



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-AA-24-1984

**PROTECCION AL AMBIENTE - CONTAMINACION DEL
SUELO-RESIDUOS SOLIDOS MUNICIPALES -
DETERMINACION DE NITROGENO TOTAL**

*ENVIRONMENTAL PROTECTION - SOIL CONTAMINATION -
MUNICIPAL SOLID RESIDUES - TOTAL NITROGEN DETERMINATION*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la formulación de esta Norma participaron los siguientes organismos:

SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA

- Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental.

DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL

- Dirección General de Estudios Prospectivos.
- Dirección General de Programación de Obras y Servicios.
- Comisión de Ecología.

PROTECCION AL AMBIENTE - CONTAMINACION DEL SUELO-RESIDUOS SOLIDOS MUNICIPALES - DETERMINACION DE NITROGENO TOTAL

ENVIRONMENTAL PROTECTION - SOIL CONTAMINATION - MUNICIPAL SOLID RESIDUES - TOTAL NITROGEN DETERMINATION

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método Kjeldahl para determinar la cantidad de nitrógeno total contenido en los Residuos Sólidos Municipales.

Por este procedimiento se convierten todos los componentes del nitrógeno oxidados tales como nitratos y nitritos a nitrógeno reducido a sulfato de amonio.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

NMX-AA-091	Protección al Ambiente-Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos-Terminología.
NMX-AA-052	Protección al Ambiente-Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos Municipales-Preparación de Muestras en Laboratorio para su Análisis.

3 DEFINICIONES

Para los efectos de esta Norma las definiciones son las establecidas en la Norma Mexicana NMX-AA-091-. Además de la siguiente:

3.1 Nitrógeno total

Es la suma de los nitrógenos amoniacal y orgánico presentes en la muestra, conocido como nitrógeno Kjeldahl.

4 RESUMEN DEL METODO

La muestra es digerida en presencia de ácido sulfúrico concentrado, sulfato de potasio y sulfato cúprico hasta desprendimiento de humos blancos y que la solución sea transparente e incolora o de un tono amarillo paja.

El residuo es enfriado, diluido y llevado a condiciones alcalinas para la determinación del amonio.

El amonio destilado se cuantifica volumétricamente.

5 OBTENCION DE LA MUESTRA

La muestra se obtiene como se indica en la Norma Mexicana NMX-AA-052

6 APARATOS Y EQUIPO

Equipo usual de laboratorio además de:

6.1 Aparato de digestión Kjeldahl con extractor de humos

6.2 Aparato de destilación Kjeldahl

6.3 Matraces Kjeldahl de 800 a 1000 cm³

6.4 Potenciómetro

NOTA: Se requiere de tres matraces Kjeldahl por muestra

7 MATERIALES Y REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, (A menos que se indique lo contrario), siempre que se mencione agua debe entenderse agua destilada.

7.1 Materiales

7.1.1 Granalla de zinc de 20 mallas

7.1.2 Perlas de vidrio

7.2 Reactivos

7.2.1 Sulfato de potasio (K₂SO₄)

7.2.2 Sulfato cúprico (CuSO₄ .5H₂O)

- 7.2.3 Acido sulfúrico concentrada (H_2SO_4)
- 7.2.4 Acido salicílico ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$)
- 7.2.5 Tiosulfato de sodio cristalino ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- 7.2.6 Alcohol etílico ($\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{OH}$) al 95%
- 7.2.7 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 10 N
- 7.2.8 Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N
- 7.2.9 Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.1 N
- 7.2.10 Solución indicadora de anaranjado de metilo (0.1 g de anaranjado de metilo en una solución de 50 cm^3 de alcohol etílico y 50 cm^3 de agua).
- 7.2.11 Solución indicadora mixta de rojo de metilo y verde de bromocresol (Pesar 1 g de rojo de metilo y 0.5 g de verde de bromocresol, se disuelven en 100 cm^3 de alcohol etílico y se lleva a un $\text{pH} = 4.5$).

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Digestión

8.1.1 Correr un blanco de agua.

8.1.2 Pesar 0.5 g de muestra y se transfiere a un matraz Kjeldhal.

8.1.3 Agregar 2 g de ácido salicílico y 40 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado, agitar, hasta que el ácido se incorpore totalmente a la muestra, formándose el ácido nitrososalicílico.

8.1.4 Dejar reposar 30 minutos, y después añadir 10 g de tiosulfato de sodio con el fin de reducir al ácido nitrososalicílico; agitar y dejar reposar por un período de 5 minutos.

8.1.5 Transcurrido el tiempo calentar la mezcla a flama baja en el matraz Kjeldahl hasta que no exista desprendimiento de humos blancos y la solución se clarifique. Continuar la digestión durante 30 minutos más.

Retirar el matraz y dejar enfriar a temperatura ambiente.

8.1.6 Añadir 1 g de sulfato cúprico y 10 g de sulfato de potasio llevar a digestión hasta que la solución sea incolora ó de color amarillo paja.

8.1.7 Preparar un matraz Erlenmeyer de 500 cm^3 , dentro del cual se vierten 25 cm^3 de solución de ácido sulfúrico y de 3 a 4 gotas de solución indicadora de anaranjado

de metilo y se coloca abajo del condensador de manera que la punta quede en el seno del líquido.

8.1.8 Agregar al matraz Kjeldahl de 4 a 5 granallas de zinc y 10 perlas de vidrio.

8.1.9 Adicionar con cuidado 100 cm³ de solución de hidróxido de sodio 10 N resbalando por las paredes del cuello del matraz y conectar al destilador.

8.2 Destilación

8.2.1 Encender la parrilla del destilador

8.2.2 Inclinar el matraz y agregar con mucho cuidado 150 cm³, de la solución de hidróxido de sodio.

El matraz se calienta hasta que destile todo el amoniaco (Un mínimo de 150 cm³ de destilado se obtiene aproximadamente en 30 minutos).

8.2.3 Colocar el matraz colector del destilado en forma tal que el tubo de vidrio de descarga conectado al condensador quede sobre la boca del matraz libre del contacto con la solución de ácido sulfúrico 0.1N y se continua destilando aproximadamente cinco minutos con el objeto de llenar el tubo de descarga.

8.2.4 Se interrumpe el calentamiento, se retira el matraz colector y se titula con la solución de ácido sulfúrico 0.1N hasta que la solución vire a rosa.

9 CALCULOS

El nitrógeno total en por ciento se calcula con la siguiente fórmula:

$$N_t \text{ en } \% = \frac{(A.N_1 - B.N_2) \times 0.014 \times 100}{M}$$

Donde:

A = Volumen de la solución de ácido sulfúrico empleado en la recolección del amoniaco destilado.

N₁ = Normalidad del ácido sulfúrico.

B = Volumen de la solución de hidróxido de sodio empleado en la neutralización de la solución de ácido sulfúrico.

N₂ = Normalidad de la solución del hidróxido de sodio 0.1N

M = Masa de la muestra en g.

0.014 = Miliequivalente del nitrógeno.

100 = Para relacionar el nitrógeno a por ciento.

10 REPRODUCCION DE LA PRUEBA

La diferencia máxima permisible en el resultado de pruebas efectuadas por duplicado, no debe exceder de 0.3% en caso contrario, se debe repetir la determinación.

Para las cantidades de reactivos y muestras indicadas son de esperarse resultados que varían de 0.5 a 2.5% de nitrógeno total. En residuos sólidos, cuyo contenido de nitrógeno esperado sobrepase el rango mencionado debe variarse la cantidad indicada según convenga.

11 BIBLIOGRAFIA

- American Organization Agriculture Chemistry 1978
- National Formulary 1982
- Productos para uso agropecuario-Fertilizantes-Nitrógeno total-Método del salicílico. NMX-Y-107-1984.

México, D.F., 10 Diciembre 1984
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Hector Bayardo Moreno', with a large, stylized initial 'H'.

LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.