

NORMA Mexicana NMX-AA-079-1986 Protección al Ambiente - Contaminación de Agua-
Determinación de Nitrogeno de Nitrato - Método del Sulfato de Brucina
(Environmental Protection - Water Contamination-Nitrate Nitrogen Determination-Brucine
Sulphate Method)

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes organismos:

- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA.

Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental.

- SECRETARIA DE SALUD.

Dirección de Control Ambiental de la Salud.

- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.

Centro de investigación y estudios para el control de la Contaminación del agua.

- SECRETARIA DE MARINA.

Dirección General de Oceanografía.

- SECRETARIA DE COMERCIO Y FOMENTO INDUSTRIAL.

Laboratorios Nacionales de Fomento Industrial.

- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL.

Comisión de Ecología.

Laboratorio Central.

- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO.

Centro de Estudios de la Atmósfera.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el método para la determinación de nitrógeno de nitratos en agua y es aplicable para agua potable, natural, residual y residual tratada.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

NMX-AA-003 Aguas residuales-Muestreo

NMX-AA-014 Cuerpos receptores-Muestreo

NMX-BB-014 Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio

NMX-Z-001 Sistema general de unidades de medida- Sistema (SI) de unidades

3 RESUMEN Y FUNDAMENTO

3.1 Resumen

La reacción entre la brucina y el ion nitrato es afectada significativamente por la cantidad de calor generada durante la prueba. El control de calor en el procedimiento es realizado por la secuencia de la adición del reactivo y manteniendo la mezcla por un intervalo preciso de tiempo a una temperatura conocida.

La concentración del ácido y el tiempo de la reacción han sido seleccionados para producir el óptimo desarrollo y estabilidad del calor. Este método es recomendable para un ámbito de concentración de 0.1 a 2 mg de N - NO₃/L, por encima de esta concentración la detención es pobre. (El ámbito ideal sería de 0.1 a 1 mg N - NO₃ L).

3.2 Fundamento

Este método se basa en la reacción entre el ión nitrato y la brucina que produce color amarillo y pueden ser utilizado para una estimación colorimétrica del nitrato.

La intensidad del color es medida a 410 nm, esta relación entre la brucina y el ión nitrato es afectada significativamente por la cantidad de calor generada durante la prueba.

4 MATERIAL Y EQUIPO

4.1 Equipo

4.1.1 Espectrofotómetro, capaz de usarse a 410 nm provisto de un trayecto de luz de 1 cm o mayor; ó fotómetro de filtro, que permita un trayecto de luz de de 1 cm o mayor, con un filtro violeta que tenga transmitancia máxima entre 400 y 425 nm.

4.1.2 Baño de agua con sistema de calefacción suficiente para mantener por lo menos 368 K (95 °C) cuando las muestras frías sean introducidas.

4.1.3 Baño de agua fría (Agua con hielo).

4.2 Material

4.2.1 Pipeta de seguridad.

4.2.2 Gradilla metálica.

4.2.3 Tubos de reacción de vidrio de silicato de boro, aproximadamente de 2.5 x 15 cm con tapón de baquelita.

4.2.4 Material común de laboratorio.

5 REACTIVOS

5.1 Solución de nitrato

Disolver 721.8 mg de nitrato de potasio anhidro (KNO_3) y diluir a 1000 cm^3 con agua destilada; 1 $\text{cm}^3 = 0.1 \text{ mg N-NO}_3$.

5.2 Solución patrón de nitrato

Diluir 10 cm^3 de la solución madre de nitrato y aforar a 1000 cm^3 con agua destilada; 1 $\text{cm}^3 = 1 \text{ mg N-NO}_3$ preparar antes de efectuar el análisis).

5.3 Solución de arsenito de sodio

Disolver 5.0 g de arsenito de sodio (NaAsO_2) y diluir a 1000 cm^3 con agua destilada.

NOTA 1: Precaución: Este reactivo es tóxico, evitar su ingestión.

5.4 Solución de brucina-ácido sulfúrico

Disolver 1.0 g de sulfato de brucina y 0.1 g de ácido sulfanílico en aproximadamente 70 cm^3 de agua destilada caliente. Añadir 3 cm^3 de HCl concentrado, enfriar y aforar a 100 cm^3 . Esta solución es estable por algunos meses. El color rosa que desarrolla lentamente no afecta su utilidad. NOTA 2: Precaución, el sulfato de brucina es tóxico, evitar su ingestión.

5.5 Solución de ácido sulfúrico

Agregar con cuidado 500 cm^3 de H_2SO_4 concentrado a 125 cm^3 de agua destilada, enfriar a temperatura ambiente antes de usarlo y mantenerlo en un frasco herméticamente cerrado para prevenir la absorción de la humedad atmosférica.

5.6 Solución de cloruro de sodio

Disolver 300 g de NaCl y diluir a 1000 cm^3 con agua destilada.

5.7 Suspensión de hidróxido de aluminio

Disolver 125 g de sulfato de aluminio y potasio [$\text{K}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$]

ó sulfato de aluminio y amonio [$(\text{NH}_4)_2\text{Al}_2(\text{SO}_4) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$] en 1000 cm^3 de agua destilada.

Calentar a 333 K (60 °C) y adicionar 55 cm^3 de hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado, lentamente y con agitación. Dejar la mezcla reposar unas horas y decantar. Lavar el precipitado por adiciones sucesivas de agua destilada con mezclado manual y decantaciones, hasta que se encuentre libre de olores amoniacales.

6 CURVA DE CALIBRACION

6.1 La curva de calibración para N- NO_3 por el método colorimétrico de la brucina se construye de la siguiente manera:

- 6.1.1 Montar en un gradilla metálica el número de tubos de reacción requerido, incluyendo uno como testigo.
- 6.1.2 En los tubos de reacción, tomar 1, 2, 4, 6, 8 y 10 cm³ de la solución patrón de nitrato (5.2) y aforar a 10 cm³ con agua destilada.
- 6.1.3 Seguir el procedimiento del método para desarrollar el color.
- 6.1.4 Leer las absorbancias y graficar en papel milimétrico contra mg correspondiente a los estándares de N - NO₃, ajustar los valores por el método de mínimos cuadrados.

7 INTERFERENCIAS

7.1 Interfieren todos los agentes oxidantes y reductores fuertes. La presencia de agentes oxidantes puede ser detectada por la adición del reactivo de ortotoluidina. La interferencia por el cloro residual puede ser eliminada por la adición de arsenito de sodio siempre que el cloro residual no exceda de 5 mg/l.

Un ligero exceso de arsenito de sodio no afecta la determinación. El hierro férrico y ferroso y el manganeso tetravalente interfieren positivamente, pero en concentraciones menores a 1 mg/L son insignificantes.

La interferencia por cloruros es enmascarada por la adición de un exceso de cloruro de sodio.

La interferencia debida a nitritos mayores de 0.5 mg N -NO₂/L es eliminado con ácido sulfanílico. Concentraciones altas de materia orgánica pueden interferir.

8 TOMA Y CONSERVACION DE LA MUESTRA

8.1 Las muestras del laboratorio deberán ser colectadas en recipientes de plástico y ser analizadas lo más pronto posible. El almacenamiento de las muestras entre 275 K y 278 K (2 y 5 °C) pueden preservar muchos tipos de muestra, pero deberá verificarse para confirmar este parámetro.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Preparación de la muestra

Clarificar la muestra con hidróxido de aluminio en caso de turbidez y filtrar con papel filtro poro medio. Si la muestra contiene cloro residual, remover este por adición de una gota de la solución de arsenito de sodio por cada 0.10 mg de Cl₂ y mezclar (añadir una gota de exceso a una porción de 50 cm³)

9.2 Desarrollo de color

Colocar el número requerido de tubos de reacción en la gradilla metálica dejando un espacio vacío entre cada tubo, incluyendo un tubo para un blanco y los tubos preparados para la curva.

9.3 Poner en cada tubo 10.0 cm³ de la muestra. Poner la gradilla que contiene tanto la muestra, el blanco y los tubos de la curva en baño de agua fría y añadir en un tubo 2 cm³ de la solución de NaCl, tapar los tubos con tapones de baquelita y mezclar invirtiendo varias veces.

9.4 Agregar 10 cm³ de la solución ácido sulfúrico (5.5), tapar y mezclar invirtiendo varias veces los tubos.

NOTA: Si se ha desarrollado turbidez o color en este punto, leer la absorbancia de la muestra a 410 nm y restarla a su lectura final.

9.5 Colocar la gradilla de nuevo en el baño de hielo y añadir 0.5 cm³ del reactivo Brucina-ácido sulfanílico a cada tubo.

9.6 Mezclar por inversión y colocar la gradilla en el baño de agua a la temperatura de ebullición.

9.7 Exactamente después de 20 minutos, sacar las muestras del baño de agua caliente y sumergirlas en agua fría. Cuando estén a temperatura ambiente leer las absorbancias de los patrones y muestras contra el blanco de reactivos a 410 nm.

9.8 Obtener las lecturas de mg de nitrógeno de nitratos directamente de la curva de calibración y calcular la concentración real de la muestra.

10 CALCULOS Y RESULTADOS

10.1 Cálculos

$$\frac{\text{mg N - NO}_3}{\text{cm}^3 \text{ de la muestra}} = \frac{\text{mg/L N-NO}_3}{\text{cm}^3 \text{ de la muestra}} \text{ (leídas en la curva)}$$

$$\text{mg/L NO}_3 = \text{mg/L N - NO}_3 \times 4.43$$

11 BIBLIOGRAFIA

- SAWYER C.N. and Mc Canty, P.L

Chemistry for Sanitary Engineers.

McGraw Hill-Book Co. Kogakusha. 1967

- STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER.

14 th edition.

1977.

México, D.F., Abril 14, 1986

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO.

Fecha de aprobación y publicación: Abril 14,1986