 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 1 de 14

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de Nitrógeno Orgánico en matriz agua, por el método semi-micro-kjeldahl y lectura por electrodo selectivo.

2. ALCANCE

Este método es aplicable a agua potable, agua superficial y agua residual doméstica e industrial. Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial; los rangos de aplicación son: 0.5 a 50 mg N/L.


Los siguientes son los resultados obtenidos en la validación del método:

TABLA 1. DATOS VALIDACIÓN DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO

ATRIBUTOS	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCIÓN	0,5	mg N/L	Corresponde a límite de cuantificación
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	4.9783	%	Std 0,5 mg N/L
	2.6164	%	50 mg N/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	95.98	%	0.5 mg N/L
	93.50	%	50 mg N/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0,5 – 50	mg N/L	Lectura directa
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0,5 – 50	mg N/L	Lectura directa
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	109.5238	%	3,0 mg N/L
	102.7143 %.	%	5 mg N/L

3. DEFINICIONES

- **SM:** Estándar método.
- **IDL:** Nivel de detección del instrumento
- **MDL:** Nivel de detección del método.
- **MQL:** Nivel mínimo cuantificable
- **Blanco de reactivos (MB):** Agua Tipo I que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 2 de 14

- **Blanco fortificado (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. (El LFB son los estándares de control de la técnica).
- **LFM:** Matriz fortificada. Es una porción adicional de una muestra a la que se añade una cantidad conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar la recuperación del analito en una matriz de la muestra.
- **LFMD:** duplicado de matriz fortificada.
- **LSA:** Límite superior de alarma.
- **LSC:** Límite superior de control.
- **LIA:** Límite inferior de alarma.
- **LIC:** Límite inferior de control.
- **EIS:** Electrodo De Ion Selectivo. Es un sensor que convierte la actividad de un ion específico disuelto de una solución en un potencial eléctrico, el cual se puede medir con un voltímetro o pH-metro. La parte censora del electrodo es por lo general una membrana específica para el ion, junto con un electrodo de referencia.
- **s:** Desviación estándar.
- **EPP:** Elementos de Protección Personal
- **ISA:** Ajuste de fuerza iónica (solución de NaOH / EDTA 10N)

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo.


Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.

5.1. MATERIALES

- Micro-espátula metálica.
- Erlenmeyer de 125 mL
- Beaker de 100 mL
- Balones aforados de 1L Clase A.
- Balones aforados de 50 mL. Clase A.
- Pipetas graduadas de 1mL, Clase B.

 <p> IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales </p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 3 de 14

- Pipetas aforadas de 2,5 mL, 10 mL.
- Probetas 50 mL.
- Barra recubierta de TFE y agitadores magnéticos.
- Pipeta pasteur.
- Papel indicador

5.2. EQUIPOS

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Potenciómetro con sensor automático de temperatura.
- Electrodo selectivo de amoníaco.
- Plancha con agitación magnética.
- Equipo de digestión
- Equipo de destilación

5.3. REACTIVOS

- Agua libre de amoníaco: Usar agua ultra-pura para preparar todos los reactivos, las diluciones de muestra y enjuagues.
- **Solución de NaOH/EDTA, 10 N:** Disolver 400g de NaOH en 800 mL de agua; agregar 45,2 g de sal tetrasódica de ácido etilendiaminotetra acético (Na₄EDTA.4H₂O) y agitar para disolver. Dejar Enfriar y diluir a 1000 mL con agua ultra-pura. Almacene a temperatura ambiente en frasco rotulado.
- **Reactivo de digestión:** Disolver 134 g de K₂SO₄ y 7,3 g de CuSO₄ en cerca de 800 mL de agua. Cuidadosamente agregar 134 mL de H₂SO₄ conc. Cuando se haya enfriado hasta temperatura ambiente, diluir la solución a 1 L con agua. Mezclar bien. Mantener a una temperatura cercana a 20°C para prevenir la cristalización.
- **Hidróxido de sodio 32%:** Disuelva 320 g de NaOH en aproximadamente 800 mL de agua, luego complete a 1 L.
- **Solución absorbente de H₂SO₄ 0,02 M:** Agregar 1.1 mL de H₂SO₄ concentrado en 800 mL de agua ultra pura. Afore en balón aforado de 1000 mL.
- **Solución patrón de EDTA 1000 mg N/L:** Disuelva 13,4286 g de ácido etilendinitrilotetraacético, sal disódica, dihidrato, al 99% (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈*2H₂O) en aproximadamente 800 mL de agua y complete 1L en un balón aforado (Seque la cantidad requerida, previamente, a 105° C).
- **Solución Stock de Cloruro de Amonio:** Disolver en agua 3,819 g de NH₄Cl anhidro, (secado a 100°C), en agua ultra-pura y diluir a 1000 mL; 1,00 mL = 1,00 mg N = 1,22 mg NH₃. La solución así obtenida tiene una concentración de 1000 mg N/L. Almacene esta solución en frasco rotulado y refrigere en la nevera de almacenamiento de reactivos.

5.3.1. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDARES INTERMEDIAS

Las soluciones intermedias se preparan a partir de Solución patrón de EDTA 1000 mg N/L, como se muestra en la Tabla 2. Preparación De Soluciones Estandares Intermedias.

Almacene esta solución en frasco ámbar, rotulado y refrigere en la nevera de almacenamiento de reactivos.


 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 4 de 14

TABLA 2. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTANDAR INTERMEDIAS

CONCENTRACIÓN ESTANDAR (mg N/L)	Vol. ALICUOTA Sin PARTIDA (mg N/L)	CONCENTRACION Sin DE PARTIDA (mg N/L)	VOLUMEN FINAL (mL)
100	5,0	1000	50
10	5,0	100	50
1,0	5,0	10	50

5.3.2. PREPARACIÓN ESTÁNDARES CURVA DE CALIBRACIÓN

Los estándares de la curva de calibración se preparan a partir de las soluciones estándares intermedias de EDTA. Como se muestra en la Tabla 3. Preparación de Estándares de Curva de Calibración.

Se pueden tomar los volúmenes correspondientes para cada estándar, agregarlos directamente en los tubos de digestión y luego completar el volumen a 50 mL.

TABLA 3. PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CURVA DE CALIBRACIÓN

CONCENTRACIÓN ESTANDAR (mg NH ₃ -N/L)	Vol. ALICUOTA Sin PARTIDA (mL)	CONCENTRACION Sin DE PARTIDA (mg NH ₃ -N/L)	VOLUMEN FINAL (mL)
0,50	2,5	10	50
5,0	2,5	100	50
50	2,5	1000	50

5.3.3. PREPARACIÓN ESTÁNDARES DE CONTROL

Los estándares de control se preparan a partir de la solución estándar intermedia de EDTA. Como se muestra en la Tabla 4. Preparación de Estándares de Control.


Se pueden tomar los volúmenes correspondientes para cada estándar, agregarlos directamente en los tubos de digestión y luego completar el volumen a 50 mL.

TABLA 4. PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CONTROL

CONCENTRACIÓN ESTANDAR (mg NH ₃ -N/L /L)	Vol. ALICUOTA Sin PARTIDA (mL)	CONCENTRACION Sin DE PARTIDA (mg NH ₃ -N/L /L)	VOLUMEN FINAL (mL)
20	10	100	50
2,0	10	10	50

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

- Nitrito: Durante la digestión kjeldahl, un exceso de nitrito superior a 10 mg/L puede oxidar una porción del amoníaco liberado a partir del nitrógeno orgánico digerido, para producir N₂O y causar una interferencia negativa. Cuando está presente suficiente materia orgánica en un bajo estado de oxidación, el nitrito puede ser reducido a amoníaco, resultando en una interferencia positiva. Las condiciones bajo las cuales ocurren interferencias significantes no están bien definidas y no hay una vía probada para

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 5 de 14

eliminar la interferencia en conjunción con los métodos kjeldahl.

- Sales y sólidos inorgánicos: El contenido de ácido y sal del reactivo de digestión kjeldahl tiene la intención de producir una temperatura de digestión cercana a 380°C. Si la muestra contiene una cantidad muy grande de sales o sólidos inorgánicos que se disuelvan durante la digestión, la temperatura puede elevarse sobre 400°C, punto en el cual empieza a ocurrir una pérdida pirolítica de nitrógeno. Para prevenir una temperatura de digestión excesiva, agregar más H₂SO₄ para mantener el balance ácido-sal. No todas las sales causan precisamente la misma elevación de temperatura, pero la adición de 1 mL H₂SO₄/g de sal en la muestra da resultados razonables. Demasiado ácido puede disminuir la temperatura de digestión por debajo de 380°C y resultar en una digestión y recuperación incompleta.
- Grandes cantidades de sales o sólidos también pueden causar sacudidas durante la destilación. Si esto ocurre, agregar más agua de dilución después de la digestión.
- Materia orgánica: Durante la digestión kjeldahl, el H₂SO₄ oxida la materia orgánica a CO₂ y H₂O. Si está presente una gran cantidad de materia orgánica, se consumirá una gran cantidad de ácido, se incrementará la relación de sal a ácido, y se incrementará la temperatura de digestión. Si está presente suficiente materia orgánica, la temperatura puede ascender sobre 400°C, resultando en una pérdida pirolítica de nitrógeno. Para prevenir esto, diluir la muestra de manera que sea suficiente el reactivo de digestión adicionado.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Para realizar la verificación del equipo se debe correr la curva de calibración antes de leer las muestras. Los estándares para la curva y su preparación se indican en el numeral 5. Los estándares se manejan de la misma forma que las muestras. Como se indica en el numeral 8. Al correr la curva se debe verificar la pendiente de la curva entre -54 y -60 mV. Es importante mantener entre punto y punto de la curva este rango.

Para los controles analíticos es importante tener en cuenta:

- Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
- Leer los estándares de control establecidos para el método (2.0 y 20 mg NH₃-N/L)
- Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Se deben tener en cuenta los siguientes aspectos a la hora de reportar los análisis:


Se debe medir un blanco diario, con cada lote de muestras y cada 20 muestras. Si el blanco de reactivo es mayor al nivel mínimo cuantificable (MQL), los resultados se deben manejar con respecto al blanco:

Si el blanco de reactivo es menor que el nivel de detección del método (MDL) y los resultados de las muestras son mayores que el nivel mínimo cuantificable (MQL), no se debe tomar ningún correctivo.

Si el blanco de reactivo es mayor que el nivel de detección del método (MDL), pero menor que el nivel mínimo cuantificable (MQL), y los resultados de las muestras son mayores que el nivel mínimo cuantificable (MQL), los resultados deben ser revisados e indicar que el analito se detectó en el blanco de reactivo.

Si el blanco de reactivo es mayor que el nivel mínimo cuantificable (MQL), se requiere acciones correctivas, como volver a analizar el lote de la muestra.

- Se debe medir un blanco fortificado (LFB) por cada lote de muestras y cada 20 muestras.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 6 de 14

- Se debe medir una matriz fortificada (LFM) por cada lote de muestras y cada 20 muestras.
- Se debe medir como mínimo un duplicado de matriz fortificada (LFMD); si un analito rara vez se detecta en un tipo de matriz, utilice un duplicado de la matriz fortificada (LFM), Si el duplicado de la matriz fortificada esta fuera de control, se deben tomar las medidas correctivas según el instructivo de control de calidad para rectificar el efecto de la matriz,
- Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse los estándares de calibración, los reactivos y material de vidrio. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema.
- Por cada lote de 20 muestras o menos es necesario leer un duplicado de matriz.
- Sin embargo, para verificar el funcionamiento del electrodo se puede leer estándares en el momento que se considere necesario. Los duplicados evalúan la precisión de forma permanente. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.
- Los resultados deben ser reportados en el formato correspondiente a captura de datos electrométricos, y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.
- Las concentraciones del blanco fortificado se establecen en el instructivo de calidad analítica.

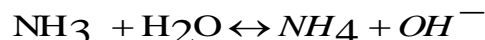
Calcular el porcentaje de recuperación y diferencia porcentual relativa ya determinados para cada concentración. Asegúrese que los criterios de desempeño del método sean satisfactorios.

8. DESARROLLO

8.1. PRINCIPIO DEL MÉTODO

En presencia de H₂SO₄, sulfato de potasio (K₂SO₄), y catalizador de sulfato cúprico (CuSO₄), el nitrógeno que acompaña a muchos materiales orgánicos se convierten en amonio. Después de la adición de la base, el amonio se destila de un medio alcalino y se absorbe en un medio ácido en este caso H₂SO₄. El amoníaco se puede determinar por electrodo selectivo de amoníaco. La selección del método de medición de amoníaco: la sensibilidad de los métodos colorimétricos los hace particularmente útiles para determinar niveles de nitrógeno orgánico por debajo de 5 mg N /L. El método titrimetrico y de electrodo selectivo es para medir el amoníaco en el destilado, estos son adecuados para determinar altas concentraciones de nitrógeno orgánicos.

El electrodo de amoníaco utiliza una membrana hidrofóbico permeable al gas, para separar la solución de la muestra de la solución de llenado del electrodo. El Amoníaco disuelto en la solución de la muestra (NH₃ (aq) y NH₄⁺), se convierte en NH₃ (aq) mediante el aumento de pH por encima de 11 con una base fuerte. El NH₃ (aq) se difunde a través de la membrana hasta que la presión parcial del amoníaco es el mismo en ambos lados de la membrana. En cualquier muestra dada, la presión parcial de amoníaco será proporcional a su concentración. El amoníaco que se difunde a través de la membrana se disuelve en la solución de relleno y, en pequeña medida, reacciona de forma reversible con agua y en la solución de llenado.



La relación entre el amoníaco, el ion amonio y el hidróxido está dado por la siguiente ecuación:

$$\frac{[NH_4][OH^-]}{[NH_3]} = \text{CONSTANTE}$$

La solución de llenado del electrodo contiene cloruro de amonio en un nivel suficientemente alto para que la concentración de iones de amonio puede considerarse fijo Así:

$$[OH^-] = [NH_3] \cdot \text{CONSTANTE}$$

El potencial del elemento lo da el sensor del electrodo con respecto al elemento de referencia interno. Esto es descrito por la ecuación de Nernst:

$$E = E_0 - S \log [OH^-]$$

dónde:

E = potencial de electrodo medido

E₀ = potencial de referencia

OH⁻ = concentración de hidróxido en solución

S = pendiente del electrodo (-59.2 mV / década)


Dado que la concentración de hidróxido es proporcional a la concentración del amoníaco, la respuesta del electrodo al amoníaco también es nernstiana.

$$E = E_0 - S \log [NH_3]$$

El potencial de referencia, E₀, está parcialmente determinado por el elemento de referencia interno que responde al nivel fijo de cloruro en la solución de llenado.

8.2. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

- Tome la muestra de tal manera que sea representativa del vertimiento en estudio.
- Utilice frascos plásticos de polipropileno de 500 o 1000 mL de capacidad.
- Los resultados más significativos se obtienen en muestras frescas. Si no es posible un análisis inmediato, preservar las muestras para digestión kjeldahl acidificando a pH de 1,5 a 2,0 con H₂SO₄ concentrado y almacenándolas a 4°C.
- Efectúe el análisis dentro de los 28 días siguientes a la toma de la muestra, cuando ésta ha sido preservada.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 8 de 14

8.3. LIMPIEZA DE VIDRIERÍA Y MATERIAL DE CAMPO

Utilice únicamente el material de vidrio aprobado en el control de calidad, para el lavado de material de vidrio se debe seguir el Instructivo para el lavado de material.

8.4. EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

8.4.1. ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO


Si el equipo está guardado y seco se debe proceder como se indica en el instructivo del electrodo de ion selectivo de amoníaco en el numeral 8.2.1 según sea el caso.

Si el equipo se mantiene húmedo, para activar la membrana se debe sumergir el electrodo durante al menos 15 minutos antes de su uso en un erlenmeyer con una solución combinada. La se prepara tomando 1,0 mL de estándar de amoníaco de 100 mg NH₃-N/L y 1 mL de la SIn ISA o EDTA / NaOH.

8.4.2. CALIBRACIÓN

Luego del acondicionamiento, enjuague el electrodo con agua ultra-pura, como se indica en el instructivo de manejo del electrodo. Aliste los estándares de calibración previamente digeridos y destilados, las soluciones e instrumentos necesarios.

- Conecte el electrodo en el canal 1 del medidor. (ya está preestablecido el método NH₃)
- Conecte el medidor a la electricidad 110 V.
- Encienda el medidor.
- Seleccione el canal correspondiente.
- Presione la tecla 2 (calibración).
- Tome el estándar de calibración. (la lectura se debe comenzar con el estándar de concentración más baja).
- Poner el electrodo dentro del estándar.
- Adicionar de 1 mL a 2 mL de solución de NaOH / EDTA 10N, por lo general 1mL es suficiente, utilice la cantidad suficiente para aumentar el pH por encima de 11, compruébelo mediante papel indicador de pH o pH-metro.
- Mezclar con un agitador magnético; limitar la velocidad de agitación para que la solución no capte burbujas.
- Inmediatamente presionar comenzar, para que el equipo lea.
- Cuando el equipo estabilice la lectura, tomar el dato de la concentración, los mV y la temperatura.
- Presionar borrar y escribir la concentración teórica (0.5, 5.0 y 50). debe anotar el valor experimental. Presione aceptar.
- Presionar siguiente. Repetir el proceso con los otros estándares de la curva.
- Luego de leer los estándares presione cal lista. Verifique las diferencias entre los potenciales de cada estándar. Esta diferencia debe estar entre -54 y -60, al igual que el valor de la pendiente. Si algún estándar no cumple con los criterios lea un nuevo estándar de la concentración requerida.
- Cuando se cumplan las condiciones de calidad de la pendiente y la diferencia de mV entre los estándares presione guardar/imprimir. De esta manera se acepta la calibración.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 9 de 14

- Si la calibración no es exitosa. Realizar acondicionamiento del electrodo nuevamente y realizar de nuevo la calibración.
- Si el problema persiste. Hacer cambio de membrana, acondicionar y calibrar.

8.4.3. LECTURA DE LA MUESTRA

El volumen de alícuota que se debe tomar de muestra es 50 mL. Esta se adiciona al tubo de digestión.

- **DIGESTIÓN:** agregue cuidadosamente 10 mL de reactivo de digestión al tubo que contiene la muestra. Coloque los tubos en el equipo de digestión.

Coloque sobre los tubos la tapa que tiene las flautas conectadas a la bomba para la extracción y posterior condensación de los vapores ácidos.

Encienda la bomba; revise que la llave del agua este abierta y que el nivel de agua (AUP) esta lo suficiente para que el equipo no sufra daño.

Encienda el digestor y seleccione en el menú el programa 3 y oprima enter. Este programa tiene preestablecidas las rampas de temperatura hasta el punto final de la digestión.

Cuando la digestión termina las muestras se observan y estas deben tener un color verde esmeralda y deben ser totalmente cristalinas en caliente.

Si alguna presenta residuos, generalmente de color negro, quiere decir que la digestión no se ha completado. Se debe repetir el proceso, sobre la misma muestra o tomar un volumen de muestra menos y agregar un pequeño exceso de reactivo de digestión.

Cuando los tubos se enfrían la muestra se ve de color blanco azulado y debe estar en estado sólido ya que está en forma de sal.

- **DESTILACIÓN:** Se enciende el equipo de destilación. Se debe revisar que la llave del agua este abierta para la refrigeración del equipo.

Seleccionar el método.

Seleccionar método personalizado. Aceptar

Seleccionar NKT. Aceptar

Colocar el tubo en el soporte para tubo. Baje la tapa de protección.


Por otro lado, coloque la manguera de salida del destilado dentro de 15 mL de la Solución absorbente de H₂SO₄ 0,02 M, contenida en un beaker de 100 mL.

Seleccione nueva, y star. La destilación tiene un tiempo estimado de 2:30 minutos por muestra.

El equipo de destilación está programado para adicionar: 10 mL de agua, 15 mL de NaOH al 32%, con una programación de la caldera de 45%; para obtener un destilado de ± 35 mL de destilado.

Los volúmenes de agua, NaOH, y la programación de la caldera se pueden modificar según se requiera. Sin embargo, el método esta verificado bajo las condiciones programadas.

Es muy importante observar el color de la muestra cuando se está destilando. Esta debe tomar un color azul oscuro o café. Si no es así es muy probable que el pH no haya subido a 11. En estos casos se debe repetir el procedimiento para la muestra; esto no permite la liberación del nitrógeno de la sal. Programando el equipo para que adicione un Vol. mayor de soda. Se recoge un total de 50 mL del destilado.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI- MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 10 de 14

- **LECTURA:** Enjuague el electrodo con agua ultra-pura antes de cada lectura. Se debe mantener una agitación magnética suave y constante.

Introduzca la barra agitadora en el recipiente que contiene la muestra.

Coloque el recipiente sobre el agitador magnético.

Coloque el electrodo en la solución.

Adicionar de 1 mL a 2 mL de solución de NaOH / EDTA 10N, ó la cantidad requerida para subir el pH a 11.

Compruébelo mediante papel indicador de pH

Oprima la tecla measure y espere a que se estabilice la lectura.

Capture los datos en el formato de electrometría. (Concentración, potencial y temperatura).

Nota: Si la concentración de la muestra es superior a 50 mgNH₃/ L, se debe repetir el procedimiento tomando una alícuota más pequeña de la muestra y aplicar el factor de dilución.

8.5. FORMATOS

- Formato para la captura de datos.
- Formato de control diario de manejo del equipo.
- Formato carta control

8.6. CÁLCULOS Y RESULTADOS

La concentración de Nitrógeno Organico NKT es determinada directamente por el instrumento de medida, pero, es importante tener en cuenta el factor de dilución para realizar el cálculo respectivo. Verifique mediante la lectura del potencial de los patrones el dato obtenido de pendiente.


Escribir el resultado con dos cifras significativas, redondeando de acuerdo a los criterios establecidos en el procedimiento de lineamientos de control de calidad analítica.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 22ed., New York, 2012. Capítulo. 4500-Norg-C.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI-MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C	Código: M-S-LC-I032
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 11 de 14

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2018	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Anyela Lizeth Monsalve Marín Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología



Instituto de Hidrología,
Meteorología y
Estudios Ambientales

**INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN
DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI-
MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR
ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C**

Código: M-S-LC-I032

Versión : 01

Fecha: 14/12/2017

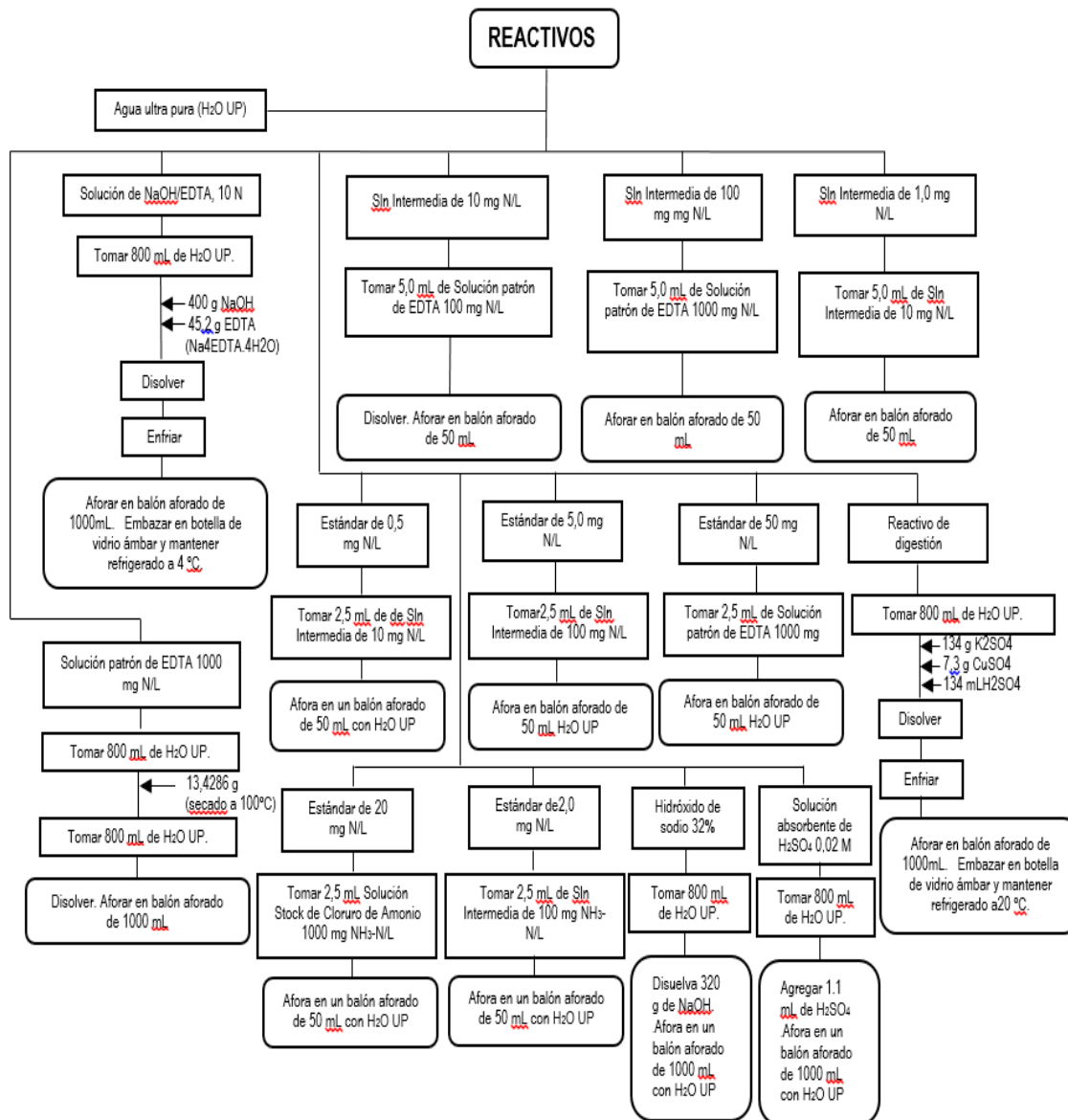
Página: 12 de 14

ANEXO 1. Diagrama

**DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO ORGÁNICO MÉTODO SEMI-MICRO-KJELDAHL Y LECTURA POR
ELECTRODO SELECTIVO. SM 4500-N_{org}-C**



REACTIVOS





LECTURA DE LA MUESTRA

En un Erlenmeyer de 125 mL

1 ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO

Si el equipo está guardado y seco se debe proceder como se indica en el instructivo del electrodo de ion selectivo de amoníaco en el numeral 8.2.1

Si el equipo se mantiene húmedo, para activar la membrana se debe sumergir el electrodo durante al menos 15 minutos antes de su uso en un erlenmeyer con una solución combinada. La se prepara tomando 1,0 mL de estándar de amoníaco de 100 mg NH₃-N/L y 1 mL de la Sin ISA o EDTA / NaOH.

Se debe correr la curva de calibración antes de leer las muestras. Los estándares son: 0,05-0,5-5,0-50 mg NH₃-N/L. Al correr la curva se debe verificar la pendiente de la curva entre 54 y 60 mV. Es importante mantener entre punto y punto de la curva este rango. Se toma 100 mL de cada uno.

2 CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
Leer los estándares de control establecidos para el método (2.0 y 20 mg NH₃-N/L)
Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado
BKO. Si el BKO > MQL hacer corrección o repetir.
Matriz fortificada (LFM) = según concentración
Duplicado de matriz. (Mismo Vol. Muestra según concentración) < 10% de error.
Muestras externas de concentración desconocida. 2 veces al año
Estos controles se deben leer cada lote de 20 muestras o menos.

Enjuague el electrodo con agua ultra-pura antes de cada lectura. El volumen de alícuota que se debe tomar es 100 mL.
Introduzca la barra agitadora.
Coloque el Erlenmeyer sobre el agitador magnético.
Coloque el electrodo en la solución.
Adicionar de

← 1 mL a 2 mL de solución de NaOH / EDTA 10N, ó la cantidad requerida para subir el pH a 11.

Compruébelo mediante papel indicador de pH
Oprima la tecla **measurey** espere a que se estabilice la lectura.
Si la concentración de la muestra supera a 50 mgNH₃ / L esta se debe diluir.

Registre los datos en el formato de electrometría.
(Concentración, potencial y temperatura)

3 MUESTRAS

Volumen de alícuota que se debe tomar de muestra es 50 mL. Esta se adiciona al tubo de digestión.
DIGESTIÓN: agregue 10 mL de reactivo de digestión al tubo
Coloque los tubos en el equipo de digestión. Coloque en los tubos la tapa conectada a la bomba para la de los vapores ácidos.
Encienda la bomba; revise que la llave del agua este abierta y que el nivel de agua (AUP) sea suficiente. Encienda el digestor y seleccione el programa 3. Punto final de la digestión, las muestras deben tener un color verde esmeralda cristalino en caliente.
Si alguna presenta residuos, la digestión no se ha completado. Se debe repetir el proceso, sobre la misma muestra o tomar un volumen de muestra menor y agregar un pequeño exceso de reactivo de digestión. Cuando los tubos se enfrían la muestra se ve de color blanco azulado y debe estar en estado sólido ya que está en forma de sal.

DESTILACIÓN: Se enciende el equipo de destilación. Revisar que la llave del agua este abierta para la refrigeración del equipo. Seleccionar método, método personalizado, NKT. Aceptar
Colocar el tubo en el soporte para tubo. Baje la tapa de protección. Coloque la manguera de salida del destilado dentro de 15 mL de la Solución absorbente de H₂SO₄ 0,02 M, contenida en un beaker de 100 mL. Seleccione nueva, y star. Tiempo de La destilación de 2:30 minutos por muestra. Es muy importante observar el color de la muestra cuando se está destilando. Esta debe tomar un color azul oscuro o café. Si no es así es muy probable que el pH no haya subido a 11. En estos casos se debe repetir el procedimiento para la muestra; esto no permite la liberación del nitrógeno de la sal. Programando el equipo para que adicione un Vol. mayor de soda. Se recogen 50 mL de destilado.