

**NORMA VENEZOLANA  
FERTILIZANTES. DETERMINACIÓN  
DEL NITRÓGENO TOTAL (MÉTODO  
KJELDAHL)**

**COVENIN  
1138:2018  
(1ra. Revisión)**

## **1. OBJETO**

Esta Norma Venezolana describe el método para determinar el nitrógeno total que contienen los fertilizantes inorgánicos.

## **2. ALCANCE**

Esta Norma aplica a la determinación de nitrógeno total en fertilizantes inorgánicos.

## **3. DOCUMENTOS DE REFERENCIA**

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas que utilicen las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC) International, 1997. Método AOAC 920.01. 16th Ed. Capítulo 2, Pág. 12.

Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC) International, 2000. Appendix B: Laboratory Safety. Argentina G. Vindiola, Capitulo Editor. Office of the Texas State Chemist.

COVENIN 113:1998 Fertilizantes, enmiendas y acondicionadores de suelos. Definiciones. (1er. Revisión).

COVENIN 244:1998 Fertilizantes. Muestreo. (2da. Revisión).

## **4. TERMINOS Y DEFINICIONES**

Para los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones de la Norma Venezolana COVENIN 113, así como el siguiente:

### **Nitrógeno Total**

Es aquel proveniente de todos los compuestos nitrogenados, orgánicos e inorgánicos, contenidos en el fertilizante.

## **5. RESUMEN DEL ENSAYO**

El método se basa en las conversiones de todas las formas de nitrógeno, tanto orgánicas como inorgánicas, en nitrógeno amoniacal, mediante una combustión húmeda con ácido sulfúrico concentrado, en presencia de sales que elevan el punto de ebullición del ácido y de sustancias reductoras, cuando la muestra contiene nitrógeno nítrico. El nitrógeno amoniacal producido, junto con el presente en la muestra, se destila como amoníaco en un medio fuertemente alcalino, se recibe en una solución de ácido bórico y se determina luego por titulación con una solución valorada de un ácido mineral fuerte, en presencia de un indicador mixto.

## **6. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS DE ENSAYO**

### **6.1 Materiales y Equipos**

**6.1.1** Balanza (Resolución  $\pm 0,1$  g),

**6.1.2** Balanza analítica (Resolución  $\pm 0,1$  mg),

**6.1.3** Balones de 100 ml y 1000 ml,

**6.1.4** Balones Kjeldahl de 300 a 800 ml,

**6.1.5** Beakers de 100 y 600 ml,

**6.1.6** Buretas,

**6.1.7** Campana extractora de gases,

**6.1.8** Cilindros graduados de 50 ml y 100 ml,

**6.1.9** Digestor y destilador Kjeldahl,

**6.1.10** Erlenmeyer de 250 ml y 500 ml,

**6.1.11** Mortero de porcelana con mazo,

**6.1.12** Porta buretas, y

**6.1.13** Soporte universal.

### **6.2 Reactivos y Soluciones**

#### **6.2.1 Reactivos**

**6.2.1.1** Ácido Bórico ( $H_3BO_3$ ),

**6.2.1.2** Ácido Clorhídrico (HCl) (Concentración 37%, densidad: 1,184 g/ml),

**6.2.1.3** Ácido Salicílico ( $C_7H_6O_3$ ),

**6.2.1.4** Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) (Concentración  $\geq 95\%$ , densidad 1,84 g/ml),

**6.2.1.5** Agua Destilada o desionizada;

**6.2.1.6** Alcohol Etílico ( $C_2H_5OH$ ) 95 %,

**6.2.1.7** Carbonato de Sodio ( $Na_2CO_3$ ) Anhidro,

**6.2.1.8** Hidróxido de Sodio (NaOH),

**6.2.1.9** Indicador Rojo de Metilo ( $C_{15}H_{15}N_3O_2$ ),

**6.2.1.10** Indicador Verde de Bromocresol ( $C_{21}H_{14}Br_4O_5S$ ),

**6.2.1.11** Sal Disódica Dihidratada del Ácido Etilendiamino Tetraacético ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ ),

**6.2.1.12** Sulfato de Potasio o Sulfato de Sodio Anhidro ( $K_2SO_4$  o  $Na_2SO_4$ ), y

**6.2.1.13** Tiosulfato de Sodio Pentahidratado ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ).

## **6.2.2 Soluciones**

### **6.2.3 Solución de Hidróxido de Sodio al 50% p/v**

Pesar 500 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 al litro. Agitar para homogeneizar la solución.

### **6.2.4 Solución de Ácido Bórico al 2% p/v**

Pesar 20 g de Ácido Bórico, transferirlos a un beaker de 1000 ml, añadir 400 ml de agua destilada y agitar hasta la disolución del reactivo. Completar con agua destilada hasta 1000 ml. Agitar para homogeneizar la solución.

### **6.2.5 Solución Indicadora Verde de Bromocresol + Rojo de Metilo**

Pesar 0,5 g de Verde de Bromocresol y 0,1 g de Rojo de Metilo y transferirlos a un balón aforado de 100 ml, disolver y enrasar con alcohol Etílico al 95%. Agitar, filtrar la solución y ajustar el pH a 4,5, añadiendo HCl o NaOH diluidos. Almacenar en botella oscura.

### **6.2.6 Solución Valorada de Ácido Mineral Fuerte (ver anexo A)**

### **6.2.7 Ácido Sulfúrico 0,5 N**

Medir 13,87 ml de Ácido Sulfúrico concentrado y transferirlos cuidadosamente a un balón aforado de 1000 ml donde se ha colocado un volumen aproximado de 400 ml de Agua Destilada, Enrasar y homogeneizar la solución. Valorar con carbonato de Sodio 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.

### **6.2.8 Ácido Clorhídrico 0,5 N**

Medir 41,6 ml de Ácido Clorhídrico concentrado y transferirlos a un balón aforado de 1000 ml donde se ha colocado un volumen aproximado de 400 ml de agua destilada, enrasar y homogeneizar. Valorar con Carbonato de Sodio Anhidro como se indicó en el caso del Ácido Sulfúrico 0,5 N.

## **7. MATERIAL A ENSAYAR**

El material a ensayar consiste en una muestra de fertilizante tomada según la Norma Venezolana COVENIN 244.

## 8. PROCEDIMIENTO

De acuerdo a la presencia o ausencia de nitratos en el fertilizante se procede como se describe en 8.1 u 8.2. En caso de desconocer la presencia de nitratos se recomienda aplicar el procedimiento descrito en el procedimiento para detectar nitratos (ver anexo B).

### 8.1 Muestras que contienen Nitratos

**8.1.1** Pesar 1 g  $\pm$  0,0010 g de muestra y transferirla cuantitativamente a un balón de Kjeldahl. Las muestras sólidas heterogéneas deben ser trituradas en mortero y homogeneizadas antes de pesarlas (ver nota 1).

**8.1.2** Bajo campana extractora de gases, agregar una mezcla de 30 ml de Ácido Sulfúrico concentrado con 1 g de Ácido Salicílico y verterla en el balón que contiene la muestra, homogeneizar y dejar en reposo por lo menos 30 minutos, agitando ocasionalmente:

**8.1.3** Añadir 5 g de Tiosulfato de Sodio, calentar la solución por 5 minutos y dejar enfriar.

**NOTA 1.** Se recomienda analizar simultáneamente, como otra muestra, un reactivo estándar grado analítico, para verificar la recuperación del método. Por ejemplo, puede utilizarse la Sal Disódica del Ácido Etilendiaminotetraacético (EDTA), previamente secada a 105 °C por 2 horas y calcular el porcentaje de recuperación mediante la fórmula:

$$\%Rec = \frac{\%N}{7,52} \times 100$$

Dónde:

% Rec es el porcentaje de recuperación del N en el estándar,

% N es el porcentaje de Nitrógeno Total determinado en el análisis,

7,52 es el porcentaje de N total teórico en el Na<sub>2</sub>-EDTA; éste debe ser modificado de acuerdo a la pureza del estándar, y

El porcentaje de recuperación se considera aceptable si varía entre 96 y 104%.

**8.1.4** Preparar simultáneamente un blanco que contiene todos los reactivos, menos la muestra y que se someterá al mismo procedimiento analítico.

**8.1.5** Añadir 10 g de Sulfato de Potasio o Sulfato de Sodio Anhidro, calentar a temperatura moderada hasta que cese la formación de espuma y continuar la digestión. Incrementar la temperatura en forma gradual hasta que la solución esté clara (ver nota 2).

**8.1.6** Dejar enfriar a temperatura ambiente.

**NOTA 2.** El procedimiento descrito es un método Kjeldahl macro, aplicable a equipos tipo tecator, debiéndose hacer las modificaciones correspondientes al peso de la muestra, volumen de agua y reactivos; dependiendo del equipo, establecer las condiciones adecuadas (tiempo, temperatura, entre otros).

**8.1.7** Colocar el balón en una cubeta con hielo y tratando de evitar una reacción violenta, añadir lentamente y con el balón inclinado dentro de la cubeta, 200 ml de Agua Destilada o un volumen menor, dependiendo de la capacidad del balón Kjeldahl.

**8.1.8** Agregar una pequeña porción de parafina y algunas perlas de vidrio o cualquier material que cumpla la función de regular la ebullición.

**8.1.9** Para la recepción del Amoniaco, transferir 50 ml de la solución de Ácido Bórico a un erlenmeyer de 500 ml. Añadir 3 gotas del indicador mixto y colocarlo en la sección de recolección

del equipo de destilación, verificando que la punta del tubo de destilación esté completamente sumergido en el ácido.

**8.1.10** Colocar el balón en el equipo de destilación y añadir lentamente 100 ml de Hidróxido de Sodio al 50 %, tapar e iniciar la destilación. Incrementar la temperatura gradualmente y destilar un volumen neto aproximado de 250 ml (ver nota 3).

**NOTA 3.** El tiempo de digestión varía dependiendo del contenido de materia orgánica de la muestra. Por ejemplo, si la muestra contiene sólo Nitrógeno Mineral, la digestión dura alrededor de 40 minutos; en muestras de alto contenido de materia orgánica, el proceso tarda alrededor de 90 minutos.

**8.1.11** Retirar la solución receptora y lavar la punta de salida del tubo de destilación con agua destilada, recogiendo las aguas de lavado en el mismo erlenmeyer y apagar el equipo.

**8.1.12** Titular con Ácido Sulfúrico o Ácido Clorhídrico 0,5 N hasta punto final color violeta.

## **8.2 Muestras Libres de Nitratos**

**8.2.1** Pesar una cantidad próxima a 1 g de muestra, con una precisión de 0,1 mg y transferirla cuantitativamente a un balón de Kjeldahl. Las muestras sólidas heterogéneas deben ser trituradas con mortero y homogeneizadas antes de pesarlas.

**8.2.2** Bajo campana extractora de gases, agregar 30 ml de Ácido Sulfúrico concentrado, agitar para homogeneizar la mezcla de la muestra con el ácido.

**8.2.3** Continuar como se indica en 6.2.1.4 y 6.2.1.12.

## **9. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS**

Los resultados se expresan como porcentaje de Nitrógeno Total contenido en el fertilizante, calculado de la siguiente manera:

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

Dónde:

A ml de ácido consumidos en la titulación de la muestra,

B ml de ácido consumidos en la titulación del blanco,

N es la normalidad del ácido utilizado en la titulación,

M es el peso de la muestra en gramos, y

1,4007 es el factor que incluye peso equivalente del nitrógeno y la conversión a porcentaje.

## **10. INFORME**

**10.1** En el informe debe indicarse:

**10.1.1** Ensayo realizado de acuerdo a: “esta norma”;

**10.1.2** Fecha del ensayo;

**10.1.3** Nombre y fórmula del fertilizante y cualquier otra identificación que lo caracterice;

**10.1.4** Nombre del solicitante del análisis del producto ensayado;

**10.1.5** Porcentaje de Nitrógeno Total;

**10.1.6** Nombre del laboratorio donde se efectuó el ensayo; y

**10.1.7** Nombre del analista.



**Comisión Venezolana  
de Normas Industriales**

## **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.

Carrillo de Cori, C. ; Arvelo de V., C, Ruiz M., Zaragoza M., Castillo L., Escalona J., Arteaga, E., Cañizales C., Arrieche B., Gamboa O., Durán L, Pérez A., Arrieche I., Saume L. Definición de los métodos para analizar nitrógeno total en fertilizantes. VENESUELOS, 6 (1 y 2): 33-38. 1998.



**Comisión Venezolana  
de Normas Industriales**

## ANEXO A

### CONSIDERACIONES GENERALES PARA LA UTILIZACIÓN DE REACTIVOS QUÍMICOS

Las notas de precaución que a continuación se presentan sirven como recordatorio de los peligros potenciales, inherentes al uso de sustancias químicas y son comunes para los análisis de nitrógeno en fertilizantes inorgánicos. Antes de realizar cualquier actividad consultar la referencia citada al final u otras fuentes de información, tales como las etiquetas de precaución y las hojas de seguridad.

#### A.1 Normas de seguridad básicas

Las actividades que se realizan en el laboratorio deben regirse por un conjunto de medidas preventivas, destinadas a proteger la salud de los analistas. Dentro del laboratorio no se debe comer, beber, fumar, usar lentes de contacto, ni tampoco aplicar productos de maquillaje; es obligatorio el uso de la bata, lentes de seguridad y calzado cerrado antiresbalante; los guantes y máscaras con filtro (apropiado al tipo de reactivo a manipular) se utilizan en caso de manipulación directa de químicos corrosivos y/o volátiles. Al trasvasar líquidos con pipeta, siempre utilizar propipetas, nunca aspirar con la boca. Las instalaciones deben tener adecuada ventilación y estar dotadas de equipos de protección tales como: campanas de extracción de gases, duchas, lavaojos, entre otros.

#### A.2. Primeros auxilios generales

En caso de:

##### A.2.1 Inhalación

Trasladar a la persona afectada hacia áreas con aire fresco.

##### A.2.2 Contacto con los ojos

Lavar inmediatamente con abundante agua por lo menos 15 minutos, abriendo y cerrando los párpados. No aplicar aceites ni ungüentos oleosos.

##### A.2.3 Contacto con la piel

Secar previamente la zona afectada y lavar cuidadosamente con abundante agua; tratar como quemadura.

##### A.2.4 Ingestión

Consultar la hoja de seguridad del reactivo involucrado.

##### A.2.5 Incendio o peligro de fuego

Usar extintores clase B y C para líquidos inflamables y fuegos eléctricos, el extintor de CO<sub>2</sub> para equipos electrónicos.

**NOTA.** En todos los casos llamar y acudir inmediatamente al médico o personal de emergencia.

#### A.3 En caso de los desechos y derrames:

**A.3.1** Los desechos de soluciones acuosas de sales ácidas y ácidos fuertes de descarte deben



mezclarse con carbonato de sodio u otra sustancia alcalina en polvo o en solución, después se diluyen con abundante agua y se vierten neutralizadas en un recipiente destinado para su disposición final.

**A.3.2** En caso de derrame de líquidos debe cubrirse con una sustancia aglutinante (vermiculita, arena seca, etc.) y disponer en un recipiente adecuado. En el caso de sólidos, recoger y disponer el material en un lugar apropiado. Nunca aplicar agua.

#### A.4 Consideraciones referentes a las sales

Pueden causar inflamación al contacto prolongado, especialmente con la piel húmeda. No son inflamables ni combustibles. No son compatibles con ácidos y bases fuertes, oxidantes (tales como Percloratos, Peróxidos, Permanganatos, Cloratos, Nitratos, Cloro, Bromo y Flúor); Litio y Trifluoruro de Cloro.

**Tabla A.4 Consideraciones referentes a las sales**

Nombre del reactivo	Fórmula química	Registro CAS
Carbonato de sodio	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	497-19-8
Nitrato de sodio	NaNO <sub>3</sub>	7631-99-4
Sulfato de sodio	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	7757-82-6
Tiosulfato de sodio pentahidratado	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O	7772-98-7
Nitrato de potasio	KNO <sub>3</sub>	7757-79-1
Sulfato de potasio	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	7778-80-5
Sulfato ferroso heptahidratado	FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	7782-63-0
Sulfato de amonio	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	7783-20-2
Sal disódica dihidratada del ácido etilendiaminotetraacético	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O <sub>8</sub> ·2H <sub>2</sub> O	6381-92-6

CAS: Chemical Abstracts Service

#### A.5 Consideraciones referentes a los ácidos y bases

Son estables en condiciones normales, no son combustibles pero pueden tener una fuerte reacción exotérmica con sustancias combustibles o metales en polvo. Existe riesgo de ignición o explosión al mezclarse con algunos solventes orgánicos y algunas sales como nitratos, carburos y cloratos.

Cuando se preparan soluciones ácidas, debe agregarse el ácido al agua y no al contrario, porque se genera una violenta elevación de temperatura que provoca salpicaduras. Los ácidos concentrados deben diluirse antes de mezclarse.

Las bases o sustancias alcalinas, como el Hidróxido de Sodio, reaccionan rápidamente con los ácidos, pueden ser corrosivas al tacto, suelen tener una textura untuosa, algunas pueden conducir la electricidad y tener olores fuertes.

#### A.6 Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) CAS 7664-93-9

Es un líquido altamente corrosivo. Corroe los metales, dando lugar al desprendimiento de hidrógeno que es altamente explosivo. Es higroscópico, presenta una gran afinidad por el agua, debido a lo cual, produce deshidratación de los compuestos orgánicos a veces tan fuerte que llega a carbonizarlos. No mezclar con HCl. Utilizar guantes de neopreno u otro material resistente a derrames y salpicaduras.

### A.7 Ácido clorhídrico (HCl) CAS 7647-47-0

De todos los ácidos fuertes es el más fácilmente manipulable. Deben considerarse las precauciones de uso común en todos los ácidos líquidos.

Los otros ácidos, en estado sólido, son débiles y sólo ameritan una precaución general.

**Tabla A.7 Consideraciones referentes a las sales**

Nombre del reactivo	Fórmula química	Registro CAS
Ácido salicílico	$C_7H_6O_3$	69-72-7
Ácido bórico	$H_3BO_3$	10043-35-3

### A.8 Otros reactivos

El etanol es altamente inflamable y reacciona violentamente con peróxidos.

**Tabla A.8 Consideraciones referentes a las sales**

Nombre del reactivo	Fórmula química	Registro CAS
Verde de Bromocresol	$C_{12}H_{14}Br_4O_5S$	76-60-8
Rojo de Metilo	$C_{15}H_{15}N_3O_2$	493-52-7
Etanol	$C_2H_5OH$	64-17-5
Aleación Devarda	Al 45%, Cu 50%, Zn 5%	8049-11-4

**COVENIN**

Comisión Venezolana  
de Normas Industriales

**ANEXO B**  
**PROCEDIMIENTO PARA LA DETECCIÓN**  
**DE NITRATOS (MÉTODO AOAC 920.01)**

**B.1 Reactivos**

**B.1.1** Ácido Sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) concentrado densidad: 1,84 kg/L; pureza: 96-98%,

**B.1.2** Sulfato Ferroso Heptahidratado ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ) Solución Saturada, y

**B.1.3** Nitrato de Sodio ( $NaNO_3$ ). Solución al 1%.

**B.2 Procedimiento**

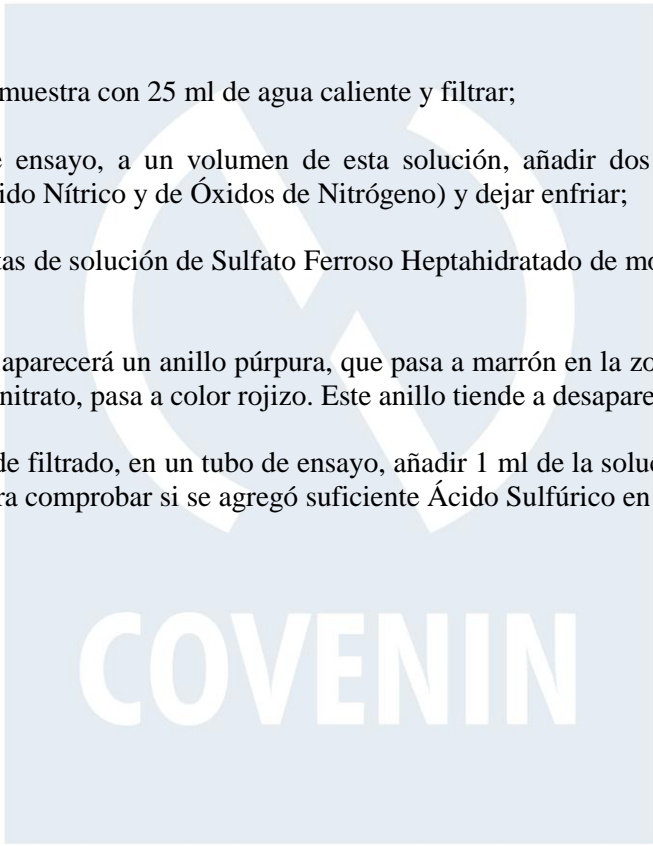
**B.2.1** Mezclar 5 g de muestra con 25 ml de agua caliente y filtrar;

**B.2.2** En un tubo de ensayo, a un volumen de esta solución, añadir dos volúmenes de Ácido Sulfúrico (libre de Ácido Nítrico y de Óxidos de Nitrógeno) y dejar enfriar;

**B.2.3** Añadir unas gotas de solución de Sulfato Ferroso Heptahidratado de modo que no se mezclen los líquidos;

**B.2.4** Si hay nitratos, aparecerá un anillo púrpura, que pasa a marrón en la zona de unión de ambos líquidos. Si hay poco nitrato, pasa a color rojizo. Este anillo tiende a desaparecer con el tiempo; y

**B.2.5** A otra porción de filtrado, en un tubo de ensayo, añadir 1 ml de la solución de Nitrato Sódico y repetir el ensayo para comprobar si se agregó suficiente Ácido Sulfúrico en la primera prueba.



**Comisión Venezolana**  
**de Normas Industriales**