



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

METODO PARA DETERMINAR NITRÓGENO AMONIACAL EN FERTILIZANTES

Alcance y aplicación

Se describe el método para determinar nitrógeno amoniacal en fertilizantes sólidos y líquidos.

El procedimiento descrito es un método Kjeldahl macro, aplicable tanto a equipos semimicro como al tipo Tecator, debiéndose hacer las modificaciones correspondientes al peso de la muestra, volumen de agua y reactivos, capacidad de los materiales, y dependiendo del equipo, establecer las condiciones adecuadas (tiempo, temperatura, etc.).

Concepto

El nitrógeno amoniacal es aquel que se destila bajo la forma de amoníaco, cuando una muestra de fertilizante se hierve en presencia de álcalis débiles o fuertes. Comprende el N amoniacal libre y el proveniente de las sales de amonio.

Fundamento

El método se basa en la conversión de las sales amoniacaes en amoníaco, mediante tratamiento básico con hidróxido de sodio. El amoníaco producido o libre, se destila y se recibe en una solución de ácido bórico, determinándose luego por titulación con una solución valorada de un ácido mineral fuerte en presencia de un indicador mixto.

Materiales y equipos

Balanza analítica (apreciación $\pm 0,1$ mg)

Equipo de destilación de Kjeldahl (macro o tipo Tecator)

Balón Kjeldahl de 300 u 800 mL (dependiendo del tamaño del equipo)

Erlenmeyer o beaker de 600 mL (o menor volumen dependiendo del equipo)

Cilindros graduados de 50 y 100 mL

Beakers de 100 y 600 mL

Bureta de 50 mL

Erlenmeyer de 600 mL

Reactivos

Solución de hidróxido de Sodio (NaOH) al 25%: Pesar 250 g de NaOH y transferirlos a un beaker de 1000 mL donde se han colocado aproximadamente 400 mL de agua destilada, disolver el hidróxido, dejar enfriar y completar el volumen a 1 litro. Agitar para homogeneizar la solución.

Ácido Bórico (H_3BO_3) al 2%: Pesar 20 g de ácido bórico, transferir a un beaker de 1000 mL, añadir 400 mL de agua destilada, y agitar hasta disolución del reactivo, completar con agua destilada hasta 1000 mL. Agitar para homogeneizar el reactivo.

Solución Indicadora: Puede utilizarse indistintamente una de las dos mezclas de indicadores siguientes:

Verde de Bromocresol + Rojo de Metilo: Pesar 0,5 g de verde de bromocresol ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$) y 0,1 g de rojo de metilo ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) y transferirlos a un balón aforado de 100 mL, disolver y completar a 100 mL con alcohol etílico al 95%. Agitar, filtrar la solución y ajustar el pH a 4,5, añadiendo NaOH o HCl diluidos. Almacenar en botella oscura.

Rojo de Metileno + Azul de Metileno: Pesar 0,125 g de rojo de metil y 0,0825 g de azul de metileno, transferirlos a un balón aforado de 100 mL, disolver y llevar a volumen con alcohol etílico al 95%. Agitar hasta completar disolución. Almacenar en botella oscura.

Solución valorada de Ácido Clorhídrico o Ácido Sulfúrico.

HCl 0,5 N: Medir 41,6 mL de HCl concentrado (pureza: 37%, densidad: $1,184 \text{ g/cm}^3$) y transferirlos a un recipiente con 400 mL de agua aproximadamente, completar hasta 1 litro con agua destilada; valorar con carbonato de sodio (Na_2CO_3) anhidro (previamente secado en estufa a 105°C durante 1 hora), utilizando 3 gotas del indicador rojo de metileno al 0,1% en alcohol etílico.

H_2SO_4 0,5 N: Medir 13,87 mL de H_2SO_4 concentrado (pureza: 96%, densidad: $1,84 \text{ g/cm}^3$) y transferirlos cuidadosamente a un recipiente con 400 mL de agua aproximadamente, completar a 1 litro y homogeneizar la solución. Valorar con carbonato de sodio anhidro.

Nota: En caso de fertilizantes con contenidos bajos de nitrógeno amoniacal, utilizar soluciones de ácidos 0,1 N o menores.

Procedimiento

1. Pesar una cantidad de muestra que contenga de 125 a 165 mg de nitrógeno amoniacal, en un beaker de 100 mL y transferirla cuantitativamente al balón de kjeldahl; añadir 250 mL de agua destilada.
2. Transferir 100 mL de la solución de ácido bórico a un erlenmeyer de 600 mL, añadir 3 gotas del indicador mixto y colocarlo en la sección de recolección del equipo de destilación, verificando que el tubo de recolección esté completamente sumergido en el ácido.

3. Colocar el balón en el equipo de destilación y añadir lentamente 20 mL de NaOH al 25%. Calentar el balón hasta que se destilen aproximadamente 200 mL. Retirar la solución receptora y lavar el extremo del tubo de destilación, recogiendo las aguas de lavado en el mismo erlenmeyer y apagar el aparato.
4. Titular con HCl ó H₂SO₄ 0,5 N hasta punto final color violeta.
5. Simultáneamente con la muestra se debe hacer un blanco.

Cálculos

$$\% \text{ de N amoniacal} = \frac{(A - B) \times N \times 1,4007}{M}$$

Donde:

A = mL de ácido consumidos en la titulación de la muestra

B = mL de ácido consumidos en la titulación del blanco

N = Normalidad del ácido (HCl o H₂SO₄)

M= Peso de la muestra en gramos

Observaciones al procedimiento

- Aunque se puede utilizar indistintamente óxido de magnesio o hidróxido de sodio, se seleccionó este último, debido a que es un reactivo más económico y puede ser empleado aunque las muestras contengan fosfatos. La presencia de fosfatos hace que durante la destilación se forme un precipitado de Mg(NH₄)PO₄, de muy baja solubilidad, consumiendo así el Mg del MgO y el NH₄⁺ del fertilizante (Vogel, 1976).
- El uso de ácido bórico como solución receptora es una modificación de Winkler (1913), citado por Bremner y Mulvaney (1982), al método original de Kjeldalh. Tiene la ventaja sobre el método de recibir el amoníaco en ácido clorhídrico o sulfúrico 0,5 N y titular con una base, que se requiere una sola solución valorada.
- Las mezclas de indicadores unidas al uso del ácido bórico como solución receptora, producen un punto final más nítido en la titulación (Bremner y Mulvaney, 1982).
- El uso de perlas de vidrio o piedra pómez para regularizar la ebullición y parafina para evitar la formación de espuma durante la destilación, es opcional para las muestras que lo requieran.

BIBLIOGRAFÍA

- BREMNER, J.M. y C.S. MULVANEY. 1982. Nitrogen Total, In: Methods of soil analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties. Agronomy 9. ASA, SSSA, Madison, wis. USA. Pp: 595-624.
- GIUMA. 1995. Avances en el proceso para uniformar metodologías de análisis de nitrógeno en fertilizantes. Programa y Resúmenes del XIII Congreso Venezolano de la Ciencia del Suelo. Maracay, estado Aragua. P. 39.

- MINISTERIO DE FOMENTO. 1977. COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES (COVENIN). Método de determinación de nitrógeno amoniacal. Norma 1139-77. Caracas.5 p.
- VOGEL, A. 1976. Química Analítica Cuantitativa. Editorial Kapelusz, Buenos Aires. Pp: 232-234 y 310-311.