

**NORMA VENEZOLANA
FERTILIZANTES. DETERMINACIÓN DEL
NITRÓGENO NÍTRICO MÁS AMONIACAL
(MÉTODO DE DESTILACIÓN)**

**COVENIN
1140:2018
(1ra. Revisión)**

1. OBJETO

Esta Norma describe el método de ensayo para determinar el Nitrógeno Nítrico más Amoniacal, contenido en un fertilizante inorgánico.

2. ALCANCE

Esta Norma aplica para el análisis del contenido de Nitrógeno Nítrico más Amoniacal en fertilizantes inorgánicos y no es aplicable en presencia de materia orgánica, cianamida de Calcio o Urea.

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:

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. (1ra.Revisión).
COVENIN 244:1998	Fertilizantes. Muestreo. (2da Revisión).
COVENIN 1139:1977	Fertilizantes. Determinación del Nitrógeno Amoniacal.

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

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

Nitrógeno Nítrico más Amoniacal

Es el Nitrógeno que se destila bajo la forma de amoniaco, cuando la muestra es hervida en presencia de una solución concentrada de Hidróxido de Sodio y una aleación que contenga metales generadores de Hidrógeno naciente.

5. PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método se basa en la reducción de los Nitratos a Amoniacal, que ocurre mediante el Hidrógeno naciente generado por la reacción de los metales contenidos en la aleación, en medio fuertemente alcalino. El Amoniacal 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.

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 ml a 800 ml,

6.1.5 Beakers de 100 ml y 600 ml,

6.1.6 Buretas,

6.1.7 Cilindros graduados de 50 ml y 100 ml,

6.1.8 Destilador Kjeldahl,

6.1.9 Erlenmeyer de 250 ml y 500 ml,

6.1.10 Porta Buretas, y

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

6.2.1.4 Agua destilada o desionizada,

6.2.1.5 Alcohol Etilico (C_2H_5OH) 95 %,

6.2.1.6 Aleación de Devarda (45% de Aluminio, 50% de Cobre y 5% de Zinc),

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 Nitrato de Potasio (KNO_3), grado analítico y

6.2.1.12 Sulfato de Amonio ($(NH_4)_2SO_4$), grado analítico.

6.2.2 Soluciones

6.2.2.1 Solución de Hidróxido de Sodio 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.

6.2.2.2 Solución de Ácido Clorhídrico o Sulfúrico 0,5 N

6.2.2.2.1 Ácido Clorhídrico 0,5 N

Medir 41,6 ml de HCl concentrado y transferirlos a un recipiente donde se ha colocado un volumen aproximado de 400 ml de agua destilada, enrasar hasta 1 litro. 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.

6.2.2.2.2 Ácido Sulfúrico 0,5 N

Medir 13,87 ml de H₂SO₄ concentrado y transferirlos cuidadosamente a un balón aforado donde se ha colocado un volumen aproximado de 400 ml de agua destilada, completar a un litro y homogeneizar la solución. Valorar con carbonato de sodio Anhidro, como se indicó en el caso del HCl 0,5 N.

6.2.2.3 Ácido Bórico a 12%

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 la solución.

6.2.2.4 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 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 ámbar.

7. MATERIAL A ENSAYAR

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

8. PROCEDIMIENTO

8.1 Pesar 0,5 g ± 0,0010 g de muestra y transferir lo aun balón Kjeldahl (ver nota 1);

8.2 Añadir 250 ml de agua destilada o un volumen menor, dependiendo de la capacidad del balón de Kjeldahl y 2 g de aleación de Devarda;

8.3 Preparar simultáneamente un blanco que contiene todos los reactivos menos la muestra, el cual se someterá al mismo procedimiento analítico;

8.4 Transferir 100 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 sumergida en el ácido;

8.5 Colocar el balón Kjeldahl 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 (ver nota 2);

8.6 Conectar el balón al equipo de destilación. Calentar el balón en forma gradual hasta que se destilen aproximadamente 200 ml. Retirar la solución receptora y lavar la punta del tubo de destilación, recogiendo las aguas de lavado en el mismo Erlenmeyer y apagar el equipo; y

8.7 Titular con HCl o H₂SO₄ 0,5 N hasta punto final color violeta (ver nota 3).

NOTA 1. Se recomienda analizar simultáneamente, como otra muestra, una mezcla de reactivos estándares grado analítico, para verificar la recuperación del método. Por ejemplo, puede utilizarse una mezcla de 0,2360 g de sulfato de Amonio y 0,3610 g nitrato de potasio grado analítico, previamente secados en estufa a 105°C durante 2 horas; estos pesos deben ajustarse de acuerdo a la pureza de los reactivos utilizados, de modo que la mezcla contenga 50 mg de N Amoniacaal más 50 mg de N nítrico. Calcular el porcentaje de recuperación mediante la fórmula:

$$\%Rec = \frac{\%N}{16,75} \times 100$$

Dónde:

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

% N es el porcentaje de Nitrógeno nítrico más Amoniacaal determinado en el análisis;

16,75 es el porcentaje de N nítrico más N Amoniacaal teórico en la mezcla de sulfato de Amonio y Nitrato de Potasio analizada; y

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

NOTA 2. Se utiliza una base fuerte en cantidades suficientes para que ocurra la reacción con el Aluminio o Zinc metálicos y se produzca el Hidrógeno naciente necesario para reducir los Nitratos, además de reaccionar con el Nitrógeno Amoniacaal (si está presente) y neutralizar cualquier acidez libre, siendo el cobre o el Níquel 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.

NOTA 3. El procedimiento descrito es un método macro, aplicable a equipos micro y semimicro (manuales o automáticos) 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).

9. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Los resultados se expresan como porcentaje de Nitrógeno total inorgánico (Nítrico más Amoniacaal) contenido en el fertilizante, calculado de la siguiente manera (ver nota del punto 9 de la presente Norma):

$$\%N_{nitrico+amoniacaal} = \frac{(A - B) \times N \times 1,4007}{M}$$

Dónde:

% N es el Contenido de nitrógeno nítrico más amoniacaal expresado en porcentaje;

A ml es el de ácidos consumidos en la titulación de la muestra;

B ml es el ácido consumidos en la titulación del blanco;

N es la Normalidad del ácido utilizado en la titulación;

M Peso de la muestra en gramos; y

1,4007 factor que incluye peso equivalente del Nitrógeno y la conversión a porcentaje.

NOTA. En el caso que se quiera determinar el porcentaje de Nitrógeno Nítrico se obtendrá por diferencia entre el porcentaje del Nitrógeno inorgánico (Nítrico más Amoniacal) y el porcentaje de Nitrógeno Amoniacal determinado por la Norma Venezolana COVENIN 1139.

10. INFORME

En el informe debe indicarse:

- 10.1** Ensayo realizado de acuerdo a: “esta Norma”;
- 10.2** Fecha del ensayo;
- 10.3** Nombre y fórmula del fertilizante y cualquier otra identificación que lo caracterice;
- 10.4** Nombre del solicitante del análisis del producto ensayado;
- 10.5** Porcentaje de nitrógeno nítrico más amoniacal;
- 10.6** Nombre del laboratorio donde se efectuó el ensayo; y
- 10.7** Nombre del analista.



**Comisión Venezolana
de Normas Industriales**

BIBLIOGRAFÍA

BREMNER, J.M. y C.S. MULVANEY. 1982. Nitrogen Inorganic Forms. En: Methods of soil analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties. Agronomy 9. ASA, SSSA, Madison, Wis. USA. Pág. 643-698.

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. Pág. 39.

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

VOGEL, A. 1976. Química Analítica Cuantitativa. Editorial Kapelusz, Buenos Aires. Pág. 232-234 y 310-311.



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 CO₂ para equipos electrónicos.

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

A.3 En Caso de desechos y derrames

A.3.1 Desechos

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 Derrames

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:

A.4.1 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.1. Consideraciones referentes a las Sales

Nombre del reactivo	Fórmula Química	Registro CAS
Carbonato de Sodio	Na_2C	497-19-8
Nitrato de Sodio	NaNO_3	7631-99-4
Sulfato de Sodio	Na_2SO_4	7757-82-6
Tiosulfato de Sodio Pentahidratado	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	7772-98-7
Nitrato de Potasio	KNO_3	7757-79-1
Sulfato de Potasio	K_2SO_4	7778-80-5
Sulfato Ferroso Heptahidratado	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	7782-63-0
Sulfato de Amonio	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	7783-20-2
Sal Disódica dihidratada del Ácido Etilendiaminotetraacético	$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	6381-92-6

CAS: Chemical Abstracts Service

A.4.2 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.4.2.1 Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) 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.4.2.2 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.2. Ácido Clorhídrico (HCl) CAS 7647-47-0

Nombre del reactivo	Fórmula química	Registro CAS
Ácido Salicílico	C ₇ H ₆ O ₃	69-72-7
Ácido Bórico	H ₃ BO ₃	10043-35-3

A.4.3 Otros reactivos

El Etanol es altamente inflamable y reacciona violentamente con peróxidos.

TABLA A.3. Otros reactivos

Nombre del reactivo	Fórmula química	Registro CAS
Verde de Bromocresol	C ₁₂ H ₁₄ Br ₄ O ₅ S	76-60-8
Rojo de Metilo	C ₁₅ H ₁₅ N ₃ O ₂	493-52-7
Etanol	C ₂ H ₅ OH	64-17-5
Aleación Devarda	Al 45%, Cu 50%, Zn 5%	8049-11-4

Comisión Venezolana
de Normas Industriales