



Application Note AN-T-214

Nitrógeno Kjeldahl en aguas residuales

Fácil determinación por titulación según ASTM D3590

Los compuestos a base de nitrógeno están ampliamente distribuidos en el medio ambiente. Son nutrientes de crecimiento esenciales para los organismos fotosintéticos (p. ej., plantas y algas). Por lo tanto, es importante monitorizar y controlar la cantidad de compuestos de nitrógeno que se liberan en el medio ambiente.

En esta nota de aplicación, se describe un método para determinar el contenido de nitrógeno en el agua mediante digestión y destilación Kjeldahl seguida de una titulación fotométrica o potenciométrica según **ASTM D3590** es presentado. La determinación de nitrógeno por digestión y destilación Kjeldahl se realiza desde 1883. La universalidad, precisión y

reproducibilidad del método Kjeldahl lo han convertido en el método reconocido internacionalmente para, por ejemplo, estimar el contenido de proteínas en muchas matrices y es el método estándar con el que se comparan todos los demás métodos.

Después de la destilación Kjeldahl, el contenido de nitrógeno se determina por titulación ácido-base. Esto puede ser una titulación fotométrica o potenciométrica dependiendo de la muestra y las preferencias del usuario. Ambos métodos de valoración ofrecen una determinación fiable y económica.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE MUESTRA

Esta aplicación se demuestra en aguas residuales para la valoración fotométrica y en agua contaminada para la valoración potenciométrica.

Cada muestra se transfiere al tubo Kjeldahl para su digestión. La digestión se realiza automáticamente usando un digestor disponible comercialmente.

EXPERIMENTO

Este análisis se lleva a cabo en un OMNIS Advanced Titrator equipado con un Optrode para la titulación fotométrica y con un dEcotrode plus para la titulación potenciométrica.

Las muestras preparadas se valoran con ácido sulfúrico hasta que se alcanza el punto de equivalencia. Para garantizar una buena recuperación y reproducibilidad, es importante que el aparato de destilación utilizado para la preparación de esta muestra sea a prueba de fugas y que el agua que se utiliza para el blanco no contenga nitrógeno.

Después de la digestión, se agrega una solución de hidróxido de sodio a la mezcla y el amoníaco resultante se destila automáticamente en un recipiente colector que contiene ácido bórico usando un aparato de destilación al vapor.



Figure 1. OMNIS Advanced Titrator equipado con un dEcotrode plus para la determinación potenciométrica de nitrógeno Kjeldahl en agua.

RESULTS

La recuperación y la desviación estándar de las dos titulaciones diferentes no pudieron compararse, ya que se usaron muestras diferentes. Sin embargo, para

ambos métodos, las desviaciones estándar relativas están por debajo del 2 %, lo que es aceptable para esta aplicación.

Tabla 1. Resultados de las determinaciones de nitrógeno en agua por titulación después de la digestión y destilación Kjeldahl.

	Valoración fotométrica (n = 4)	Valoración potenciométrica (n = 3)
Medio	33,63 miligramos por litro	19,78 miligramos por litro
SD(abs)	0,45 miligramos por litro	0,26 miligramos por litro
SD(rel)		1,34%

CONCLUSION

La titulación es un método fácil para determinar el nitrógeno Kjeldahl en aguas residuales según **ASTM D3590**. La titulación se puede realizar fotométrica o potenciométricamente. El método potenciométrico proporciona la ventaja de que no se necesita indicador. Por otro lado, el Optrode para medidas fotométricas no requiere mantenimiento. La

valoración que se utilice depende de la muestra y de las preferencias del usuario.

Para ambos métodos, se puede utilizar un OMNIS Titrator. Esto le permite personalizar el sistema según sus necesidades y ampliarlo para otras aplicaciones de titulación requeridas para el control de calidad del agua.

Internal reference: AW TI CH1-1301-032020

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



OMNIS Advanced Titrator con agitador magnético

El OMNIS Titrator es un aparato potenciométrico, modular e innovador para el funcionamiento en modo "Stand alone" o como elemento central de un sistema de titulación OMNIS para la titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a la tecnología de adaptador de líquido 3S, resulta más seguro que nunca para el manejo de los productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se puede añadir un agitador de varilla. Si es necesario, el OMNIS Advanced Titrator se puede equipar con la correspondiente licencia funcional de software para la titulación en paralelo.

- Control a través de PC o red local
- Posibilidad de conexión de hasta cuatro módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Posibilidad de conexión de un agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- Adaptador líquido con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

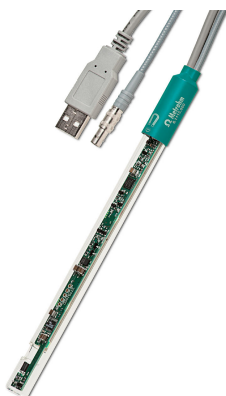
Modo de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación en paralelo: licencia funcional "Professional"



Ecotrode plus

Electrodo pH combinado para todas las titulaciones ácido-base acuosas. El diafragma esmerilado fijo es resistente a la contaminación. Electrolito de referencia: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, almacenamiento en una solución de conservación.



Optrode

Sensor óptico para titulaciones fotométricas con ocho longitudes de onda disponibles. La longitud de onda se puede cambiar por software (a partir de tiamo 2.5) o con un imán. El mango de vidrio es totalmente resistente a los disolventes y fácil de limpiar. El sensor permite ahorrar espacio y es adecuado, por ejemplo, para:

- Titulaciones no acuosas según USP o EP
- Determinaciones de grupos carboxilos finales
- TAN/TBN según ASTM D974
- Determinación de sulfato
- Fe, Al, Ca en cemento
- Dureza del agua
- Sulfato de condroitina según USP

El sensor no es adecuado para determinar las concentraciones midiendo la intensidad del color (colorimetría).