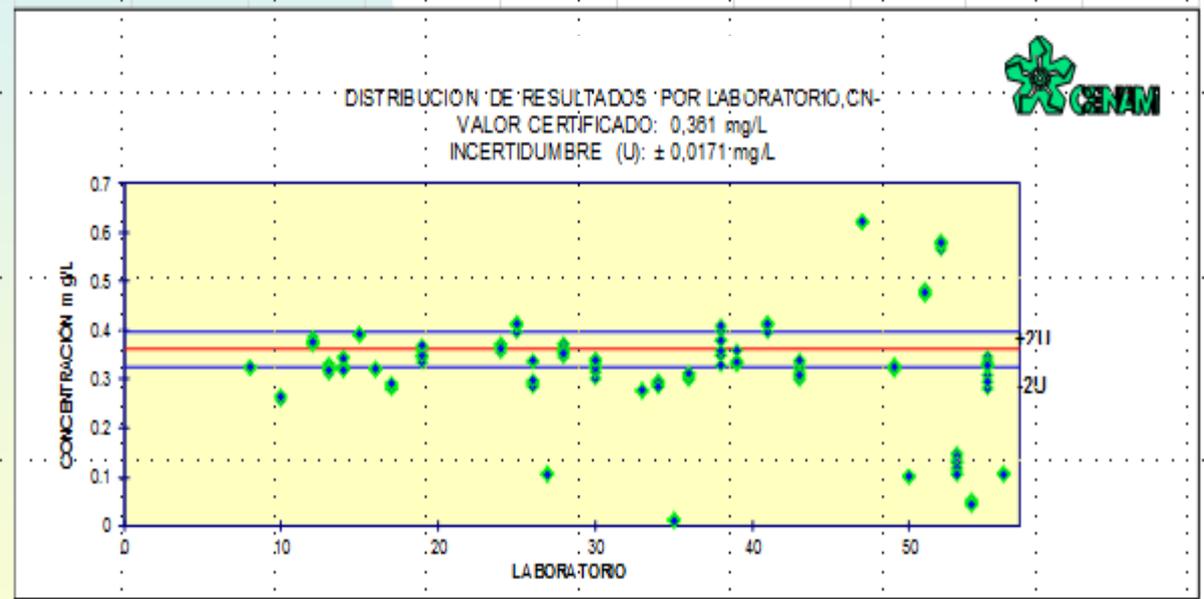
sobreestimado
subestimado

VALOR CERTIFICADO: 14.79 $\mu\text{g/L}$
Incertidumbre (U): \pm 0.57 $\mu\text{g/L}$
ECMR Crítico: 4



¿Quién está bien?

¿Qué cambio?



Vision al 2030: Desarrollo de MRC de **Especiación de elementos contaminantes y tóxicos en matriz natural**

Proyecto identificado desde 2015
 Universidad de Zacatecas: **As, As III, As V, MMA y DMA** en orina, suero, cabello

As, Hg

**ICP-
QQQMS**



Hg-ox

**16ENV01
Metrology for
oxidised mercury**



arsenito, arseniato,
ácido
monometilarsónico,
ácido dimetilarsínico

As, Me-As



**HPLC-ICP-
QQQMS**

Proyecto identificado desde 2015
**CIAD, INEC-SEMARNAT, UNAM y
 Ciencias del Mar (Convenio Minamata)**
Hg, Hg²⁺, Me-Hg en partículas, suelo,
 carbón mineral, cemento, tiburón o atún.

**Hornos de
microondas**



Hg, Hg²⁺, Me-Hg



**CG-ICP-
QQQMS**

*Agenda for Sustainable
Development, in the Goal
13, also in the Goal 3.*

REGIONAL FUND QUALITY INFRASTRUCTURE FOR
 BIODIVERSITY & CLIMATE PROTECTION IN LATIN
 AMERICA AND THE CARIBBEAN
Subproject: Mercury
Hg, Me-Hg Amazonas Fish



GH-EAA



VF-ICP-AES



VF-EAA



Servicios metrológicos

Grupo de Espectrometría de Masas, Dirección de Análisis

DIPLOMADO DE METROLOGÍA EN QUÍMICA

Permitirá a los participantes adquirir los fundamentos teóricos de las técnicas analíticas más importantes que están íntimamente relacionadas con la aplicación dentro de su campo específico. Conocerán las características y metodología de las aplicaciones más extendidas de los instrumentos analíticos a emplear, conociendo sus limitantes y sus diferentes modos de análisis (cualitativo, semi-cuantitativo y cuantitativo) y el manejo apropiado de muestras, aún las más complejas. De esta manera, se tendrá un dominio de los conocimientos básicos necesarios e indispensables para una plena caracterización, incluyendo el uso adecuado de los materiales de referencia certificados para realizar la calibración analítica, dar validez y trazabilidad a los valores obtenidos.

www.cenam.mx/cursos/diplomado

CURSOS ABIERTOS Y CERRADOS, ASESORÍAS:

➤ **Curso: Buenas prácticas de laboratorio en mediciones analíticas**

Módulos del Diplomado en Metrología en Química:

- **Módulo 2: Calibración externa en mediciones analíticas con técnicas espectrométricas y trazabilidad e incertidumbre**
- **Módulo 3: Calificación de equipo de instrumentos de mediciones analíticas (CEIMA) y confirmación metrológica (CM) en mediciones químicas y físicas**
- **Módulo 4: Validación de métodos analíticos en química cuantitativa**
- **Módulo 9: Aplicación de la NMX-CH-164-IMNC (ISO 17034:2016) en materiales de referencia para mediciones inorgánicas**

ENSAYOS DE APTITUD

“Fósforo en hojas de maíz”

“Elementos tóxicos en brócoli”

www.cenam.mx/servicios/paptitudtecnica



¡Muchas gracias por su atención!