



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-026-SCFI-2008

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO
TOTAL KJELDAHL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES
Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA -
(CANCELA A LA NMX-AA-026-SCFI-2001)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL KJELDAHL
NITROGEN IN NATURAL WATER, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**



PREFACIO

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

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- 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.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB, Q.F.B. MARTHA ELENA IZAGUIRRE VILLANUEVA
- INTEMA, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.



Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental
(CITSA)

- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA
CENICA
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.



PROY-NMX-AA-026-SCFI-2008

CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA / SERVICIOS AMBIENTALES

- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Biología
Instituto de Ingeniería

ÍNDICE DEL CONTENIDO

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



PROYECTO DE NORMA MEXICANA

PROY-NMX-AA-026-SCFI-2008

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL KJELDAHL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA - (CANCELA A LA NMX-AA-026-SCFI-2001)

WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF TOTAL KJELDAHL NITROGEN IN NATURAL WATER, WASTEWATERS AND WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

Los compuestos nitrogenados se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza. Las fuentes de nitrógeno incluyen además de la degradación natural de la materia orgánica, fertilizantes, productos de limpieza y tratamiento de aguas potables.

Debido a que el nitrógeno es un nutriente esencial para organismos fotosintéticos, es importante el monitoreo y control de descargas del mismo al ambiente.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de prueba para la determinación de nitrógeno total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas.

2 DEFINICIONES

Para efectos de esta norma, se establecen las siguientes definiciones:

2.1 Aguas naturales:

Agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, de tormenta residual y superficial.

2.2 Aguas residuales:

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

2.3 Bitácora:

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se lleva a cabo.

2.4 Blanco analítico o de reactivos:

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

2.5 Calibración:

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

2.6 Descarga:

Acción de verter, infiltrar, depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

2.7 Desviación estándar experimental:

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud s que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la siguiente fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

En donde x_i es el resultado de la i -ésima medición y $\bar{x}$ es la media aritmética de los n resultados considerados.

2.8 Disolución estándar:

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

2.9 Disolución madre:

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

2.10 Material de referencia:

Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

2.11 Material de referencia certificado:

Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.

2.12 Medición:

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

2.13 Mensurando:

Magnitud particular sujeta a medición.

2.14 Muestra compuesta:

La que resulta de mezclar un número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples debe ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

2.15 Muestra simple:

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente él o los procesos más representativos de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar cuando menos, un volumen suficiente para que se lleven a cabo los análisis necesarios para conocer su composición, aforando el caudal descargado en el sitio y en el momento de muestreo.

2.16 Nitrógeno total Kjeldahl:

Es la suma del nitrógeno orgánico y el nitrógeno amoniacal.

2.17 Parámetro:

Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

2.18 Patrón (de medición):

Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

2.19 Patrón de referencia:

Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

2.20 Patrón de trabajo:

Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

2.21 Patrón nacional (de medición):

Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

2.22 Patrón primario:

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

2.23 Patrón secundario:

Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

2.24 Precisión:

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre:

$$x = \bar{x} \pm t_{\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

- $\bar{x}$ es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
- $t_{\alpha/2}$ es el valor de la t de Student para un nivel de significancia del 95 %;
- s es la desviación estándar de la muestra;
- n es el número de réplicas, y
- x es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

2.25 Trazabilidad:

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

2.26 Verificación de la calibración:

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

En el método Kjeldahl los compuestos nitrogenados de la muestra se descomponen con ácido sulfúrico concentrado en caliente, transformándose el nitrógeno de la mayoría de los grupos funcionales orgánicos en amonio. Cuando la descomposición se ha completado la disolución se enfría, se diluye y se alcaliniza con hidróxido de sodio concentrado. El amoniaco liberado se destila y se adsorbe en una disolución de concentración conocida de ácido bórico.

Los grupos amino y amido se convierten cuantitativamente a ión amonio. Sin embargo los grupos nitro, azo o azoxi generan en las mismas condiciones, otros productos nitrogenados (N_2 u óxidos de nitrógeno).

4 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se indique otro grado.

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

- a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0.2 min;
- b) Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C: 5.0 máx., y
- c) pH: 5.0 a 8.0.

- 4.1 Tetraborato de sodio decahidratado ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
- 4.2 Hidróxido de sodio (NaOH)
- 4.3 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- 4.4 Ácido bórico (H_3BO_3)
- 4.5 Indicador de rojo de metilo
- 4.6 Indicador de azul de metileno
- 4.7 Alcohol etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- 4.8 Sulfato de cobre (II) anhidro (CuSO_4)
- 4.9 Sulfato de potasio (K_2SO_4)
- 4.10 Tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- 4.11 Carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3), patrón primario

- 4.12** Cloruro de amonio (NH_4Cl) patrón primario
- 4.13** Disolución indicadora de ácido bórico. Secar aproximadamente 30 g de ácido bórico en un desecador que contenga sílica gel como desecante por 24 h. Pesar aproximadamente 20,0 g de ácido bórico (ver inciso 4.4) seco disolver en 500 mL agua, agregar 10 mL de la mezcla de indicadores (ver inciso 4.18) y diluir a 1 L. Guardar la disolución en un envase de plástico o en un contenedor libre de boro, preparar mensualmente.
- 4.14** Disolución de tetraborato de sodio (0,025M). Pesar aproximadamente pero con precisión 9,50 g de tetraborato de sodio decahidratado (ver inciso 4.1) en 50 mL de agua y llevar a 1 L con agua posteriormente.
- 4.15** Disolución amortiguadora de boratos. Añada 88 mL de la disolución de NaOH 0,10 N (ver inciso 4.16) a 500 mL de disolución de tetraborato de sodio 0,025 M (ver inciso 4.14) y diluya a 1 L en un matraz aforado.
- 4.16** Disolución de hidróxido de sodio (0,10 N). Pesar aproximadamente 4,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 4.2) y disolver en 500 mL de agua, dejar enfriar a temperatura ambiente y llevar a 1 L.
- 4.17** Disolución valorada de ácido sulfúrico (0,02 N). Preparar una disolución de ácido sulfúrico aproximadamente 0,1 N diluyendo 3 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.3) en 1 L de agua. Diluir 200 mL de esta disolución en 1 L de agua. Titular el ácido sulfúrico aproximadamente 0,02 N con carbonato de sodio, pesando aproximadamente y con precisión 0,031 8 g de carbonato de sodio anhídrido (ver inciso 4.11), secado en horno a 140°C. Calcular la normalidad exacta de la disolución (1 mL = 0,28 mg de N-amoniaco).
- 4.18** Mezcla de indicadores. Pesar aproximadamente 200,0 mg de indicador rojo de metilo (ver inciso 4.5) aforar a 100 mL con alcohol etílico (ver inciso 4.7). Pesar aproximadamente 100,0 mg

de indicador azul de metileno (ver inciso 4.6) y aforar a 50 mL con alcohol etílico (ver inciso 4.7). Mezclar las dos disoluciones en un frasco de vidrio. Preparar mensualmente.

- 4.19** Reactivo para la digestión. Pesar aproximadamente y con precisión 134,0 g de sulfato de potasio (ver inciso 4.9) y 7,3 g de sulfato de cobre (II) anhidro (ver inciso 4.8) disolver en 800 mL de agua destilada libre de amoníaco, agregar cuidadosamente 134 mL de ácido sulfúrico concentrado (ver inciso 4.3). Dejar enfriar a temperatura ambiente y diluir la mezcla a 1 L con agua. Almacenar la disolución a una temperatura de 20°C para evitar la cristalización.
- 4.20** Disolución reactivo de hidróxido - tiosulfato de sodio. Pesar aproximadamente y con precisión 500,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 4.2) y 25,0 g de tiosulfato de sodio pentahidratado (ver inciso 4.10) disolver en agua libre de amoníaco y llevar a 1 L.
- 4.21** Disolución de hidróxido de sodio (6 N). Pesar aproximadamente 240,0 g de hidróxido de sodio (ver inciso 4.2) y llevar a 1 L con agua libre de amoníaco.
- 4.22** Disolución madre de amonio (1 mL = 1,0 mg de nitrógeno amoniacal). Pesar aproximadamente y con precisión 3,819 g de cloruro de amonio (ver inciso 4.12) y aforar a 1 L con agua.
- 4.23** Disolución patrón de amonio (1,0 mL = 0,01 mg de nitrógeno amoniacal). Tomar una alícuota de 10,0 mL de la disolución madre de amonio (ver inciso 4.22) y aforar a 1 L con agua.

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** Para determinación de nitrógeno tipo Kjeldahl que consta de: Digestor con sistema de extracción de humos y destilador con

sistema de condensación para mantener la temperatura por abajo de 29°C. Puede usarse el equipo Micro-Kjeldahl adecuando el volumen de muestra y reactivos empleados.

5.1.2 Potenciómetro para medición de pH reproducible hasta 0,02 unidades de pH, con compensador de la temperatura y sus respectivos electrodos.

5.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

5.1.4 Balanza granataria con precisión de 0,1 g

5.2 Materiales

Todo el material usado en esta determinación debe ser exclusivo para este procedimiento. Para el lavado del material remojar durante 1 h en una disolución de ácido sulfúrico al 10 % y enjuagar con agua desionizada. Los detergentes con base de hidróxido de amonio o amoniaco no deben usarse para la limpieza del material. Su uso debe restringirse dentro del laboratorio.

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser clase A con certificado o en su caso debe estar calibrado.

5.2.1 Frasco de polietileno o vidrio con tapa de 2 L de capacidad

5.2.2 Matraz tipo Kjeldahl de 800 mL

5.2.3 Bureta

6 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

6.1 Deben tomarse un mínimo de 2.0 L de muestra en un envase de polietileno. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

6.2 Debe preservarse la muestra con ácido sulfúrico a un pH de 1.5 a 2.0. Posteriormente mantener a 4°C hasta su análisis.

- 6.3** El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

7 CONTROL DE CALIDAD

- 7.1** Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal. Que incluya el uso de una muestra control.

- 7.2** El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

- Los nombres y títulos, de los analistas que ejecutan los análisis y el encargado de control de calidad que verifica los análisis, y
- Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Identificación de la muestra;
 - b) Fecha del análisis;
 - c) Procedimiento cronológico utilizado;
 - d) Cantidad de muestra utilizada;
 - e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
 - f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
 - g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
 - h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

De tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

- 7.3** Cada vez que se adquiera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

8 CALIBRACIÓN

Se debe contar con la calibración de los equipos y materiales siguientes:

- 8.1 Material volumétrico
- 8.2 Balanza analítica
- 8.3 Balanza granataria
- 8.4 Potenciómetro: Verificar la calibración de este equipo
- 8.5 Bureta

9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Limpiar el equipo de destilación antes de utilizarlo, destilando una mezcla (1:1) agua-disolución hidróxido - tiosulfato de sodio (ver inciso 4.20) hasta que el destilado esté libre de amonio. Repetir esta operación cada vez que el equipo se vaya a utilizar, si no se emplea en intervalos de menos de 4 h también se requiere realizar esta operación.
- 9.2 Selección de volumen de muestra: Determinar el volumen de la muestra de acuerdo a la tabla 1, si es necesario, ajustar el volumen aproximadamente 500 mL y neutralizar a pH 7. Colocar la muestra medida en un matraz Kjeldahl de 800 mL.

TABLA 1.- Selección del volumen de muestra

Cantidad de nitrógeno en la muestra (mg / L)	Volumen de muestra necesario (mL)
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50,0

50- 100	25,0
---------	------

9.3 Nitrógeno amoniacal

9.3.1 Tomar una muestra dependiendo de las concentraciones esperadas, de acuerdo a la tabla 1 diluir con agua hasta 500 mL. Preparar un blanco con 500 mL de agua y darle el mismo tratamiento que a la muestra como sigue:

9.3.2 Añadir 25 mL de la disolución amortiguadora de boratos (ver inciso 4.15) y ajustar el pH a 9,5 con disolución de hidróxido de sodio 6 N (ver inciso 4.21) utilizando potenciómetro o papel indicador para verificar. Transferir la disolución a un matraz Kjeldahl y añadir unas cuentas de vidrio o perlas de ebullición.

9.3.3 Conectar el matraz Kjeldahl al bulbo del aparato de destilación, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29°C), recolectando el condensado con la punta del tubo del refrigerante sumergido en 50 mL de la disolución amortiguadora de boratos (ver inciso 4.15).

9.3.4 La destilación se completa cuando se hayan recolectado 300 mL de destilado aproximadamente, incluyendo los 50 mL de la disolución amortiguadora de Boratos (ver inciso 4.15) con la disolución mezcla de indicadores (ver inciso 4.18).

9.3.5 Retirar el matraz colector y titular con solución de ácido sulfúrico 0,02 N hasta que la solución vire de un verde esmeralda a morado.

9.4 Nitrógeno orgánico

- 9.4.1** Enfriar el residuo contenido en el matraz Kjeldahl. Digestión: Adicionar cuidadosamente 50 mL de reactivo para la digestión (ver inciso 4.19) al matraz de destilación y mezclar perfectamente. Añadir unas cuentas de vidrio o piedras de ebullición. Si se encuentran presentes grandes cantidades de materia orgánica libre de nitrógeno adicionar 50 mL de reactivo de digestión por cada gramo de materia sólida en la muestra. Mezclar y calentar a ebullición bajo una campana de extracción, (eliminar los vapores de SO_3) hasta que el volumen de la disolución se reduzca aproximadamente entre 25 mL y 50 mL y se observe gran desprendimiento de vapores blancos (estos vapores pueden oscurecerse cuando la muestra presenta grandes cantidades de materia orgánica).

Continuar la digestión durante 30 min más. En este período, la disolución cambia de turbia hasta ser transparente e incolora o con una ligera coloración amarillo pálido. Durante la digestión el matraz Kjeldahl debe permanecer inclinado. Enfriar el matraz y su contenido, diluir a 300 mL con agua y mezclar.

- 9.4.2** Cuidadosamente añadir 50 mL de la disolución de hidróxido-tiosulfato de sodio (ver inciso 4.20), para formar una capa alcalina en el fondo del matraz, conectar el matraz a un equipo de destilación y sumergir la punta del condensador en un matraz que contenga 50 mL de disolución de ácido bórico (ver inciso 4.13) y la mezcla de indicadores por abajo del nivel de esta disolución. Agitar hasta asegurarse que está completamente mezclado, el pH de la disolución debe ser mayor a 11,0.

9.5 Destilación

Destilar y coleccionar aproximadamente 200 mL de destilado, no permitir que la temperatura en el condensador suba por arriba de 29°C. Cuando se alcance un volumen aproximado de 250 mL en el matraz colector del destilado, sacar la punta del condensador del destilado sin retirarlo del matraz y continuar la destilación durante 1 min o 2 min para limpiar el condensador.

9.6 Titulación del destilado

Titular el volumen destilado con disolución valorada de ácido sulfúrico 0,02 N (ver inciso 4.17) hasta el cambio del indicador de verde esmeralda a morado.

Nitrógeno Total Kjeldahl

Si solo se requiere la medición del Nitrógeno Total Kjeldahl realizar de acuerdo al inciso (9.4).

9.7 Blanco

Llevar un blanco durante todos los pasos del método.

10 CÁLCULOS

10.1 Usar la siguiente ecuación para calcular la concentración de nitrógeno total (N_t):

$$\text{mg } N_{tk} / L = (A-B) (N) (14) (1\ 000) / V$$

$$\text{mg } NH_3-N / L = (A-B) (N) (14) (1\ 000) / V$$

$$\text{mg } N_{-ORG} / L = (A-B) (N) (14) (1\ 000) / V$$

$$\text{mg } N_{tk} / L = \text{mg } NH_3-N / L + \text{mg } N_{-ORG} / L$$

donde:

- A son los mL de ácido sulfúrico gastados en la titulación de la muestra;
- B son los mL de ácido sulfúrico gastados en el blanco;
- N es la normalidad del ácido sulfúrico;
- V son los mL de muestra, y
- 14 es el peso equivalente del nitrógeno.

11 INTERFERENCIAS

- 11.1** Nitratos: Durante la digestión, el nitrato en concentraciones por arriba de 10 mg/L puede oxidar parte del amoníaco liberado produciendo N_2O y dando lugar a una interferencia negativa. Cuando se encuentre presente materia orgánica reductora, el nitrato puede reducirse a amoníaco, resultando una interferencia positiva.
- 11.2** Durante la digestión, puede haber pérdidas de nitrógeno por pirólisis.
- 11.3** Materia orgánica: Durante la digestión, el H_2SO_4 oxida la materia orgánica a CO_2 y H_2O . Si estuviera presente una gran cantidad de materia orgánica, se consume mucho ácido, aumentar la proporción de sal-ácido y aumentar la temperatura de digestión.
- 11.4** Dado que los reactivos pueden contener trazas de amoníaco, trate el blanco de reactivos igual que las muestras.

12 SEGURIDAD

- 12.1** Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 12.2** Los ácidos y bases concentradas empleados en este método pueden causar severas quemaduras e irritaciones en la piel, por lo que debe utilizarse ropa protectora tal como: batas, guantes y lentes de seguridad cuando se manejan estos compuestos químicos.
- 12.3** El Hidróxido de Sodio en contacto con los ojos o piel, puede causar severa irritación o quemaduras. La inhalación de vapores

puede causar tos, dolor en el pecho, dificultad para respirar o estado de inconsciencia.

- 12.4** La preparación de todos los reactivos usados en este método debe realizarse bajo una campana de extracción. Consultar las hojas de seguridad sobre manipulación y disposición de estos.
- 12.5** Cuando se trabaje con cualquiera de los compuestos químicos descritos en este método, debe usarse todo el tiempo equipo de seguridad tal como: guantes, bata de laboratorio así como anteojos de seguridad.
- 12.6** Cuando el ácido sulfúrico es adicionado al agua, el punto de ebullición de la mezcla resultante es considerablemente mas bajo que el del ácido sulfúrico solo (338°C). Si la mezcla se coloca en la parrilla de digestión a una temperatura significativamente alta, pueden presentarse problemas de proyecciones dando como resultado pérdida de muestra y contaminación, además de posibles daños corporales. Por ello, siempre debe utilizarse una careta mientras se trabaje en las proximidades de la parrilla de digestión.

13 MANEJO DE RESIDUOS

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

- 13.1** Cada laboratorio debe contemplar dentro de su Programa de Control de Calidad el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 13.2** Los desechos ácidos se deben neutralizar para su posterior desecho.



- 13.3** Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

14 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de la declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

15 BIBLIOGRAFÍA

- | | |
|-----------------------------------|--|
| 15.1 NOM-001-SEMARNAT-1996 | Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997. |
| 15.2 NOM-008-SCFI-2002 | Sistema General de Unidades de Medida. |
| 15.3 NMX-AA-003-1980 | Aguas residuales - Muestreo. |
| 15.4 NMX-AA-014-1980 | Cuerpos receptores - Muestreo. |
| 15.5 NMX-AA-089/1-1986 | Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. |
| 15.6 NMX-AA-115-SCFI-2001 | Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. |
| 15.7 NMX-AA-116-SCFI-2001 | Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. |



15.8 ASTM D 3590-89

“Standard Test Method for Total Kjeldahl Nitrogen in Water”, American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, Septiembre de 1994, pp.

- 15.9** 4500-Norg B “Macro-Kjeldahl Method”, American Public Health Association, “Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater”, USA, APHA, Washington, DC 20005, 19th Edition 1995, pp 4-92 4-93.

16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional debido a que el método actual, que utiliza mineralización con sales de Hg, es tecnológicamente más adecuado que el propuesto por la norma ISO 5663 Water quality - Determination of Kjeldahl nitrogen -Method after mineralization with selenium.

México D.F., a

**DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**