

Procedimiento

1. Selección del volumen de muestra, véase el cuadro 1

Cuadro 1:

Concentración de masa de nitrógeno orgánico en la muestra mg/L	Tamaño de la muestra mL
4 – 40	50
8 – 80	25
20 – 200	10
40 – 400	5

2. Remoción del nitrógeno amoniacal

- 2.1. En un recipiente de 100 mL colocar 50 mL de muestra o una alícuota apropiada diluida a 50 mL con agua. Añadir 3 mL del buffer de boratos y ajustar el pH a 9,5 con la disolución de hidróxido de sodio 6 mol/L.
- 2.2. Cuantitativamente transferir la disolución obtenida en 2.1, a un matraz Kjeldahl de 100 mL. Colocar el matraz en el equipo micro Kjeldahl y permitir que se evaporen aproximadamente 30 mL, en este momento iniciar la destilación como se indica en 4.
- 2.3. En caso de no requerir la concentración de masa del Nitrógeno amoniacal, proceder como se indica en 3.

.

3. Digestión

- 3.1. Cuidadosamente añadir 10 mL de reactivo de digestión al matraz Kjeldahl que contiene la muestra. Añadir algunas perlas de ebullición y colocarlo en el equipo de digestión.
- 3.2. Calentar la disolución obtenida en 3.1 hasta que se vuelva transparente y se observe la formación abundante de humos ligeramente verdes.
- 3.3. Aumentar el calentamiento al máximo permitido por el equipo y digerir por 30 min más.
- 3.4. Cuantitativamente transferir el contenido del matraz Kjeldahl al equipo de destilación, cuidando que el volumen total transferido no exceda de 30 mL.
- 3.5. Añadir 10 mL de la disolución hidróxido-tiosulfato de sodio y colocar en el destilador, proseguir como se indica en 4.

.

4. Destilación

- 4.1. Regular la velocidad de destilación para prevenir pérdidas.
- 4.2. Conectar el matraz Kjeldahl al condensador, destilar la muestra cuidando que la temperatura del condensador no pase de 302 K (29 °C).
- 4.3. Recolectar el condensado en un recipiente que contenga 10 mL de la disolución indicadora de ácido bórico, sumergiendo la punta del condensador o una extensión del mismo por debajo de la superficie del líquido.
- 4.4. Retirar el matraz colector y titular con disolución de ácido sulfúrico 0,05 mol/L hasta que el indicador en la disolución vire de verde esmeralda a morado. Registrar el volumen gastado de ácido como volumen C.
- 4.5. Permitir que continúe la destilación por 1 min o 2 min más para que el sistema se limpie.