



NORMA MEXICANA

NMX-AA-026-SCFI-2010

**ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN 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
TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD**

PREFACIO

En la elaboración de la presente 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.
- CENICA
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- CIATEC, A.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
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.
Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental
(CITSA)

- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA 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 AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL



NMX-AA-026-SCFI-2010

- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA
División de Ciencias Biológicas y de la Salud
Departamento de Biotecnología

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
- 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	2
2 REFERENCIAS	2
3 DEFINICIONES	3
4 FUNDAMENTO	3
5 REACTIVOS	4
6 EQUIPOS Y MATERIALES	7
7 MUESTRAS Y MUESTREO	8
8 CONTROL DE CALIDAD	9
9 CALIBRACIÓN	9
10 PROCEDIMIENTO	9
11 CÁLCULOS	12
12 INTERFERENCIAS	14
13 SEGURIDAD	15
14 MANEJO DE RESIDUOS	16
APÉNDICE NORMATIVO A	17
APÉNDICE NORMATIVO B	20
15 VIGENCIA	221
16 BIBLIOGRAFÍA	221
17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	23



NORMA MEXICANA

NMX-AA-026-SCFI-2010

ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN 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 TREATED WASTEWATERS - 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.

Analíticamente el nitrógeno orgánico y el amoniacal pueden ser determinados por el método Kjeldahl, el cual se aplica para la determinación del contenido de nitrógeno en sustancias orgánicas e inorgánicas; aunque la técnica y los equipos han sufrido numerosos cambios desde que fue publicado por primera vez, los principios básicos introducidos por Johan Kjeldahl perduran hasta hoy.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

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

Esta norma es aplicable para el análisis de aguas naturales, residuales y residuales tratadas y es de aplicación nacional.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de ésta norma mexicana se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes:

NMX-AA-089/1-1986	Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.
NMX-AA-089/2-1992	Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 2. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 24 de marzo de 1992.
NMX-AA-115-SCFI-2001	Análisis de agua-Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las normas mexicanas NMX-AA-089/1-1986 y NMX-AA-089/2-1992 (véase 2 Referencias), además de las siguientes:

3.1 Nitrógeno total Kjeldahl:

Es definido como la suma del nitrógeno amoniacal y nitrógeno orgánico los cuales son convertidos a sulfato de amonio $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$, bajo las condiciones de digestión descritas en este método.

3.2 Nitrógeno orgánico Kjeldahl:

Es definido como la diferencia obtenida por la sustracción de la concentración de masa de nitrógeno amoniacal de la concentración de masa del nitrógeno total Kjeldahl.

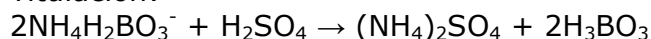
El nitrógeno orgánico Kjeldahl puede ser determinado directamente por remoción del nitrógeno amoniacal antes de la digestión.

4 FUNDAMENTO

El método Kjeldahl puede ser dividido en tres procesos básicos:

- Digestión: La descomposición del nitrógeno orgánico en la muestra se logra empleando una solución ácida. El resultado final es una disolución de sulfato de amonio.
$$\text{NOrg} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$$
- Destilación: Es la adición de un exceso de álcali a la mezcla ácida de digestión para convertir el NH_4^+ en NH_3 , seguido por la ebullición y condensación del NH_3 gas el cual es recibido en una disolución de concentración conocida de ácido bórico
$$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow 2\text{NH}_3\uparrow + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$$
$$\text{NH}_3\uparrow + \text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{NH}_4^+:\text{H}_2\text{BO}_3^- + \text{H}_3\text{BO}_3$$
- Cuantificación: La cantidad de nitrógeno en la muestra puede ser calculada de la cantidad cuantificada de iones amoniaco (amonio) en la disolución de concentración conocida de ácido bórico

Titulación:



El método Kjeldahl cuantifica el nitrógeno en su estado de valencia trinegativo; excepto cuando se trata de los grupos funcionales: azida, azina, azo, hidrazina, nitrato, nitrito, nitrilo, nitro, nitroso, oxima y semi-carbazona.

5 REACTIVOS

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

- 5.1 Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:
 - 5.1.1 Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25 °C: 5.0 máx., y
 - 5.1.2 pH: 5,0 a 8,0 unidades de pH.
- 5.2 Tetraborato de sodio decahidratado ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
- 5.3 Hidróxido de sodio (NaOH)
- 5.4 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
- 5.5 Ácido bórico (H_3BO_3)
- 5.6 Indicador de rojo de metilo ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$)
- 5.7 Indicador de azul de metileno ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl}$)
- 5.8 Alcohol etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) ó Alcohol isopropílico [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$]
- 5.9 Sulfato de cobre (II) anhidro (CuSO_4)
- 5.10 Sulfato de potasio (K_2SO_4)
- 5.11 Tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

- 5.12** Carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3), material de referencia
- 5.13** Cloruro de amonio (NH_4Cl)
- 5.14** Ácido sulfámico ($\text{H}_2\text{NSO}_3\text{H}$)
- 5.15** Naranja de metilo, sal sódica ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$)
- NOTA 1:** Se puede sustituir el ácido sulfámico por otra sal orgánica que contenga nitrógeno.
- 5.16** Disolución indicadora de ácido bórico. Pesar aproximadamente 20,0 g $\pm$ 0,5 g de ácido bórico (véase 5.5) disolver en 500 mL agua, agregar 10 mL de la mezcla de indicadores (véase 5.22) y diluir a 1 L. Guardar la disolución en un envase de plástico o en un contenedor libre de boro, preparar mensualmente.
- 5.17** Disolución de tetraborato de sodio (0,025 mol/L). Pesar aproximadamente 9,50 g $\pm$ 0,2 g de tetraborato de sodio decahidratado (véase 5.2) en 50 mL de agua y diluir a 1 L con agua.
- 5.18** Disolución amortiguadora de boratos. Añada 88 mL de la disolución de NaOH 0,1 mol/L (véase 5.19) a 500 mL de disolución de tetraborato de sodio 0,025 mol/L (véase 5.17) y diluir a 1 L con agua.
- 5.19** Disolución de hidróxido de sodio ($\approx$ 0,1 mol/L). Pesar aproximadamente 4,0 g $\pm$ 0,1 g de hidróxido de sodio (véase 5.3) y disolver en 500 mL de agua, dejar enfriar hasta temperatura ambiente y llevar a 1 L.
- 5.20** Disolución de ácido sulfúrico ($\approx$ 0,03 mol/L). Preparar una disolución de ácido sulfúrico diluyendo 3 mL (véase 5.4) en 1 L de agua.
- 5.21** Disolución valorada de ácido sulfúrico ($\approx$ 0,006 mol/L). Diluir 200 mL de la disolución de ácido sulfúrico 0,03 mol/L (véase 5.20) en

1 L de agua. Titular la disolución de ácido sulfúrico obtenida con una disolución de 30 mL de agua libre de dióxido de carbono y 0,031 8 g $\pm$ 0,000 5 g de carbonato de sodio anhidro (véase 5.12), previamente secado por 1 h a 140 °C $\pm$ 2 °C, y 2 gotas del indicador anaranjado de metilo; titular esta disolución con el ácido sulfúrico hasta que el indicador vire de amarillo a canela.

Calcular la concentración de masa exacta de la disolución (1 mL = 0,28 mg de N-amoniacal ú orgánico).

5.22 Mezcla de indicadores. Pesar aproximadamente 200,0 mg $\pm$ 5 mg de indicador rojo de metilo (véase 5.6) diluir a 100 mL con alcohol (véase 5.8). Pesar aproximadamente 100,0 mg $\pm$ 5 mg de indicador azul de metileno (véase 5.7) y diluir a 50 mL con alcohol (véase 5.8). Mezclar las dos disoluciones en un frasco de vidrio. Preparar mensualmente.

5.23 Reactivo para la digestión. Pesar aproximadamente 134,0 g $\pm$ 0,5 g de sulfato de potasio (véase 5.10) y 7,3 g $\pm$ 0,2 g de sulfato de cobre (II) anhidro (véase 5.9) disolver en 800 mL de agua destilada, agregar cuidadosamente 134 mL de ácido sulfúrico concentrado (véase 5.4). Dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir la mezcla a 1 L con agua. Almacenar la disolución a una temperatura de 20 °C $\pm$ 5 °C para evitar la cristalización.

NOTA 2: Se encuentran disponibles comercialmente reactivos de digestión; antes de su uso verificar que se obtiene una buena recuperación (véase Apéndice Normativo B).

5.24 Disolución reactivo de hidróxido-tiosulfato de sodio. Pesar aproximadamente 500,0 g $\pm$ 0,5 g de hidróxido de sodio (véase 5.3) y 25,0 g $\pm$ 0,5 g de tiosulfato de sodio pentahidratado (véase 5.11) disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.

5.25 Disolución de hidróxido de sodio ($\approx$ 6 mol/L). Pesar aproximadamente 240,0 g $\pm$ 0,5 g de hidróxido de sodio (véase

5.3) disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.

- 5.26** Disolución de nitrógeno amoniacal (0,07 mol/L N-NH₃). Pesar aproximadamente 3,819 g $\pm$ 0,1 g de cloruro de amonio (véase 5.13) disolver y diluir a 1 L con agua.
- 5.27** Disolución de nitrógeno orgánico (0,07 mol/L N-Org). Pesar aproximadamente 6,93 g $\pm$ 0,2 g de ácido sulfámico (véase 5.14) disolver y diluir a 1 L con agua.
- 5.28** Disolución de hidróxido de sodio para neutralización ($\approx$ 12,5 mol/L). Pesar aproximadamente 500,0 g $\pm$ 0,5 g de hidróxido de sodio (véase 5.3) disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.
- 5.29** Disolución de ácido sulfúrico para neutralización ($\approx$ 5 mol/L). Tomar 500,0 mL de ácido sulfúrico concentrado (véase 5.4) disolver en agua; dejar enfriar hasta temperatura ambiente y diluir a 1 L con agua.
- 5.30** Disolución de anaranjado de metilo. Pesar 0,05 g $\pm$ 0,005 g del reactivo anaranjado de metilo (véase 5.15) y diluir a 100 mL con agua.

6 EQUIPOS Y MATERIALES

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

6.1 Equipo

- 6.1.1** Aparato digestor: sistema de digestión tipo Kjeldahl con matraces de 800 mL acoplado a un sistema de succión para remover los vapores de trióxido de azufre (SO₃) y agua.

6.1.2 Aparato destilador: El matraz tipo Kjeldahl es conectado a un condensador y un adaptador a través del cual se puede colectar el destilado.

NOTA 3: Puede usarse el equipo micro-Kjeldahl adecuando el volumen de muestra y reactivos empleados; empleando matraces de 100 mL (véase Apéndice Normativo A).

6.1.3 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg

6.1.4 Balanza granataria con precisión de 0,1 g

6.2 Materiales

Todo el material usado en esta medición debe ser exclusivo para este procedimiento. Los detergentes con base de hidróxido de amonio o amoniaco no deben usarse para la limpieza del material.

Si se considera necesario (residuos adheridos al matraz, manchas, etc.) remojar durante 1 h en una disolución de ácido sulfúrico al 10 % y enjuagar con agua.

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser clase A con certificado y/o verificado.

6.2.1 Matraz tipo Kjeldahl de 800 mL

6.2.2 Bureta

7 MUESTRAS Y MUESTREO

7.1 Deben tomarse un mínimo de 2,0 L de muestra para el método macro Kjeldahl y 500 mL para el método micro Kjeldahl; en un envase de polietileno. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.

7.2 Debe preservarse la muestra con ácido sulfúrico (1:1) a un pH de 1,0 a 2,0. Posteriormente mantener a $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta su análisis.

7.3 El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 30 días, en condiciones de oscuridad.

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-2001.

9 CALIBRACIÓN

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

9.1 Material volumétrico

9.2 Balanza analítica

9.3 Balanza granataria

10 PROCEDIMIENTO

10.1 Limpiar el equipo de destilación antes de utilizarlo, destilando una mezcla (1:1) agua+disolución hidróxido-tiosulfato de sodio (véase 5.24) hasta que el destilado esté libre de amonio. Esta operación debe realizarse cada vez que el aparato este fuera de servicio.

10.2 Nitrógeno amoniacal

10.2.1 Determinar el volumen de la muestra de acuerdo a la Tabla 1, si es necesario, ajustar el volumen a aproximadamente 500 mL y neutralizar a pH 7, con hidróxido de sodio 12,5 mol/L (véase 5.28) o ácido sulfúrico 5 mol/L (véase 5.29). Colocar la muestra medida en un matraz Kjeldahl de 800 mL.

NOTA 4: Si no se desea cuantificar el contenido de nitrógeno amoniacal, destilar casi hasta sequedad y continuar desde 10.3.2.

TABLA 1 Selección del volumen de muestra

Concentración de masa 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

- 10.2.2** Añadir 25 mL de la disolución amortiguadora de boratos (véase 5.18) y ajustar el pH a 9,5 con disolución de hidróxido de sodio 6 mol/L (véase 5.25) utilizando potenciómetro o papel indicador para verificar. Transferir la disolución a un matraz Kjeldahl y añadir unas cuentas de vidrio o perlas de ebullición.
- 10.2.3** Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C)
- 10.2.4** Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 50 mL de la disolución indicadora de ácido bórico (véase 5.16), sumergiendo la punta del condensador o una extensión del mismo por debajo de la superficie del líquido.
- 10.2.5** La destilación se completa cuando se hayan recolectado 300 mL de destilado aproximadamente, incluyendo los 50 mL de la disolución indicadora de ácido bórico (véase 5.16).
- 10.2.6** Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0,006 mol/L (véase 5.21) hasta el vire del indicador de verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen A.
- 10.3** Nitrógeno orgánico

- 10.3.1** Enfriar el residuo contenido en el matraz Kjeldahl (véase Nota 4 y 10.2.4).
- 10.3.2** Digestión: Adicionar cuidadosamente 50 mL de reactivo para la digestión (véase 5.23) al matraz de Kjeldahl y mezclar perfectamente. Añadir unas cuentas de vidrio o piedras de ebullición. Mezclar y conectar al equipo Kjeldahl; permitir la ebullición de la muestra hasta que el volumen de la disolución se reduzca aproximadamente a un volumen de 25 mL a 50 mL y se observe gran desprendimiento de vapores blancos (estos vapores pueden oscurecerse cuando la muestra presenta grandes cantidades de materia orgánica).
- NOTA 5:** Si la muestra contiene una cantidad apreciable de material suspendido, añadir 50 mL adicionales de reactivo de digestión.
- 10.3.3** Continuar la digestión durante 30 mín. 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.
- 10.3.4** Cuidadosamente añadir 50 mL de la disolución de hidróxido-tiosulfato de sodio (véase 5.24), para formar una capa alcalina en el fondo del matraz. Mezclar vigorosamente y verificar, con tirillas reactivas que el pH de la disolución sea mayor a 11,0 unidades de pH.
- 10.3.5** Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C)
- 10.3.6** Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 50 mL de la disolución indicadora de ácido bórico (véase 5.16), sumergiendo la punta del condensador o una extensión del mismo por debajo de la superficie del líquido.
- 10.3.7** Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0,006 mol/L (véase 5.21) hasta que la disolución vire de color verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen C.

10.4 Nitrógeno total Kjeldahl

Si solo se requiere la medición del nitrógeno total Kjeldahl; cuantificar el contenido de nitrógeno en la muestra, siguiendo el procedimiento para el nitrógeno orgánico (digestión), pero partiendo de la muestra indicada en la nota 4.

10.5 Blanco

Llevar un blanco durante todos los pasos del método, empleando para ello 500 mL de agua destilada en lugar de la muestra.

El volumen gastado en la titulación del blanco, registrarlo como volumen B.

10.6 Control de Calidad

10.6.1 En cualquiera de los casos descritos a continuación se debe obtener una disolución de trabajo de 500 mL.

10.6.2 Nitrogeno amoniacal. Preparar una disolución de la concentración deseada a partir de la disolución de 0,07 mol/L de N-NH₃ [1mL = 1mg N-NH₃] (véase 5.26)

10.6.3 Nitrogeno orgánico. Preparar una disolución de la concentración deseada a partir de la disolución de 0,07 mol/L de N-Org [1mL = 1mg N-Organico] (véase 5.27).

10.6.4 Nitrogeno total Kjeldahl. Hacer una disolución N-NH₃+N-Org a partir de las disoluciones individuales (10.6.2 y 10.6.3).

11 CÁLCULOS

11.1 Calcular la concentración de masa de nitrógeno amoniacal, en mg/L en la muestra como se indica a continuación:

$$\gamma_{(N-NH_3)} = (V_A - V_B) \cdot c(H_2SO_4) \cdot A_r(N) / V_m$$

Donde:

$\gamma_{(NH_3-N)}$ es la concentración de masa de nitrógeno amoniacal;
 V_A son los mL de ácido sulfúrico gastados en la titulación de la muestra;
 V_B son los mL de ácido sulfúrico gastados en el blanco;
 $c(H_2SO_4)$ es la concentración del ácido sulfúrico en mol/L;
 V_m son los mL de muestra, y
 $A_r(N)$ masa atómica del nitrógeno.

11.2 Calcular la concentración de masa de nitrógeno orgánico, en mg/L en la muestra como se indica a continuación:

$$\gamma_{(NOrg)} = (V_C - V_B) \cdot c(H_2SO_4) \cdot A_r(N) / V_m$$

Donde:

$\gamma_{(N-Org)}$ es la concentración de masa de nitrógeno orgánico;
 V_C son los mL de ácido sulfúrico gastados en la titulación de la muestra;
 V_B son los mL de ácido sulfúrico gastados en el blanco;
 $c(H_2SO_4)$ es la concentración del ácido sulfúrico en mol/L;
 V_m son los mL de muestra, y
 $A_r(N)$ es la masa atómica del nitrógeno.

11.3 Calcular la concentración de masa de nitrógeno total Kjeldahl, en mg/L en la muestra como se indica a continuación:

$$\gamma_{(NTK)} = \gamma_{(N-NH_3)} + \gamma_{(N-Org)}$$

Donde:

$\gamma_{(NTK)}$ es la concentración de masa de nitrógeno total Kjeldahl;
 $\gamma_{(N-NH_3)}$ es la concentración de masa de nitrógeno amoniacal, y
 $\gamma_{(NOrg)}$ es la concentración de masa de nitrógeno orgánico.

Ó bien si se procedió conforme a la indicado en 10.4, aplicar la formula indicada en 11.2.

12 INTERFERENCIAS

- 12.1** 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. La reacción entre el nitrato y el amoníaco puede prevenirse con el uso de una resina de intercambio iónico (en forma de cloruros) para remover el nitrato.
- 12.2** Si la muestra contiene una gran cantidad de sales o materia inorgánica que se disuelvan durante la digestión, la temperatura podría alcanzar los 400 °C; esta temperatura es el punto pirolítico menor del nitrógeno. Para prevenir que se presenten estas altas temperaturas, añadir más ácido sulfúrico para mantener el balance sal-ácido. No todas las sales incrementan la temperatura hasta 400 °C, por lo cual la adición a la muestra de 1 mL de H_2SO_4 / g de sal proporciona resultados aceptables. La adición de ácido debe hacerse por igual a la muestra, blanco y estándares. Tener cuidado con la cantidad de ácido adicionado ya que un exceso disminuye la temperatura de destilación por debajo de 380 °C, lo cual resulta en una digestión y recuperación incompleta.
- 12.3** Grandes cantidades de sales o sólidos pueden causar golpeteo durante la destilación. Si esto ocurre añadir más agua de dilución después de la digestión.
- 12.4** 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; para prevenir esto aumentar la proporción de sal-ácido y la temperatura de digestión. Si está presente una gran cantidad de materia orgánica, resulta en pérdida pirolítica del nitrógeno. Para prevenir esta situación añadir al matraz de digestión 10 mL de H_2SO_4 concentrado por cada 3 g de DQO. Alternativamente, añadir 50 mL más de reactivo de digestión por cada gramo de DQO. La adición de más ácido puede ocasionar la necesidad de añadir más

reactivo hidróxido-tiosulfato de sodio para lograr el pH alto requerido para la destilación.

- 12.5** Dado que los reactivos pueden contener trazas de amoníaco, trate el blanco de reactivos igual que las muestras.
- 12.6** El cloro residual reacciona con el nitrógeno amoniacal. Se puede remover agitando la muestra o dejándola expuesta a la luz solar por al menos 1 h.

13 SEGURIDAD

- 13.1** 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.
- 13.2** El ácido sulfúrico puede 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.
- 13.3** 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.
- 13.4** 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.
- 13.5** 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.

- 13.6** 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.

14 MANEJO DE RESIDUOS

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

- 14.1** Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad el destino final de los residuos generados durante la medición.
- 14.2** Los desechos ácidos y alcalinos se deben neutralizar para su posterior desecho.
- 14.3** Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga a alcantarillado pueden descargarse en el mismo sistema.

APÉNDICE NORMATIVO A

SISTEMA MICRO KJELDAHL PARA LA MEDICIÓN DE NITRÓGENO

A.1 **Objetivo y campo de aplicación**

El método micro Kjeldahl es aplicable a muestras que contienen altas concentraciones de nitrógeno orgánico y preferiblemente optar por muestras que presenten una concentración de masa de nitrógeno amoniacal en el rango de 0,2 mg N-NH₃/L a 2 mg N-NH₃/L.

A.2 Reactivos

Son los mismos indicados en el apartado 5 de esta norma mexicana.

A.3 Equipo

A.3.1 Será similar al indicado en el apartado 6 de esta norma mexicana, pero apropiado a los matraces de 100 mL.

A.3.2 Matraz Kjeldahl de 100 mL

A.4 Procedimiento

A.4.1 Selección del volumen de muestra, véase la tabla A.1

TABLA A.1

Concentración de masa de nitrógeno orgánico en la muestra mg/L	Tamaño de la muestra mL
4 - 40	50
8 - 80	25
20 - 200	10
40 - 400	5

A.4.2 Remoción del nitrógeno amoniacal

A.4.2.1 En un recipiente de 100 mL colocar 50 mL de muestra o una alícuota apropiada diluida a 50 mL con agua. Añadir 3 mL del buffer de boratos y ajustar el pH a 9,5 con la disolución de hidróxido de sodio 6 mol/L.

A.4.2.2 Cuantitativamente transferir la disolución obtenida en A.4.2.1, a un matraz Kjeldahl de 100 mL. Colocar el matraz en el equipo micro Kjeldahl y permitir que se evaporen aproximadamente 30 mL, en este momento iniciar la destilación como se indica en A.4.4.

A.4.2.3 En caso de no requerir la concentración de masa del Nitrógeno amoniacal, proceder como se indica en A.4.3.

A.4.3 Digestión

A.4.3.1 Cuidadosamente añadir 10 mL de reactivo de digestión al matraz Kjeldahl que contiene la muestra. Añadir algunas perlas de ebullición y colocarlo en el equipo de digestión.

A.4.3.2 Calentar la disolución obtenida en A.4.3.1 hasta que se vuelva transparente y se observe la formación abundante de humos ligeramente verdes.

A.4.3.3 Aumentar el calentamiento al máximo permitido por el equipo y digerir por 30 min más.

A.4.3.4 Cuantitativamente transferir el contenido del matraz Kjeldahl al equipo de destilación, cuidando que el volumen total transferido no exceda de 30 mL.

A.4.3.5 Añadir 10 mL de la disolución hidróxido-tiosulfato de sodio y colocar en el destilador, proseguir como se indica en A.4.4.

A.4.4 Destilación

A.4.4.1 Regular la velocidad de destilación para prevenir pérdidas.

- A.4.4.2** Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C).
- A.4.4.3** Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 10 mL de la disolución amortiguadora de boratos (véase 5.25), sumergiendo la punta del condensador o una extensión del mismo por debajo de la superficie del líquido.
- A.4.4.4** Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0,03 mol/L hasta que el indicador en la disolución vire de verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen C.
- A.4.4.5** Permitir que continúe la destilación por 1 min o 2 min más para que el sistema se limpie.
- A.4.5** Cálculos
 - A.4.5.1** Proceder como se indica en el capítulo 11 de ésta norma mexicana, tomando en cuenta las modificaciones de volumen.

APÉNDICE NORMATIVO B

USO DE CATALIZADORES

- B.1** La función del catalizador es acelerar el proceso de oxidación que realiza la mezcla ácido-sal. Es de vital importancia tomar en cuenta que cuando se manejan muestras con un alto contenido de materia orgánica se corre el riesgo de resultados cuestionables por lo cual no se puede descartar el uso de otros catalizadores que logren una efectiva liberación del N_2 .
- B.2** En caso de elegir cambiar de catalizador y antes de considerar los resultados como aceptables, determinar la recuperación de muestras adicionadas con Ácido sulfámico para nitrógeno orgánico y con cloruro de amonio para nitrógeno amoniacal o bien contenido bajo de nitrógeno.
- B.3** Entre los catalizadores recomendados están: óxido de mercurio, sales de selenio, mezcla de óxido de titanio y sulfato de cobre, selenito de cobre, cobre metálico, mercurio metálico y permanganato de potasio. Consultar la bibliografía para verificar el manejo de estos catalizadores.

15 VIGENCIA

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

16 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-001-SEMARNAT-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 6 de enero de 1997.
- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- 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-014-1980 Cuerpos receptores.- Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
- NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua.- Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

- NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.
- 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.
- EPA 351.3-1974, 1978 Nitrogen, Kjeldahl Total (Colorimetric; Titrimetric; Potentiometric), U.S. EPA National Exposure Research Laboratory (NERL).
- 4500-Norg B Macro-Kjeldahl Method, American Public Health Association, Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater, APHA, AWWA, WEF, USA, 21th Ed., 2005, pp 4-103 a 4-111.
- I-3520-85 Nitrogen, ammonia, colorimetric, distillation-nesslerization, Methods for the determination of inorganic substances in water and fluvial sediments, Techniques of water-resources investigations of the United States Geological Survey, Book 5, Chapter A1.
- A powerful Kjeldahl nitrogen method using peroximonosulfuric acid, Hach, C. Clifford, Brayton V. Scott, Kopelove, B. Alan, Journal Agricultural Food Chemistry, 1985, 33, pp 1117-1123
- Estimation of nitrogen by the Kjeldahl method. Nature of the action of Selenium, Industrial and Engineering Chemistry, Sreenivasan, V., Sadasivan, V., Indian Institute of Science, 1939, 11(6), 314-315

- Inclusion of nitrate and nitrite in the Kjeldahl nitrogen determination of soils and plant materials using sodium thiosulphate, Dalai, R.C., Sahrawat, K.L., Myers, R.J.K., Queensland Wheat Research Institute, Australia, Communications in Soil Science and Plant Analysis, Vol. 15, Issue 12, December 1984, pp. 1453-1461

17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma ISO debido a que el método actual, que utiliza mineralización con sulfato de potasio y la modificación con tiosulfato de sodio, es tecnológica y medioambientalmente más adecuado para los propósitos de esta norma mexicana que el propuesto por la norma ISO 5663:1984 Water quality – Determination of Kjeldahl nitrogen – Method after mineralization with selenium.

México, D.F., a

El Director General, **CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN**.- Rúbrica.