



MÉTODO ANALÍTICO NITRATOS: ELECTRODO DE ION SELECTIVO – MÉTODO HACH ISENO318103.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

| | |
|--|--------------------------------|
| Código: D-7.2-47 | Versión: 04 |
| Revisó: sub. Administrativa y financiera | Aprobó: Sub. Planeación y O.T. |
| Fecha: 18 de Julio del 2020 | Fecha: 18 de Julio del 2020 |
| Resolución: 300-03-10-23-0792-2020 | Páginas: 1 de 7 |

1. DESCRIPCIÓN

Este método permite la determinación de nitrato en un amplio intervalo de concentración (0.10 – 14.00 mg/L), requiere tratamiento un tratamiento simple de la muestra en comparación a otros métodos, puede aplicar problemas en muestras que presentan turbiedad o color.

2. ALCANCE

De acuerdo a la experimentación base de la validación del método se tiene que la determinación del analito en cuestión, es aplicable para las matrices: Potable, Subterránea, Aguas lluvia y Superficiales, con un rango de trabajo comprendido entre 0,1 mg/L (MRL) hasta 2,0 mg/L.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3.1 Principio

Los electrodos selectivos de iones (EIS) funcionan con base en la respuesta selectiva a una especie presente en la solución. Están construidos con una membrana que separa la muestra problema y el interior del electrodo, el cual contiene una solución con actividad constante del ión de interés. La parte externa está en contacto con una muestra de composición variable y la diferencia de potencial a través de la membrana depende de la diferencia en la actividad de la especie del analito entre la solución interna y la muestra problema.

Con esta técnica es importante considerar que: condiciones como temperatura, volumen de muestra y profundidad del electrodo deben permanecer constantes.

3.2 Interferencias

Varios iones pueden causar interferencia, entre ellos los iones Cl^- , ClO_4^- , Br^- , I^- , NO_2^- . Para eliminar la mayoría de estas interferencias se usa polvo de ajuste de potencia iónica (ISA) (Hach®). El electrodo funciona satisfactoriamente a pH entre 3 y 5.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Se recolecta en envases de plástico o vidrio, si no se analiza en dos días después de estar almacenada a 4°C se fija con ácido sulfúrico concentrado a pH≤2 y se almacena hasta 28 días.

5. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS

- Equipo multiparámetro con sonda de nitrato ISEN0318101.
- Agitador magnético, magnetos.
- Potenciómetro.
- Vidriería volumétrica en general.

6. REACTIVOS

- Polvo de ajuste de potencial iónico (ISA).
- NaOH 6 N.
- H₂SO₄ 1 N.
- Estándar de Nitrato 100 mg/L.

7. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Según el método de referencia, se tiene:

- **POLVO DE AJUSTE DE POTENCIAL IÓNICO (ISA):** Diluir un sobre en 50 ml en agua destilada, utilizando balón aforado.
- **Hidróxido de sodio 6 N:** Pesar 24 gramos de NaOH, y diluirlos en agua destilada utilizando balón de 100ml.
- **ÁCIDO SULFÚRICO 1 N:** Tomar 2.8 mL de H₂SO₄ al 98% y aforar hasta 100 ml con agua destilada, utilizando balón aforado.
- **SOLUCIÓN ESTÁNDAR NITRATO 0.1 mg/L:** Tomar 0.1 ml del estándar de nitrato de 100 mg/l, y aforar hasta 100 ml con agua destilada utilizando balón aforado.
- **SOLUCIÓN ESTÁNDAR NITRATO 0.5 mg/L:** Tomar 0.5 ml del estándar de nitrato de 100 mg/L, y aforar hasta 100 ml con agua destilada utilizando balón aforado.
- **SOLUCIÓN ESTÁNDAR NITRATO 1.0 mg/L:** Tomar 1 ml del estándar de nitrato de 100 mg/L, y aforar hasta 100 mL con agua destilada utilizando balón aforado.
- **SOLUCIÓN ESTÁNDAR NITRATO 2.0 mg/L:** Tomar 2 ml del estándar de nitrato de 100 mg/l, y aforar hasta 100 ml con agua destilada utilizando balón aforado.

8. PROCEDIMIENTO

Opción 1.

8.1 Notas de calibración:

| | | |
|---|-------------|----------------|
| Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá | | |
| D-7.2-47 | Versión: 04 | Página: 2 de 7 |

- Remueva las muestras y estándares a una velocidad lenta y constante para evitar la formación de remolinos.
- Es posible seleccionar conjuntos de estándares adicionales, así como el número mínimo de puntos de calibración, en el menú Calibration Options (Opciones de calibración).
- Pulse **Omitir** para omitir un estándar de la rutina de calibración. La opción **Omitir** no aparecerá en la pantalla mientras no se alcance el número mínimo de estándares.
- Inicie la calibración con la concentración más baja. Así se reduce la contaminación de partículas arrastradas y se obtienen mejores resultados.
- Anote las temperaturas de los estándares durante la calibración. Mantenga las temperaturas de los estándares de calibración dentro de un rango de $\pm 2^{\circ}\text{C}$ para obtener unos resultados óptimos.
- La calibración se registra en el electrodo y el registro de datos. También se envía al PC, impresora o lápiz de memoria, si lo hay conectado.
- La aparición de burbujas de aire bajo la punta del sensor cuando éste se sumerge puede provocar una respuesta lenta o errores de medición. En caso de que se produzcan burbujas, agite suavemente la sonda hasta que éstas desaparezcan.

8.2 Calibración:

- Conecte la sonda al medidor. Asegúrese que la tuerca de bloqueo del cable está conectada firmemente al medidor. Encienda el medidor.
- Preparar las soluciones estándar de nitratos de 0,1 mg/L, 0,5 mg/L, 1mg/L y 2 mg/L.
- Añada a cada estándar el contenido de un sobre de reactivo en polvo de ajuste de potencia iónica (ISA) de nitrato por 25 ml.
- Pulse **Calibrate** (Calibrar). En la pantalla aparecerá el valor del estándar actual que se leerá en el conjunto de soluciones estándar.
- Enjuague la sonda con agua desionizada. Séquela con un trapo que no tenga pelusa. No toque la punta de la sonda.

- Agregue una varilla de agitación y coloque la sonda en la primera solución estándar del conjunto. No coloque la sonda en la parte inferior o los lados del contenedor.
- Coloque el vaso en un agitador electromagnético y agite la muestra a un ritmo moderado. Compruebe que no se hayan formado burbujas de aire y elimínelas si las hubiera.
- Pulse Medición. En la pantalla se resaltará el valor del estándar y se pasará al siguiente valor. Aparecerá "Estabilizando" y se mostrará una barra de progreso que indica el ritmo de estabilización de la lectura. Cuando la lectura se estabilice, aparecerá el valor del estándar.
- Repita los pasos 5 a 8 para las demás soluciones estándar de nitrato del conjunto.
- Pulse Done (Terminado) para ver el resumen de calibración. En la pantalla no aparecerá Done (Terminado) mientras no se haya alcanzado el número mínimo de puntos de calibración.
- Pulse Memorizar para aceptar la calibración y volver al modo de medición.

8.3 NOTAS SOBRE MEDICIÓN DIRECTA:

- Remueva las muestras y estándares a una velocidad lenta y constante para evitar la formación de remolinos.
- Los tiempos de estabilización con cambios de concentración más pequeños serán generalmente más largos y se podrán minimizar mediante la adecuada agitación y acondicionamiento. Si es necesario, experimente para determinar la adecuada velocidad de agitación.
- Anote las temperaturas de las muestras durante la medición. Para conseguir unos resultados óptimos, las diferencias entre las temperaturas de las muestras y estándares de calibración deben mantenerse en un rango de ± 2 °C.
- Los datos se guardan automáticamente en el registro de datos cuando se selecciona Pulsar para leer o Intervalo en el modo de medición. Cuando se selecciona Continuo, los datos solo se guardan al seleccionar Guardar.
- Entre mediciones, enjuague la sonda con agua desionizada. Séquela con un trapo que no tenga pelusa. No toque la punta de la sonda.

- La aparición de burbujas de aire bajo la punta del sensor cuando éste se sumerge puede provocar una respuesta lenta o errores de medición. En caso de que se produzcan burbujas, agite suavemente la sonda hasta que éstas desaparezcan.

8.4 MEDICIÓN DIRECTA:

- Conecte la sonda al medidor. Asegúrese que la tuerca de bloqueo del cable está conectada firmemente al medidor. Encienda el medidor.
- Prepare un mínimo de 25 ml de la muestra o muestras en vasos o recipientes adecuados. Añada a cada muestra el contenido de un sobre de reactivo de ajuste de potencia iónica (ISA) de nitrato por 25 ml.
- Enjuague la sonda con agua desionizada. Séquela con un trapo que no tenga pelusa. No toque la punta de la sonda.
- Agregue una varilla de agitación y coloque la sonda en la muestra. Asegúrese de que el sensor de temperatura esté completamente sumergido en la solución. No coloque la sonda en la parte inferior o los lados del contenedor.
- Coloque el vaso en un agitador electromagnético y agite la muestra a un ritmo moderado. Compruebe que no se hayan formado burbujas de aire y elimínelas si las hubiera.
- Pulse Medición. En la pantalla aparecerá "Estabilizando" y se mostrará una barra de progreso que indica el ritmo de estabilización de la sonda en la muestra. Cuando la lectura se stabilice, aparecerá el ícono de candado. Si la aplicación lo requiere, registre también el pH de la muestra y la temperatura.
- Repita los pasos 2 a 6 para realizar mediciones adicionales.

8.5 MEDICIONES DE BAJO NIVEL:

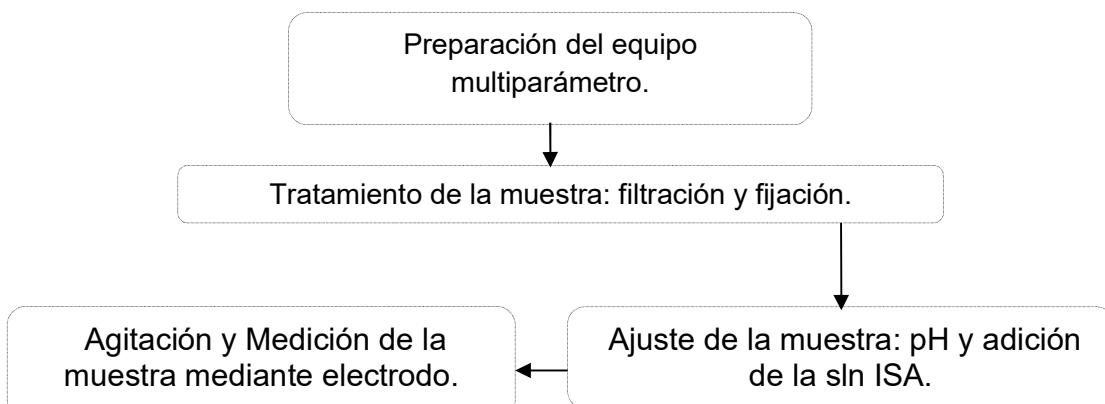
Utilice las siguientes técnicas para mediciones en concentraciones bajas (<1 mg/l NO₃-N):

- Limpie la sonda con frecuencia
- Deje la sonda en remojo en la solución estándar de concentración más baja un máximo de 1 hora antes de la calibración y la medición.

| | | |
|---|-------------|----------------|
| Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá | | |
| D-7.2-47 | Versión: 04 | Página: 5 de 7 |

- Remueva las muestras y estándares a una velocidad lenta y constante para evitar la formación de remolinos.
- Utilice una solución ajustadora de potencia iónica diluida para la calibración y la medición.

9. ALGORITMO



10. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se interpolan los datos en la curva de calibración para obtener los resultados.

La curva de calibración debe ir de 0.1 a mínimo 2 mg/L o hasta que muestre una linealidad confiable, para ello se realiza con los patrones todo el procedimiento que se realiza con las muestras. La concentración los nitratos es dada de manera directa por el electrodo, para obtener la cantidad de nitratos netos, se deben determinar los nitritos por otro método y restárselos a los obtenidos por el presente método, el valor final me da la concentración de NO₃-N/L.

Desarrollo de la curva a partir del estándar de 100 mg/L, los patrones son llevados a un volumen final de 100 mL.

11. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Cada 20 muestras o antes de un intervalo de tiempo no superior a 2 horas, se debe realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:

- Verificar la curva de calibración con un patrón de la misma, la diferencia no debe ser mayor del 20%.

- Analizar un patrón de 0.1 mg/L. % Error aceptado ≤ 20%.
- Analizar un patrón de 1.0 mg/L. % Error aceptado ≤ 20%.
- Analizar una muestra por duplicado. RPD ≤ 20%.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado. RPD ≤ 20%. % Recuperación aceptado ≤ 70-130%.

12. MANTENIMIENTO

Se debe llevar un buen mantenimiento del multiparámetro y del electrodo, haciendo verificaciones permanentes con un estándar determinado, haciendo una buena limpieza de la sonda con agua destilada. Por otro lado, es necesario dejar estabilizando el electrodo al menos 30 minutos antes de su uso, en un estándar de concentración baja (0.1 mg/L).

13. BIBLIOGRAFÍA

HACH ISENO318103 – MÉTODO ELECTRODO DE ION SELECTIVO PARA DETERMINACIÓN DE NITRATOS DISUELTO.

14. CONTROL DE CAMBIOS

| Fecha | Resolución | Versión | Detalle |
|------------|-------------------|---------|--|
| 21/09/2018 | 300-03-10-23-1604 | 01 | Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-86: MÉTODO ANALÍTICO NITRATOS POR ELECTRODO DE ION SELECTIVO. |
| 14/02/2019 | 300-03-10-23-0169 | 02 | De acuerdo a la experimentación de robustez aplicada al método, se cambia en las secciones de REACTIVOS y PREPARACIÓN DE REACTIVOS la concentración de NaOH (de 1 a 6 N) y H ₂ SO ₄ (de 0,1 a 1 N). En la sección de SEGUIMIENTO Y CONTROL, para el patrón de 1 mg/L, se cambia el % de Error aceptado de 10 a 20%, de acuerdo a lo experimentado en el desarrollo de la robustez. |
| 19/11/2019 | 300-03-10-23-1429 | 03 | Se agrega dentro de la estructura del método, la sección 2 – ALCANCE, así: “De acuerdo a la experimentación base de la validación del método, tiene que la determinación del analito en cuestión es aplicable para las matrices: Potable, Subterránea, Aguas lluvia y Superficiales, con un rango de trabajo comprendido entre 0,1 mg/L (MRL) hasta 2,0 mg/L”. Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-86 a D-7.2-47 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017. |
| 18/07/2020 | 300-03-10-23-0792 | 04 | En la sección PREPARACION DE REACTIVOS, se suprime el estándar de 10 mg/L y se agrega el estándar de 0,5 mg/L, a su vez, en la sección 8. PROCEDIMIENTO, en el numeral 8.2 Calibración, se cambia los estándares de 1, 5, 10 mg/L por 0,1, 0,5, 1 y 2 mg/L debido a las especificaciones del equipo y la experimentación como mejora de la determinación del analito. |

Última línea-----última línea-----última línea