

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

NORMA MEXICANA NMX-AA-24-1984.

PROTECCIÓN AL AMBIENTE - CONTAMINACIÓN DEL SUELO - RESIDUOS SÓLIDOS MUNICIPALES - DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL

PREFACIO

En la formulación de esta Norma participaron los siguientes organismos:

SECRETARÍA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGÍA

- Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental.

DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL

- Dirección General de Estudios Prospectivos.
- Dirección General de Programación de Obras y Servicios.
- Comisión de Ecología.

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta Norma Mexicana establece el método Kjeldahl para determinar la cantidad de nitrógeno total contenido en los Residuos Sólidos Municipales.

Por este procedimiento se convierten todos los componentes del nitrógeno oxidados tales como nitrato a nitritos a nitrógeno reducido a sulfato de amonio.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas siguientes:

- NMX-AA-91 Protección al Ambiente - Contaminación del Suelo - Residuos Sólidos - Terminología.
- NMX-AA-52 Protección al Ambiente - Contaminación del Suelo - Residuos Sólidos Municipales - Preparación de Muestras en Laboratorio para su Análisis.

3.- DEFINICIONES

Para los efectos de esta Norma las definiciones son las establecidas en la Norma Mexicana NMX-AA-91-. Además de la siguiente:

3.1 Nitrógeno total

Es la suma de los nitrógenos amoniacal y orgánico presentes en la muestra, conocido como nitrógeno Kjeldahl.

4.- RESUMEN DEL MÉTODO

La muestra es digerida en presencia de ácido sulfúrico concentrado, sulfato de potasio y sulfato cúprico hasta desprendimiento de humos blancos y que la solución sea transparente e incolora de un tono amarillo paja.

El residuo es enfriado, diluido y llevado a condiciones alcalinas para la determinación del amonio.

El amonio destilado se cuantifica volumétricamente.

5.- OBTENCIÓN DE LA MUESTRA

La muestra se obtiene como se indica en la Norma Mexicana NMX-AA-52.

6.- APARATOS Y EQUIPO

Equipo usual de laboratorio además de:

6.1 Aparato de digestión Kjeldahl con extractor de humos

6.2 Aparato de destilación Kjeldahl

6.3 Matraces Kjeldahl de 800 a 1000 cm³

6.4 Potenciómetro

NOTA: Se requiere de otros Matraces Kjeldahl por muestra

7.- MATERIALES Y REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, (a menos que se indique lo contrario), siempre que se mencione agua debe entenderse agua destilada.

7.1 Materiales

7.1.1 Granalla de zinc de 20 mallas

7.1.2 Perlas de vidrio

7.2 Reactivos

7.2.1 Sulfato de potasio (K₂SO₄)

7.2.2 Sulfato cúprico (CuSO₄ · 5H₂O).

7.2.3 Ácido sulfúrico concentrada (H₂SO₄)

7.2.4 Ácido salicílico (C₂H₂O₄)

7.2.5 Tiosulfato de sodio cristalino (Na₂S₂O₃ · 5H₂O)

7.2.6 Alcohol etílico (CH₃ - CH₂ - OH) al 95%

7.2.7 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 10 N

7.2.8 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1N

7.2.9 Solución de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0.1N

7.2.10 Solución ***** anaranjado de ***** de anaranjado de metilo en la colección de 50 cm³ de al ***** analítico y 50 cm³ de agua).

7.2.11 Solución indicadora mixta de rojo metileno que acuerdo de bromocresol (Pesar 1 g de rojo de metilo y 0.5 g de ***** de bromocresol, se disuelven en 100 cm³ de alcohol etílico ***** lleva a un pH = 4.5).

8.- PROCEDIMIENTO

8.1 Digestión

8.1.1 Correr un blanco de agua.

8.1.2 Pesar 0.5 g de muestra y se transfiere a un matraz Kjeldahl.

8.1.3 Agregar 2 g de ácido salicílico y 40 cm³ de ácido sulfúrico concentrado, agitar, hasta que el ácido se incorpore totalmente a la muestra, formándose el ácido nitrososalicílico.

8.1.4 Dejar reposar 30 minutos, y después añadir 10 g de tiosulfato de sodio con el fin de reducir al ácido nitrososalicílico; agitar y dejar reposar por un período de 5 minutos.

8.1.5 Transcurrido el tiempo calentar la mezcla a flama baja en el matraz Kjeldahl hasta que no exista desprendimiento de humos blancos y la solución se clarifique. Continuar la digestión durante 30 minutos más.

Retirar el matraz y dejar enfriar a temperatura ambiente.

8.1.6 Añadir 1 g de sulfato cúprico y 10 g de sulfato de potasio llevar a digestión hasta que la solución sea incolora ó de color amarillo paja.

8.1.7 Preparar un matraz Erlenmeyer de 500 cm³, dentro del cual se vierten 25 cm³ de solución de ácido sulfúrico y de 3 a 4 gotas de solución indicadora de anaranjado de metilo y se coloca abajo del condensador de manera que la punta quede en el seno del líquido.

8.1.8 Agregar al matraz Kjeldahl de 4 a 5 granallas de zinc y 10 perlas de vidrio.

8.1.9 Adicionar con cuidado 100 cm³ de solución de hidróxido de sodio 10 N resbalando por las paredes del cuello del matraz y conectar al Destilador.

8.2 Destilación

8.2.1 Encender la parrilla del Destilador

8.2.2 Inclinar el matraz y agregar con mucho cuidado 150 cm³, de la solución de hidróxido de sodio.

El matraz se calienta hasta que destile todo el amoniaco (Un máximo de 150 cm³ de destilado se obtiene aproximadamente en 30 minutos).

8.2.3 Colocar el matraz colector del destilado en forma tal que el tubo de vidrio, de descarga conectado al condensador quede sobre la boca del matraz libre del contacto con la solución del ácido sulfúrico 0.1N y se continua destilando aproximadamente cinco minutos con el objeto de llenar el tubo de descarga.

8.2.4 Se interrumpe el calentamiento, se retira el matraz colector y se titula con la solución de ácido sulfúrico 0.1N hasta que la solución vire a rosa.

9.- CÁLCULOS

El nitrógeno total en por ciento se calcula con la siguiente fórmula:

$$N \text{ en } \% = \frac{(A \cdot N_1 - B \cdot N_2) \times 0.014 \times 100}{M}$$

Donde:

- A = Volumen de la solución de ácido sulfúrico empleado en la recolección del amoniaco destilado.
- N₁ = Normalidad del ácido sulfúrico.
- B = Volumen de la solución de hidróxido de sodio empleado en la neutralización de la solución de ácido sulfúrico.
- N₂ = Normalidad de la solución del hidróxido de sodio 0.1N
- M = Masa de la muestra en g.
- 0.014 = Miliequivalente del nitrógeno.
- 100 = Para relacionar el nitrógeno a por ciento.

10.- REPRODUCCIÓN DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible en el resultado de pruebas efectuadas por duplicado, no debe exceder de 0.3% en caso contrario, se debe repetir la determinación.

Para las cantidades de reactivos y muestras indicadas son de esperarse resultados que varían de 0.5 a 2.5 % de nitrógeno total. En residuos sólidos, cuyo contenido de nitrógeno esperado sobrepase el rango mencionado debe variarse la cantidad indicada según convenga.

11.- BIBLIOGRAFÍA

- American Organization Agriculture Chemistry 1978
- National Formulary 1982
- Productos para el uso agropecuario - Fertilizantes - Nitrógeno total - Método del salicílico. NOM-Y-107-1984.