



TÍTULO: NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO
SELECTIVO DE AMONIACO (ORION)

CÓDIGO: TP0134

VERSIÓN: 02

COPIA N°: _____

ELABORADO POR: _____
ANDREA MILENA LASSO P.
INGENIERA QUÍMICA

REVISADO POR: _____
ROCIO DEL PILAR BOJACA B
QUÍMICA U.N.

APROBADO POR: _____
MARTA ELENA DUQUE S.
Coordinadora GLCA

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada dos años.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0134	Fecha de elaboración: 08/06/2007	Versión: 02
NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion)			

NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (ORION)

1. INTRODUCCIÓN

El electrodo selectivo de amoniaco utiliza una membrana hidrófoba permeable al gas para separar la solución de muestra de una solución interna del electrodo de cloruro de amonio. El amoniaco disuelto en la muestra ($\text{NH}_3(\text{ac})$ y NH_4^+) se convierte en $\text{NH}_3(\text{ac})$ elevando el pH por encima de 11 con una base fuerte; el $\text{NH}_3(\text{ac})$ de la muestra se difunde a través de la membrana y cambia el pH de la solución interna que es registrado por un electrodo de pH. El nivel constante de cloruro en la solución interna se detecta mediante un electrodo selectivo de ion cloruro que sirve como electrodo de referencia.

Las mediciones potenciométricas para este analito en el Laboratorio de Calidad Ambiental se hacen con un potenciómetro de ion específico marca ORION 920 A, con sensor automático de temperatura y con el electrodo selectivo de amoniaco ORION 95-12.

Este método es aplicable a la determinación de 0,3 a 100 mg $\text{NH}_3\text{-N/L}$; el electrodo selectivo de amoniaco responde lentamente por debajo de 1 mg $\text{NH}_3\text{-N/L}$, por lo cual es preciso utilizar tiempos de inmersión más prolongados (2 a 3 minutos) para obtener lecturas estables. Es aplicable para agua potable, superficial y salina, y aguas residuales domésticas e industriales. Otros métodos para la determinación de nitrógeno amoniacal incluyen: destilación y volumetría, electrodo selectivo de amonio.

2. DEFINICIONES

EIS = Electrodo de ion selectivo


LDM= Límite de detección del método

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Utilice los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el instructivo IS0174 (Blusa de laboratorio, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, respirador, guantes de caucho). El ácido Sulfúrico y el hidróxido de Sodio son compuestos con los que debe trabajarse con extremo cuidado por ser altamente corrosivos, por lo tanto es necesario emplear los implementos mencionados anteriormente. (ver hojas de seguridad No. 44 y 163 respectivamente)

4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

- Las aminas son una interferencia positiva.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0134	Fecha de elaboración: 08/06/2007	Versión: 02
NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion)			

- El mercurio y la plata interfieren por formar complejos con el amoniaco, adicionar la solución de hidróxido de sodio que contiene EDTA.
- Las altas concentraciones de iones disueltos afectan la medición.
- El color y la turbidez no causan interferencia; no es necesario destilar las muestras.
- Las soluciones patrón y las muestras deben estar en un rango entre 18 y 25 °C de temperatura según lo experimentado durante la prevalidación y validación del método y con niveles similares de especies disueltas totales.
- En aguas cloradas el cloro residual reacciona con el amoniaco por lo cual debe removerse con la adición de tiosulfato de sodio a la muestra

5. VALIDACION DEL MÉTODO

Tabla 1. Parámetros de validación de la determinación de nitrógeno amoniacal.

NOMBRE DEL METODO:	Amonio en agua por electrodo de ion selectivo de Amoniaco		
CÓDIGO DEL PSO:	TP0134		
FECHA DEL INFORME DE ESTANDARIZACIÓN:		Abril-00	
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0.3	mg N-NH3 / L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	9.9	%	Std bajo 1.0 mg N-NH3/L
	1.6	%	Std alto 20 mg N-NH3/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	4.6	%	Std bajo 1.0 mg N-NH3/L
	-0.9	%	Std alto 20 mg N-NH3/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.3 - 100	mg N-NH3 / L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	N.A.	mg N-NH3 / L	Con la mayor dilución posible o aceptable.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	93.0	%	Adicionado bajo
	98.0	%	Adicionado Alto

NOTA: Estos datos son los obtenidos en la validación realizada por Blanca Moreno en abril del 2000.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0134	Fecha de elaboración: 08/06/2007	Versión: 02
NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion)			

6. 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. Los resultados más veraces se obtienen en muestras frescas. Si las muestras se analizan en el transcurso de 24 h después de la recolección, refrigerar a 4°C sin acidificar. Para preservación hasta por 28 días, acidificar las muestras a pH<2 con H₂SO₄ concentrado y almacenarlas a 4°C. Para mas información puede referirse a los instructivos técnicos TI0187 Toma de muestras de aguas residuales y TI207 Toma de muestras de aguas superficiales.

PRECAUCIÓN: Aunque la acidificación es apropiada para ciertos tipos de muestras, produce interferencias cuando existe amonio intercambiable en los sólidos no filtrados.

7. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

7.1 EQUIPOS

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales (Mettler Toledo AG 204)
- Potenciómetro ORION 920 A con sensor automático de temperatura.
- Electrodo selectivo a amoniaco ORION 95 – 12.
- Agitador magnético, con barra recubierta de TFE.

7.2 REACTIVOS

- ◆ Agua libre de amoniaco. Usar agua ultrapura para preparar todos los reactivos, las diluciones de muestra y enjuagues.
- ◆ Solución de NaOH/EDTA, 10 N / 4.5 %. Disolver 400 g de NaOH en 800 mL de agua; agregar 45,2 g de sal tetrasódica de ácido etilendiaminotetraacético (Na₄EDTA.2H₂O) y agitar para disolver. Enfriar y diluir a 1000 mL con agua. Almacene a temperatura ambiente en frasco rotulado.
- ◆ Solución Stock de Cloruro de Amonio. Disolver en agua 3,819 g de NH₄Cl anhidro, secado a 100°C, a peso constante 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.
- ◆ Soluciones patrón de amonio de 100, 10, y 1 mg NH₃-N/L mediante diluciones decimales de la solución Stock de NH₄Cl con agua el día en que se va a realizar la lectura de muestras.

7.3 MATERIALES

- Balones aforados clase A de 250 y 500 mL.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Pipetas aforadas clase A de 25 y 50mL.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0134	Fecha de elaboración: 08/06/2007	Versión: 02
NITROGENO AMONICAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion)			

- Pipeta graduada de 1 mL.
- Probeta de vidrio de 100 mL.
- Pipeta Pasteur.
- Microespátula.
- Barra magnética cubierta de TFE.
- Papel indicador de pH

8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERIA.

Lave toda la vidriería con jabón alcalino, enjuague con agua de la llave, posteriormente déjelo en H_2SO_4 diluido al 5% y enjuague muy bien con agua destilada. Remítase al Procedimiento Relacionado TP0125 (Lavado material de vidrio.)

Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad .

9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE ESTÁNDARES.

9.1 Estándares de curva de calibración

Para las diluciones de la curva de calibración es necesario preparar una solución de 100 mg NH_3-N/L , a partir de la solución stock de 1000 mg NH_3-N/L . Tome una alícuota de 25 mL de la solución stock, transfírala a un balón de 250 mL y complete a volumen. Prepare las soluciones de la siguiente manera:

- De la solución de 100 mg/L tome 50 mL y complete a 500 mL, la solución obtenida tiene una concentración de 10 mg N/L.
- De la solución de 10 mg/L tome 50 mL y complete a 500 mL, la solución obtenida tiene una concentración de 1,0 mg N/L.

10. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

10.1 Calibración del Medidor de Iones: Comprobar el funcionamiento del elemento sensor del electrodo según las instrucciones del fabricante para asegurar que es correcto. Ver instructivo No. TI0398.

10.2 Curva de Calibración:

- Se emplean soluciones con concentraciones de 1.0, 10,0 y 100 mg NH_3-N/L /L, preparadas como se indica en el numeral 9.1.
- Colocar 100 mL de cada solución patrón en un erlenmeyer de 125 mL. Introducir el electrodo en el patrón de menor concentración y mezclar con un agitador magnético; limitar la velocidad de agitación para que la solución no capte burbujas de aire que quedarían atrapadas en la membrana del electrodo, que no forme vortex ni salpicaduras, para minimizar la posible pérdida de amoníaco de la solución.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0134	Fecha de elaboración: 08/06/2007	Versión: 02
NITROGENO AMONIACAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion)			

Mantener la misma velocidad de agitación y una temperatura entre 18 y 25°C durante la calibración.

- Añadir 1 mL de solución de NaOH/EDTA 10 N/4.5 % para aumentar el pH por encima de 11, si no se obtiene respuesta verificar la preparación del patrón.
- Mantener el electrodo en la solución hasta obtener una lectura estable, en la pantalla del equipo en la parte inferior derecha, aparece RDY y se escucha un bip.
- Repetir el procedimiento con los patrones restantes, en orden ascendente.
- Registrar el valor de la pendiente la cual se debe encontrar entre -54 y -60 mV, en el formato FT0021.
- Leer los estándares utilizados en la calibración como muestra y registrar el valor de concentración y mV.

10.3 Medición de las muestras:

- ◆ Colocar 100 mL de muestra en erlenmeyer de 125 mL.
- ◆ Enjuague el electrodo con agua desionizada, introdúzcalo en un blanco de agua desionizada, espere a que la lectura que se observa en pantalla baje a aproximadamente 0.2, enjuague e introduzca electrodo en la muestra.
- ◆ Adicionar suficiente solución de hidróxido de sodio para aumentar el pH por encima de 11, compruébelo mediante papel indicador de pH. Mezclar con un agitador magnético; limitar la velocidad de agitación para que la solución no capte burbujas de aire que quedarían atrapadas en la membrana del electrodo, que no forme vortex ni salpicaduras, para minimizar la posible pérdida de amoniaco de la solución. Mantener la misma velocidad de agitación y una temperatura entre 18 y 25°C durante la lectura del lote de muestras.
- ◆ Mantener el electrodo en la solución hasta obtener una lectura estable, en la pantalla del equipo en la parte inferior derecha, aparece RDY y se escucha un bip.
- ◆ En el caso que la muestra presente un valor inferior del límite de detección y su lectura sea lenta, se puede tomar un valor aproximado y reportarlo como menor del límite de detección, siempre y cuando este seguro mediante papel indicador que la muestra tiene un pH mayor de 11 al momento de realizar la lectura.
- ◆ Leer la concentración de N-NH₃-N a partir de la curva patrón y registrar en el formato TF0021 de electrometría la concentración leída, los milivoltios y la temperatura.

NOTA: Si la concentración de la muestra es superior a 100 mgN/L, diluir la muestra.

11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULOS DE RESULTADOS

La concentración de Nitrógeno Amoniacal 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.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL		
	Código: TP0134	Fecha de elaboración: 08/06/2007	Versión: 02
NITROGENO AMONIAL EN AGUA POR ELECTRODO SELECTIVO DE AMONIACO (Orion)			

Escribir el resultado con dos cifras significativas, redondeando de acuerdo a los criterios establecidos en el procedimiento de lineamientos de control de calidad analítica TP0100.

12. CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Los resultados son diligenciados en el formato TF0021 correspondiente a captura de datos electrométricos, y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos. Cuando realice la curva de calibración acéptela si cumple con las especificaciones dadas en el instructivo TI0398.

En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras, es necesario procesar en un mismo día, un estándar de 1.00 y 10.0 mg de N – NH₃/L. Registre los resultados en la CARTA DE CONTROL del método.

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 y dos estándares, uno bajo y uno alto; si es un lote de mas de 20 muestras se debe leer por cada 20 muestras un patrón (variando entre el alto y el bajo) y un duplicado; sin embargo para verificar el funcionamiento del electrodo se puede leer estándares en el momento que se considere necesario.

Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio y la replicabilidad del método. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

13. REFERENCIAS

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 21ed., United States of America, 2005.
- Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.
- RODIER, J. Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Omega, Barcelona, 1981.
- SAWYER, C.; McCARTY, P. Chemistry for Environmental Engineering. McGraw Hill, New York, 1996
- GARAY, J.; PANIZZO, L.; LESMES, L.; RAMIREZ, G.; SANCHEZ, J. Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-Químicos y Contaminantes Marinos. Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas. Cartagena, 1993.