



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO NÍTRICO MÁS AMONIACAL EN FERTILIZANTES

Alcance y aplicación

Se describe el método para determinar nitrógeno nítrico más 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 nítrico más amoniacal es aquel que se destila bajo la forma de amoníaco, cuando una muestra de fertilizante se hierve en presencia de una aleación que contenga metales generadores de hidrógeno nascente en medio alcalino.

Fundamento del método

El método se basa en la reducción de los nitratos a amoníaco, que ocurre mediante el hidrógeno nascente generado por la reacción del zinc y el aluminio en medio fuertemente alcalino. El amoníaco producido, junto con el proveniente del nitrógeno amoniacal presente en la muestra, 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 +/- 0,1 mg)
Equipo de destilación de Kjeldahl (macro o tipo Tecator)
Balones Kjeldahl de 500 u 800 mL
Cilindros graduados de 50 y 100 mL
Beakers de 100 y 600 mL
Bureta de 50 mL
Erlenmeyer de 600 mL

Reactivos

Aleación de Devarda (50% Cu, 45% Al, 5% Zn). Puede usarse igualmente la **Aleación de Raney** (50% Ni, 50% Al).

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 (H₃BO₃) al 2%: Pesar 20 g de ácido bórico, transferirlos 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 (C₂₁H₁₄Br₄O₅S) y 0,1 g de rojo de metilo (C₁₅H₁₅N₃O₂) 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 metilo + Azul de Metileno: Pesar 0,125 g de rojo de metilo y 0,0825 g de azul de metileno, transferirlo a un balón aforado de 100 mL, disolver y llevar a volumen con alcohol etílico al 95%. Agitar hasta completa 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 g/cm³) y transferirlos a un recipiente con 400 mL de agua aproximadamente, completar hasta 1 litro con agua destilada; valorar con carbonato de sodio (Na₂CO₃)anhidro (previamente secado en estufa a 105 °C durante 1 hora), utilizando 3 gotas del indicador rojo de metilo al 0,1% en alcohol etílico.

H₂SO₄ 0,5 N: Medir 13,87 mL de H₂SO₄ concentrado (pureza: 96%, densidad: 1,84 g/cm³) 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.

Procedimiento

1. Pesar una cantidad de muestra que contenga de 125 a 165 mg de nitrógeno nítrico + amoniacal, en un beaker de 100 mL y transferirla cuantitativamente al balón de Kjeldahl; añadir 250 mL de agua destilada y 2 g de aleación de Devarda o Raney.
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 30 mL de NaOH al 25%. Realizar esta operación dejando correr el líquido lentamente por las paredes del balón, para evitar una mezcla inmediata entre las soluciones.
4. Calentar el balón en forma gradual hasta que se destilen aproximadamente 200 mL.

5. 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.
6. Titular con HCl o H₂SO₄ 0,5 N hasta punto final color violeta.
7. Simultáneamente con la muestra se debe hacer un blanco.

Cálculos

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

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

M = Peso de la muestra en gramos

Observaciones al procedimiento

1. Se utiliza una base fuerte en cantidades suficientes para que ocurra la reacción con el aluminio y/o cinc metálicos y se produzca el hidrógeno nascente necesario para reducir los nitratos, reaccionar con el nitrógeno amoniacal (si está presente) y neutralizar cualquier acidez libre (el cobre o el níquel son catalizadores de esta reacción) (Primo y Carrasco, 1973). Estas reacciones ocurren inmediatamente y se aceleran con el calentamiento, por lo cual es muy importante que se incremente lentamente la temperatura hasta ebullición suave, evitando un sobrecalentamiento por ebullición violenta.
2. Algunos procedimientos indican reposo después de la adición de la aleación, pero las experiencias no reportan diferencias en los resultados cuando no se hace el reposo.
3. 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).
4. Se recomienda el uso de perlas de vidrio o piedra pómez para regularizar la ebullición cuando se realiza este análisis. El empleo de la 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. En: Methods of soils analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties.
- 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 nítrico y amoniacal. Norma 1140-77.
Caracas. 6 p.

Primo Y, E. y J.M. Carrasco D. 1973. Química Agrícola 1. Suelos y Fertilizantes
Apéndice II: Métodos de análisis de fertilizantes. Editorial Alhambra. Pp: 380-467.