



## MÉTODO ANALÍTICO AMONIO: MÉTODO FENATO SM 4500-NH<sub>3</sub><sup>-</sup> F.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-60	Versión: 03
Revisó: Sub. Planeación y O.T.	Aprobó: Sub. Planeación y O.T.
Fecha: 24 de Noviembre de 2023	Fecha: 24 de Noviembre de 2023
Resolución: 300-03-10-23-2554-2023	Páginas: 1 de 4

### 1. DESCRIPCIÓN

Es un método altamente sensible para la determinación cuantitativa de amonio, y es especialmente recomendado para aguas residuales y con interferencias.

### 2. ALCANCE

De acuerdo con la verificación, se define que la determinación del analito en cuestión es aplicable para las matrices: Potable, Residual doméstica, Subterránea, Superficial y Marina, con un rango de trabajo comprendido entre 0,1 mg/L (MRL) y 2,0 mg/L, de acuerdo a lo establecido experimentalmente.

### 3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

#### 3.1 Principio

Un compuesto intensamente azul, el indofenol, se forma por la reacción de amoníaco, hipoclorito y fenol catalizados por nitroprusiato de sodio.

#### 3.2 Interferencias

Según lo establecido en el Standard Methods, sección 4500-NH<sub>3</sub><sup>-</sup> F:

La formación de complejos de magnesio y calcio con citrato elimina la interferencia producida por la precipitación de estos iones a un pH alto. No hay interferencia de otras formas trivalentes de nitrógeno. Eliminar la turbidez interferente por destilación o filtración. Si está presente sulfuro de hidrógeno, retírelo acidificando las muestras a pH 3 con HCl diluido y aireando vigorosamente hasta que ya no se detecte el olor a sulfuro.

### 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 filtra a 0.45 micras y se congela a -20°C y se almacena hasta 28 días. Las muestras cloradas son estables durante al menos **14 días**.

### 5. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS

- Equipo colorimétrico: Espectrofotómetro a 640 nm.
- Vidriería volumétrica en general.
- Agitador magnético, magnetos y pera.
- Medidor de iones (pH).
- Balanza analítica.

## 6. REACTIVOS

Según lo establecido en el Standard Methods, sección 4500-NH<sub>3</sub>- F:

- Agua Destilada o de ósmosis inversa.
- Etanol 95% (v/v).
- Fenol ( $\geq 89\%$ ).
- Nitroprusiato de sodio Ácido fosfórico 85%.
- Citrato alcalino.
- Hipoclorito de sodio, solución comercial.
- Cloruro de amonio anhidro.

## 7. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Según lo establecido en el Standard Methods, Sección 4500-NH<sub>3</sub>- F:

a. *Solución de fenol*: mezcle 11.1 ml de fenol licuado ( $\geq 89\%$ ) con alcohol etílico al 95% v/v hasta un volumen final de 100 ml. Prepárate semanalmente. PRECAUCIÓN: Use guantes y protección para los ojos cuando maneje fenol; use una buena ventilación para minimizar toda exposición del personal a esta sustancia volátil tóxica.

b. *Nitroprusiato de sodio, 0.5% p/v*: Disuelva 0.5 g de nitroprusiato de sodio en 100 ml de agua desionizada. Almacenar en frasco ámbar por hasta 1 mes.

c. *Citrato alcalino*: disuelva 200 g de citrato trisódico y 10 g hidróxido de sodio en agua desionizada. Diluir a 1000 ml.

d. *Hipoclorito de sodio, solución comercial, aproximadamente 5%*: Esta solución se descompone lentamente una vez que se rompe el sello de la tapa de la botella. Reemplace aproximadamente cada 2 meses.

e. *Solución oxidante*: mezcle 100 ml de solución de citrato alcalino con 25 ml de hipoclorito de sodio. Preparar fresco todos los días.

f. Solución madre de amonio 1000 mg N/L (1220 mg NH<sub>3</sub>/L): disolver 3.819 g de cloruro de amonio anhidro previamente secados a 100°C en agua destilada y diluir a 1 litro.

g. Solución de amonio estándar 10 mg N/L: diluir 1 mL de la solución madre de amonio y llevar a 100 mL con agua destilada.

## 8. PROCEDIMIENTO

A una muestra de 25 ml en un matraz Erlenmeyer de 50 ml, agregue, mezclando bien después de cada adición, 1 ml de solución de fenol, 1 ml de solución de nitroprusiato de sodio y 2,5 ml de solución oxidante, verificar que la muestra alcance un pH de 10.4, cuando se requiera, ajustar pH con solución oxidante gota a gota. Cubra las muestras con papel aluminio y deje que el color se desarrolle a temperatura ambiente (22 a 27 °C), registre dicha temperatura y conserve las muestras en luz tenue durante al menos 1 h. El color es estable durante 24 horas. Mida la absorbancia a 640 nm. Prepare un blanco y al menos otros dos estándares

diluyendo la solución madre de amoníaco en el rango de concentración de la muestra. Trate los estándares de la misma manera que las muestras.

## 10. CÁLCULOS Y RESULTADOS

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

Prepare una curva estándar trazando lecturas de absorbancia de estándares contra las concentraciones de estándares de amoníaco. Calcule la concentración de la muestra comparando la absorbancia de la muestra con la curva estándar.

Desarrollo de la curva a partir del estándar de 10 mg N/L, los patrones son llevados a un volumen final de 50 mL.

**Tabla 1. Preparación de estándares para elaboración de curva de calibración.**

Estándar (mg/L)	Volumen en mL de estándar de 10 mg/L
0	0
Límite de cuantificación (MRL)	0.5
0.1	
0.5	2.5
1	5
1.5	7.5
2	10

## 11. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Según Tabla 4020:I del Standard Methods:

Cada lote menor o igual a 20 muestras, se deben realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:

- Analizar un blanco de reactivo. Realizar una acción correctiva si su resultado es  $\geq \frac{1}{2}$  MRL.
- Analizar un patrón equivalente al MRL, donde % Error  $\leq 50\%$ .
- Analizar un estándar de 1 mg N/L, preparado a partir de una segunda fuente, teniendo en cuenta que la diferencia no debe ser mayor del 10%.
- Analizar una muestra enriquecida con una concentración de 1 mg N/L por duplicado, teniendo en cuenta un valor de RPD  $\leq 20\%$ . % Recuperación aceptada entre 80 y 120%.

Cada vez que se realice la curva de calibración se debe comparar cada punto de dicha calibración con la curva, y volver a calcular su concentración, teniendo en cuenta el siguiente criterio de aceptación:

- Para estándares hasta el doble del MRL,  $\pm 50\%$  de error.

- Para estándares entre 3 y 5 veces el MRL,  $\pm 20\%$  de error.
- Para estándares de más de 5 veces el MRL,  $\pm 10\%$  de error.

En caso de no cumplir con lo anterior, analizar nuevamente el respectivo patrón y corregir, antes de la cuantificación de las muestras.

## 12. MANTENIMIENTO

Espectro calibrado, buen estado de las celdas.

## 13. BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA – AWWA – WEF. Ed. 24 de 2022. Nitrógeno Ammoniacal: Colorimétrico, Fenato. SM 4500–NH<sub>3</sub>– F.

## 14. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
01/04/2020	300-03-10-23-0426	01	Aprobación inicial con código y nombre D-7.2-60: MÉTODO ANALÍTICO AMONIO: MÉTODO FENATO SM 4500–NH <sub>3</sub> – F.
18/07/2020	300-03-10-23-0792	02	De acuerdo a ensayos experimentales, se agrega en la sección 8. PROCEDIMIENTO que la muestra debe alcanzar un pH de 10,4 y que se debe registrar la temperatura en el momento del desarrollo del color, además se modifica que la muestra se cubre con papel aluminio.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	03	Se actualiza el documento para la determinación de Nitrogeno amoniacal de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 4500 NH3-F de 2022, edición 24.

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