

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN DETERMINACIÓN DE NITRITOS	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
---	---	-------------------------------------

CÓDIGO ENSAYO	QAI-ACE1-0011
PROGRAMA	CONTROL AMBIENTAL
NORMA DE COMPETENCIA	CARACTERIZAR FISICA, QUIMICA Y MICROBIOLOGICAMENTE LAS AGUAS
RESULTADO DE APRENDIZAJE	DETERMINAR LOS PARAMETRO QUIMICOS

1. Discusión general

El nitrógeno de nitritos raras veces aparece en concentraciones mayores de 1 mg/L, aun en fuentes de plantas de tratamiento de aguas residuales. En aguas superficiales y subterráneas su concentración por lo general es menor de 0.1 mg/L. Su presencia indica, por lo regular, procesos activos biológicos en el agua, ya que es fácil y rápidamente convertido en nitrato.

Los nitritos en concentraciones elevadas reaccionan dentro del organismo con aminas y amidas secundarias y terciarias formando nitrosaminas de alto poder cancerígeno.

El nitrito (NO_2^-) se determina mediante la formación de un colorante azo de color púrpura rojizo por reacción de diazotación-copulación de sulfanilamida con diclorhidrato de N-(1-naftil)-etilendiamina (NED diclorhidrato) a pH entre 2,0 y 2,5.

Según el Standard Methods este método es adecuado para determinar nitrito en concentraciones de 10 a 1000 mg NO_2^- -N/L. El sistema de color obedece la ley de Beer en concentraciones hasta de 180 mg NO_2^- -N/L a 543 nm si se emplea celda de 1 cm de longitud; se pueden hacer mediciones en el intervalo de 5 a 50 mg NO_2^- -N/L con una celda de 5 cm de paso de luz y un filtro de color verde. Se pueden determinar concentraciones más altas por dilución de la muestra.

2. Materiales

- Balones aforados clase A de 100, y 250 mL. Erlenmeyer de 125 mL.
- Pipetas aforadas clase A de 2, 5, 10, 20 y 25 mL. Pipetas graduadas de 5 y 10 mL.
- Probeta de vidrio de 25 mL. Pipeta Pasteur. Microespátula.

- Celda de vidrio. Papel para limpiar lentes.

3. Muestreo Y Preservación De La Muestra

Colecte la muestra en envase de vidrio ámbar o plástico y no le adicione ningún preservante. El tamaño mínimo de muestra para determinar NO_2^- es de 100 mL. Se puede tomar de la muestra recibida para Fósforo Soluble siempre y cuando el volumen sea suficiente para los dos analitos.

La determinación debe hacerse lo más pronto posible una vez recogida la muestra para prevenir la posible conversión bacteriana de NO_2^- a NO_3^- o NH_3 . Para preservaciones cortas de 1 a 2 días, guardar a 4°C .

Filtrar únicamente en el momento de realizar el análisis.

4. Interferencias

El tricloruro de nitrógeno (NCl_3) imparte un falso color rojo cuando se agrega el reactivo de coloración; la incompatibilidad química impide que coexistan NO_2^- , cloro libre y NCl_3 .

Los siguientes iones no deben estar presentes porque interfieren debido a su precipitación bajo las condiciones del ensayo: Sb^{3+} , Au^{3+} , Bi^{3+} , Fe^{3+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Ag^{2+} , cloroplatinato (PtCl_6^{2-}) y metavanadato (VO_3^{2-}); el ion cúprico puede causar bajos resultados porque cataliza la descomposición de la sal de diazonio.

No se encontró en la literatura metodología para corregir las anteriores interferencias. En la muestra no deben estar presentes iones coloreados que alteren el sistema de color.

Los sólidos suspendidos se deben remover por filtración a través de membrana con diámetro de poro de 0,45 mm.

5. Instrumentos

- a) Espectrofotómetro o colorímetro, longitud de onda de 543nm

6. Reactivos y preparación

Todos los reactivos deben ser calidad pura para análisis (ppa).

- a) Reactivo de coloración. A 800 mL de agua agregar 100 mL de ácido fosfórico del 85% y 10 g de sulfanilamida, agitar y disolver totalmente. Agregar 1 g de N- (1-naftil)-etilendiamina diclorhidrato. Mezclar hasta disolver, y diluir a 1 L con agua. Esta solución es estable hasta por seis meses si se guarda en una botella oscura y en refrigeración.
- b) Preparación de la solución patrón de 250 mg N - NO_3^-/L a partir de un patrón

trazable. Tome 250 mL de Nitrito de sodio trazable de 1000 mg N - NO_2^-/L , asegúrese que la concentración corresponda a las unidades mencionadas y lleve a volumen en un balón de 1000 mL.

- c) Solución stock de nitrito, 250 mg N - NO_2^-/L a partir del sólido: El NaNO_2 comercial grado reactivo es de mínimo 99% de pureza. Como el NO_2^- se oxida fácilmente en presencia de humedad, usar un frasco de reactivo reciente para preparar la solución patrón y guardar los frascos herméticamente tapados cuando no estén en uso. Disolver 0.6161 g de nitrito de sodio y diluir a 500 mL en balón aforado con agua ultrapura, 1 mL = 250 mg/L. Almacene esta solución en la nevera de reactivos y preserve con 1 mL de cloroformo. Este patrón tiene una vida útil de 6 meses.
- d)
- e) Agua destilada, libre de materia orgánica.

7. Elementos de Protección Personal (EPP) y dispositivos de seguridad

Para la realización de esta práctica es necesario el uso de los siguientes EPP y dispositivos de seguridad:

- Cabina de extracción.
- Fuente lava ojos.
- Gafas de seguridad.
- Guantes de nitrilo gruesos y delgados.

8. Condiciones de seguridad

- Use los EPP permanentemente mientras permanece dentro del laboratorio. No se retire los EPP hasta que haya abandonado definitivamente el laboratorio.

9. Procedimiento

Curva de calibración:

A partir de la solución patrón de nitritos de 250 mg N - NO_2^-/L , prepare la solución intermedia de 5,0 y a partir de esta las soluciones de trabajo de 0,01, 0,05, 0,10 y 0,20; mg N NO_2^-/L y elabore la curva de calibración.

- a) Prepare un estándar intermedio de 5 mg N - NO_2^-/L a partir de la solución patrón de 250 mg N - NO_2^-/L , tomando 5 mL y llevándola a volumen en un balón aforado de 250 mL, con agua desionizada. Esta solución intermedia es estable hasta por 10 días.
- b) Prepare un estándar de 0,20 mg N - NO_2^-/L a partir de la solución intermedia de 5,00 mg N - NO_2^-/L , tome 4mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua desionizada.

- c) Prepare un estándar de 0,10 mg N - NO₂⁻/L a partir de la solución intermedia de 5,00 mg N - NO₂⁻/L, tome 4 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 200 mL, con agua desionizada.
- d) Prepare un estándar de 0,050 mg N - NO₂⁻/L a partir de la solución intermedia de 5,00 mg N - NO₂⁻/L, tome 2 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 200 mL, con agua desionizada.
- e) Prepare un estándar de 0,010 mg N - NO₂⁻/L a partir de la solución intermedia de 0,100 mg N - NO₂⁻/L, tome 20 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 200 mL, con agua desionizada.

Procedimiento de análisis.

- a) Deje aclimatar y filtre solo en el momento del análisis, a través de membrana de acetato de celulosa de 0.45 micrómetros. Las muestras con sólidos suspendidos abundantes, fíltrelas primero con un prefiltro de fibra de vidrio.
- b) Curva de Calibración. Prepare una curva de calibración cada vez que cambie de solución de coloración (lote de reactivo), o de solución patrón de nitrito. Para la preparación, ver curva de calibración.
- c) Encienda el Espectrofotómetro UV-VIS. La lectura de nitrito debe hacerse a 543 nm.
- d) Verifique que la celda de vidrio de 1 cm esté perfectamente limpia, si la observa manchada de color rosado déjela en jabón aproximadamente 15 minutos, hágale un lavado con H₂SO₄ al 5% y enjuáguela perfectamente con agua desionizada.
- e) Cuando vaya a iniciar la lectura de la curva de calibración, transfiera una alícuota de 25,0 mL del blanco (agua ultra pura) y los estándares en erlenmeyer de 125 mL y adicione 1 mL del reactivo de coloración, deje desarrollar color y comience la lectura después de 30 minutos, pero antes de 2 horas después de su adición, lea el blanco como blanco y como muestra y los estándares, como estándares y como muestras, siguiendo las instrucciones del equipo.

10. Cálculos y expresión de resultados

El espectrofotómetro arroja resultados en mg N - NO₂⁻/L de acuerdo al factor de dilución digitado en el momento de la lectura, aplicando la siguiente fórmula:

$$\text{mg N - NO}_2\text{--/L} = \text{Pendiente} \times \text{Absorbancia} \times \text{FD}$$

Pendiente = Obtenida a partir de la curva de calibración.
 Absorbancia = Lectura realizada por el espectrofotómetro.
 mg NO₂⁻ /L = Concentración de nitritos calculada y registrada por el espectrofotómetro UV-VIS
 FD = Factor de dilución

11. Manejo de residuos peligrosos

- a) Debido al alto contenido de cromo, mercurio y plata de las soluciones, disponga las soluciones sobrantes en el contenedor para metales en solución.

Documentos de referencia

- [1- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 18th Edition. Washington DC, APHA, AWWA, WWCF, 1992. pp 5-6 - 5-10.
- 2- HACH Technical center for Applied Analytical Chemistry. Introduction to Chemical Oxygen Demand. Booklet N° 8. Hach Company, U.S.A.
3. Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.
4. Jairo Alberto Romero Rojas. COLOMBIANA DE INGENIERÍA. CALIDAD DEL AGUA. Ed. ESCUELA Colombia 2002.

12. Anexos

No aplica.

CONTROL DE DOCUMENTO

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración				
Revisión				
Aprobación				

CONTROL DE CAMBIOS

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó