



MÉTODO ANALÍTICO NITRÓGENO TOTAL: COMBUSTIÓN OXIDATIVA Y DETECCIÓN POR QUIMIOLUMINISCENCIA.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-57

Revisó: Sub. Planeación y O.T.

Fecha: 24 de Noviembre de 2023

Resolución: 300-03-10-23-2554-2023

Versión: 04

Aprobó: Sub. Planeación y O.T.

Fecha: 24 de Noviembre de 2023

Páginas: 1 de 7

1. DESCRIPCIÓN

El nitrógeno total es una medida de todas las varias formas de nitrógeno que se encuentran en una muestra de agua. El nitrógeno es un nutriente necesario para el crecimiento de plantas acuáticas y algas. No todas las formas de nitrógeno pueden ser utilizadas fácilmente por las plantas acuáticas y las algas, especialmente el nitrógeno vinculado con materia orgánica disuelta o partículas. El símbolo para el nitrógeno total es TN. El nitrógeno total consiste en formas inorgánicas y orgánicas. Las formas inorgánicas incluyen el nitrato (NO_3^-), nitrito (NO_2^-), el amoníaco (NH_4^+) ionizado, no incluye el amoníaco no ionizado (NH_3), y gas del nitrógeno (N_2). El contenido de nitrógeno orgánico en un agua incluye el nitrógeno de aminoácidos, aminas, polipéptidos, proteínas y otros compuestos orgánicos del Nitrógeno. Todas las formas de nitrógeno son inofensivas a los organismos acuáticos excepto el amoníaco no ionizado y el nitrito, que puede ser tóxico para los peces. El nitrito no es generalmente un problema en los cuerpos de agua, sin embargo, si hay bastante oxígeno disponible en el agua para que se oxide, el nitrito puede ser convertido fácilmente a nitrato.

En las aguas residuales si el agua no contiene suficiente nitrógeno pueden ocurrir problemas por deficiencia de nutrientes durante el tratamiento secundario. Pero también el nitrógeno es un contribuyente especial para el agotamiento del oxígeno y la eutrofización de las aguas cuando se encuentra en elevadas concentraciones.

En las aguas residuales, generalmente el nitrógeno se encuentra en 4 formas básicas: nitrógeno orgánico, amonio, nitrito y nitrato. Si las aguas residuales son frescas, el nitrógeno se encuentra en forma de urea y compuestos proteínicos, pasando posteriormente a forma amoniacial por descomposición bacteriana.

2. ALCANCE

Este método por calentamiento y descomposición térmica aplica para el análisis y determinación de Nitrógeno Total en aguas: superficiales y residuales; en un rango de trabajo comprendido entre 0.5 y 5.0 mg/L NT.

3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

El nitrógeno total es analizado por el método de combustión oxidativa-quimioluminiscencia.

La muestra de agua se introduce en una corriente de Oxígeno o mezcla de gases inertes/oxígeno que fluye a través de un tubo de combustión. La combustión oxidativa convierte el nitrógeno químicamente enlazado en óxido nítrico (NO). La corriente de gas se seca y el NO se pone en contacto con ozono (O_3) produciendo dióxido de nitrógeno metaestable (NO_2). A medida que el NO_2 disminuye, la luz se emite y es detectado mediante quimioluminiscencia. La señal resultante es una medida del nitrógeno total en la muestra.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Tome la muestra en recipientes de vidrio o plástico, si no se analiza de inmediato fijar con H_2SO_4 hasta pH menor de 2 y almacenar a temperatura menor o igual a 6°C por un máximo de 28 días.

5. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS

- Analizador de TOC con módulo de nitrógeno total TN acoplado - **Teledyne Tekmar-Torch**, y sus respectivos accesorios: automuestreador, jeringa, catalizador.
- Viales de 40 mL.
- Transferpipetas de 0,1 a 1 mL.
- Transferpipetas de 1 a 10 mL.
- Balones aforados.
- Probetas.
- Pipetas.
- Peras de succión.

6. REACTIVOS

- Ácido sulfúrico concentrado.
- Solución Patrón de nitrógeno total.
- Piridina
- Ácido fosfórico 20%.
- Sulfato de amonio - $(NH_4)_2SO_4$
- Nitrato de potasio - KNO₃

7. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Ácido fosfórico: vierta aproximadamente 50 mL de agua destilada en un balón aforado de 100 mL, adicione 20 mL de ácido fosfórico concentrado, afores hasta la medida con agua desionizada.

Patrón de calibración (1000 mgNT/L): pesar 5.647 g de piridina y diluir a 1L con agua desionizada.

Solución patrón madre (1000 mgNT/L):

- Disolver 4.717 g de sulfato de amonio previamente secado a 105 ± 2 °C en 1 L de agua desionizada
- Disolver 7.219 g de nitrato de potasio previamente secado a 105 ± 2 en 1L de agua destilada.

Mezclar volúmenes iguales de las dos soluciones anteriores para conseguir una solución estándar mixta.

8. PROCEDIMIENTO

Tomar una alícuota de entre 10 y 40 mL de muestra o una porción diluida, depositarla en un vial de 40 ml, luego colocar el vial dentro de la posición adecuada del automuestreador y analizar bajo las condiciones generales mostradas en la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones generales método NT.

Sample Volume (ml)	0.5
Water Chase Volume (ml)	1.00
Dilution	1:1
Number Of Injection Line Rinses	1
Injection Line Rinses	On
Injection Line Rinses Volume (ml)	0.50
Carrier Gas Delay Time (mins)	0.40
Detector Sweep Time (mins)	500
Furnace Sweep Time (mins)	1.00
System Flow (ml/min)	200

Instrucciones de operación del software TORCH:

A. Creación de la curva de calibración

- Cree una curva de calibración en New/Calibration.
- Seleccione el tipo de análisis (TN).
- Dar Ok.
- Dar nombre a la curva de calibración en Save as Name.
- Dar OK.
- Justifique la creación de la nueva curva.
- Dar OK.

B. Creación del método.

- Cree un nuevo método en New/method.
- Seleccione el tipo de análisis (TN).
- Dar Ok.
- Seleccione la curva de calibración que quiere asociar a este método.
- Dar doble clic en la curva seleccionada.
- Guarde el método en file/save as.
- Dar nombre al método en Save as Name.
- Dar OK.
- Justifique la creación del método.
- Dar Ok.

C. Edición de los estándares.

- Seleccione en TOOL la opción Standard Editor.
- Seleccione la configuración de los estándares correspondientes.
- Seleccione adicionar (Add).
- Seleccione el método con el que va a trabajar.
- Seleccione en Standard type la opción Calibration Standard.
- Nombre el set de los estándares en standard ID.
- Seleccione STOCK o USER. Stock realiza la curva a partir de un estándar alto.
- Seleccione la curva que se creó.
- Next. Se digitán los valores de los estándares.
- Next.
- Seleccione Auto Always.
- Next.
- Finish.

D. Creación de un Schedule

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-57	Versión: 04	Página: 4 de 7

- Cree un nuevo schedule en New/schedule
- Seleccione el tipo de muestra (sample, blank, cal standard, check standard, system suitability, clean).

Nota: Para la selección del tipo de muestra, proceda así:

- Si se selecciona **clean**, los ítem **position** y **method ID** aparecen desactivados.
- Si se selecciona **Blank** permite seleccionar el método.
- Si selecciona **Cal Standar**, se abre una nueva ventana para que seleccione los estándares de la curva que se quieren leer.
- Si selecciona **check Standar**, se abre una ventana en la cual se selecciona el estándar a verificar y los rangos en los cuales se acepta la lectura y la acción a tomar después de la lectura.
- Seleccione el nombre de la muestra en **Sample ID**.
- Seleccione el método en **Method ID** (calibration ID)
- Seleccione las veces que se va a inyectar la muestra en **Rep**.
- Verifique la posición de los viales en el automuestreador con la que aparece en el **schedule**.

Ojo: guardar!

- Dar clic en la barra de herramientas al ícono **Ready**.
- Dar clic en la barra de herramientas al ícono **save and Start**.

Recomendaciones importantes:

- Realizar una limpieza (clean) por lo menos 4 veces.
- Despues de la limpieza correr un blanco (blank) mínimamente tres veces.
- Luego leer la curva.
- Por último, leer las muestras.
- Terminar con una limpieza (clean) 3 veces.

Reportes:

- Seleccione file/open/reports.
- Seleccione el schedule del cual se quieren ver los resultados.
- Dar ok.

9. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Los cálculos los realiza el software del equipo de acuerdo a la curva de calibración seleccionada. La curva debe ser desarrollada de 0 a 5 mgNT/L. Se recomienda realizar curva de calibración cada vez que se analice un lote de muestras, sin embargo, se puede utilizar una curva antigua si los estándares de control cumplen los criterios establecidos en el método referencia

10. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Cada lote de muestras se debe realizar lo siguiente:

- Analizar un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es $> \frac{1}{2}$ del límite de cuantificación.
- Analizar un patrón de 1 mg/L. % Error aceptado $\leq 20\%$.
- Analizar un patrón de 5 mg/L. % Error aceptado $\leq 20\%$.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado. RPD $\leq 20\%$. % Recuperación aceptado $\leq 80\text{-}120\%$.

La captura de los datos generados por este análisis, se realiza de forma automática en la base de datos del software TORCH correspondiente al equipo, estos se exportan a una carpeta en el escritorio llamada “resultados NT”.

11. MANTENIMIENTO

Mantener el automuestreador y el catalizador del equipo en buen estado.

12. BIBLIOGRAFÍA

ASTM. D 5176 – 20. Standard Test Method for Total Chemically Bound Nitrogen in Water by Pyrolysis and Chemiluminescence Detection.

13. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
14/02/2019	300-03-10-23-0169	01	Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-96: MÉTODO ANALÍTICO NITRÓGENO TOTAL: Combustión oxidativa y detección por quimioluminiscencia.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	02	Se incluye en el método la sección 2 – ALCANCE, así: “Este método por calentamiento y descomposición térmica aplica para el análisis y determinación de Nitrógeno Total en aguas: superficiales y residuales; en un rango de trabajo comprendido entre 0.5 y 5.0 mg/L NT”.

			Por otro lado, en la sección se modifica la concentración del estándar alto de 3 mg/L a 5 mg/L y se modifica el criterio de aceptación del duplicado enriquecido de 80-130% a 80-120%. Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-96 a D-7.2-57 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
18/07/2020	300-03-10-23-0792	03	En la sección 6 se agrega la piridina como reactivo estándar, así mismo, en la sección 7 se detalla la preparación de la misma y de la solución patrón madre. Se modifica en la sección 9 el rango de la curva de calibración de 0-3.33mg/L a 0-5mg/L. Se corrige el numeral 11 respecto al mantenimiento.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	04	Actualización a la nueva versión de la ASTM D 5176-20.

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