

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
1506:1997**

**FERTILIZANTES. UREA.
REQUISITOS Y MÉTODOS
DE ENSAYO**

(2^{da} Revisión)



ASOQUIM

asociación venezolana de la
industria química y petroquímica



COVENIN

PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (**COVENIN**), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la **COVENIN** constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma sustituye totalmente a la Norma Venezolana **COVENIN 1506-89**, fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT13 Química** por el Subcomité Técnico **SC6 Agroquímica** a través del convenio de cooperación suscrito entre **ASOQUIM** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por la **COVENIN** en su reunión N° 147 de fecha **09/07/97**.

En la elaboración de esta Norma participaron las siguientes entidades:

**M.A.R.N.R, MINISTERIO DE INDUSTRIA Y COMERCIO,
ASOQUIM, PALMAVEN, PEQUIVEN S.A.**

**NORMA VENEZOLANA
FERTILIZANTES.
UREA.
REQUISITOS Y MÉTODOS DE ENSAYO**

**COVENIN
1506:1997
(2da Revisión)**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana especifica los requisitos que debe cumplir la urea usada como fertilizante, así como los métodos de ensayo para determinar su composición.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes Normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. La edición indicada estaba en vigencia para el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquéllos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

COVENIN 113-76 Fertilizantes, enmiendas y acondicionadores de suelos. Definiciones.

COVENIN 244-84 Fertilizantes. Muestreo.

COVENIN 245-76 Fertilizantes. Método de determinación de la humedad.

COVENIN 254-92 Cedazos de ensayo.

COVENIN 1033-76 Fertilizantes. Método de ensayo para la determinación del tamaño de partículas.

COVENIN 946:1996 Formol.

3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta Norma Venezolana se aplican las definiciones contenidas en la Norma Venezolana COVENIN 113 además de las siguientes:

3.1 Urea: es el producto químico diamida del ácido carbónico cuya fórmula química es H_2NCONH_2 .

3.2 Biuret: es el producto químico carbamil urea $H_2NCONHCONH_2$.

4 REQUISITOS

La urea usada como fertilizante debe cumplir con los requisitos especificados en la tabla 1.

5 MUESTREO

La toma y preparación de muestras se hará según lo especificado en la Norma Venezolana COVENIN 244.

6 INSPECCIÓN Y RECEPCIÓN

6.1 Criterios de Inspección

6.1.1 Para los requisitos de contenido de nitrógeno y biuret se realizarán ensayos en cada una de las muestras simples.

6.1.2 Para cada uno de los requisitos restantes se realizará un ensayo en la muestra compuesta.

6.2 Criterios de Aceptación

6.2.1 Para los requisitos de contenido de nitrógeno y biuret se calculará la media (\bar{x}) y el rango según se especifica en la Norma Venezolana COVENIN 244.

6.2.2 El lote se aceptará para los requisitos de contenido de nitrógeno y biuret si se cumple lo especificado en la tabla 2.

6.2.3 El lote se aceptará para los requisitos restantes si los resultados de los análisis concuerdan con lo establecido en la tabla 1.

7 MÉTODOS DE ENSAYO

7.1 Determinación del Nitrógeno

7.1.1 Principio del método

Este método consiste en determinar el nitrógeno en todas sus formas, orgánico e inorgánico contenido en fertilizantes líquidos o sólidos en un rango de 9% a 25% en peso.

7.1.2 Reactivos y materiales

Todos los reactivos serán de calidad para análisis. En el caso del agua se entenderá agua destilada o desmineralizada de pureza equivalente.

7.1.2.1 Granallas de zinc (Z_n)

7.1.2.2 Sulfato de potasio (K_2SO_4)

7.1.2.3 Óxido cúprico (CuO)

7.1.2.4 Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)

7.1.2.5 Solución acuosa de ácido bórico al 1%. Se pesan 10 g de ácido bórico (H_3BO_3), se disuelven y se lleva con agua a 1000 mL

7.1.2.6 Solución acuosa de hidróxido de sodio al 45%. Se pesan 450 g de hidróxido de sodio ($NaOH$) (perlas), se disuelven y se lleva con agua a 1000 mL.

7.1.2.7 Soluciones indicadoras de rojo de metilo y azul de metileno. Se pesan 1,2500 g de rojo de metilo y 0,8250 g de azul de metileno, se disuelven y se llevan a 1000 mL con metanol al 95%.

7.1.2.8 Solución acuosa valorada de ácido clorhídrico (HCl) 0,5 N.

7.1.3 Aparatos

7.1.3.1 Balanza analítica con apreciación de 0,1 mg.

7.1.3.2 Balanza analítica con apreciación de 0,1 g.

7.1.3.3 Digestor Kjeldahl de 800 mL.

7.1.3.4 Destilador Kjeldahl.

7.1.3.5 Bureta de 50 mL.

7.1.3.6 Agitador magnético.

7.1.3.7 Balones aforados de 1000 mL.

7.1.3.8 Matraces erlenmeyer de 500 mL.

7.1.4 Procedimiento

7.1.4.1 Se pesan 0,5 g de la muestra y se colocan en el digestor Kjeldahl.

7.1.4.2 Se añaden 5 g de sulfato de potasio, 5 g de óxido cúprico y 20 mL de ácido sulfúrico concentrado.

7.1.4.3 Se somete a digestión durante 45 min a 60 min, se enfría, se añaden 300 mL de agua y 5 g de granallas de zinc (Zn).

7.1.4.4 Se tapa el balón y se coloca en el destilador.

7.1.4.5 Se preparan los frascos colectores con 100 mL de ácido bórico y 5 gotas de la solución indicadora rojo de metilo y azul de metileno, y se colocan al extremo del tubo de recolección.

7.1.4.6 Se agrega, cuidadosamente, 100 mL de solución de hidróxido de sodio al 45% y se destila hasta recoger un volumen de 200 mL a 300 mL.

7.1.4.7 Se valora con solución de ácido clorhídrico 0,5 N bajo agitación constante hasta obtener un viraje de verde a gris.

7.1.4.8 Se realiza un ensayo en blanco.

7.1.5 Expresión de los resultados

El contenido de nitrógeno, en porcentaje, se calcula con la expresión siguiente:

$$\%Nitrógeno = \left[\frac{0,014 \times (VM - VB) \times N}{G} \right] \times 100$$

Siendo:

0,014 el peso miliequivalente del nitrógeno.

VM el volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración de la muestra, en mililitros.

VB el volumen de solución de ácido clorhídrico empleado en la valoración del blanco, en mililitros.

N la normalidad de la solución de ácido clorhídrico.

G el peso de la muestra, en gramos.

7.1.6 Informe

El informe debe indicar como mínimo lo siguiente:

7.1.6.1 Nombre del fertilizante y forma de presentación.

7.1.6.2 Identificación completa de la muestra.

7.1.6.3 Fecha de realización del ensayo e identificación del analista.

7.1.6.4 Resultado del ensayo realizado.

7.1.6.5 Nombre del laboratorio donde se efectuó el ensayo.

7.1.6.6 Realizado de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 1506.

7.1.6.7 Observaciones.

7.2 Determinación de biuret

7.2.1 Principio del ensayo

Este método consiste en determinar el contenido de biuret en urea cristalizada, perlada y soluciones de urea en un rango de 0,25 % a 5 % en peso.

7.2.2 Reactivos y Materiales

Todos los reactivos serán de calidad para análisis. En el caso del agua se entenderá agua destilada o desmineralizada de pureza equivalente.

7.2.2.1 Solución acuosa de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,1 N.

7.2.2.2 Hidróxido de sodio (NaOH).

7.2.2.3 Tartrato de sodio y potasio ($C_4H_4O_6KNa.4H_2O$).

7.2.2.4 Solución acuosa de tartrato alcalino al 5 % . Se disuelven 50 g de hidróxido de sodio en 500 mL de agua, se enfría, se añaden 50 g de tartrato de sodio y potasio, se lleva a 1000 mL con agua y se deja reposar durante 24 horas antes de usar.

7.2.2.5 Solución de sulfato cúprico 0,06 N. Se disuelven 15 g de sulfato cúprico pentahidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) en agua libre de dióxido de carbono y se lleva a 1000 mL con agua.

7.2.2.6 Se toma una cantidad de biuret dihidratado ($NH_2CONHCONH_2.2H_2O$), y se somete a deshidratación a 110° durante 12 horas. Se toma 0,1 g del producto deshidratado y se disuelve en agua llevándolo a 100 L.

7.2.2.7 Solución de indicador rojo de metilo 0,1 % en metanol al 95 % .

7.2.2.8 Papel de filtro (Tipo Whatman N° 5 o equivalente).

7.2.3 Aparatos

7.2.3.1 Balanza analítica con apreciación de 0,1 mg.

7.2.3.2 Fotocolorímetro con filtro de 500 nm a 570 nm o espectrofotómetro a 550 nm.

7.2.3.3 Agitador magnético.

7.2.3.4 Celdas de absorción de 2 cm a 4 cm de espesor.

7.2.3.5 Balones aforados de 100 mL, 250 mL y 1000 mL.

7.2.3.6 Embudo.

7.2.3.7 Bureta.

7.2.3.8 Pipetas volumétricas de 2 mL, 3 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, y 25 mL.

7.2.3.9 Baño de María.

7.2.3.10 pH metro.

7.2.3.11 Vaso de precipitados de 250 mL.

7.2.4 Procedimientos

7.2.4.1 Calibración

7.2.4.1.1 Se transfieren una serie de alícuotas que van desde 2 mL hasta 50 mL de la solución madre de biuret a balones aforados de 100 mL.

7.2.4.1.2 Se agrega agua a los balones hasta completar un volumen aproximado de 50 mL.

7.2.4.1.3 Se añade una gota de solución de indicador rojo de metilo y se neutraliza con solución de ácido sulfúrico 0,1 N hasta obtener un color rosado o se lleva a pH 7,0, con el mismo ácido, mediante el uso del pH metro.

7.2.4.1.4 Agitando, se añaden 20 mL de solución de tartrato alcalino y 20 mL de solución de sulfato cúprico, y se lleva a 100 mL con agua.

7.2.4.1.5 Se agita durante 10 segundos y se deja reposar por 15 minutos a una temperatura de $30^\circ C \pm 5^\circ C$.

7.2.4.1.6 Se prepara un ensayo en blanco.

7.2.4.1.7 Usando el blanco como referencia, se lee la absorbancia de las soluciones a 550 nm en las celdas respectivas.

7.2.4.1.8 Se construye una curva de calibración, graficando absorbancia contra concentración en mg/100 mL.

7.2.4.2 Ensayo

7.2.4.2.1 Se pesan 35 g de la muestra al 0,1 mg y se transfieren al vaso de precipitados.

7.2.4.2.2 Se añaden 50 mL de agua libre de dióxido de carbono a una temperatura de aproximadamente $50^\circ C$.

7.2.4.2.3 Se agita durante 10 min, se filtra y se lava, recogiendo el filtrado y lavados en un balón aforado de 250 mL.

7.2.4.2.4 Se lleva a volumen con agua.

7.2.4.2.5 Se toma una alícuota de 25 mL, se transfiere a un balón aforado de 100 mL y se prosigue según lo descrito en 7.2.4.1.2 hasta 7.2.4.1.7.

7.2.5 Expresión de los resultados

El contenido de biuret, en porcentaje, se calcula con la expresión siguiente:

$$\% \text{ biuret} = \left(\frac{10 \times L}{G} \right) \times 100$$

Donde:

10 es el universo del factor de dilución.

L es la lectura obtenida en la curva de calibración, en miligramos por 100 mililitros.

G es el peso de muestra, en miligramos.

7.2.6 Informe

véase 7.1.6.

7.3 Método para determinación de formaldehído

7.3.1 Principio del método

Este método consiste en determinar el formaldehído en urea perlada o granulada en un rango de 0,03% a 0,60% en peso.

7.3.2 Reactivos

Todos los reactivos serán de calidad para análisis. En caso del agua se entenderá agua destilada o desmineralizada de pureza equivalente.

7.3.2.1 Solución al 10 % de la sal disódica dihidratada del ácido cromotrópico ($C_{10}H_4(OH).(SO_3Na)_2H_2O$). Se pesan 10 g de la sal, se disuelven y se completa a 100 mL con agua y se guarda esta solución en un frasco ámbar no más de 72 h.

7.3.2.2 Solución de urea (H_2NCONH_2) al 1,5%. Se pesan 1,5 g de urea, se disuelven y se lleva a 100 mL con agua.

7.3.2.3 Solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1:1

7.3.2.4 Ácido sulfúrico concentrado.

7.3.2.5 Solución madre de formaldehído (HCOH), 0,02 mg/mL, preparada a partir de formaldehído analítico al 37%, la cual debe ser previamente valorada según el procedimiento descrito en la Norma Venezolana COVENIN 946.

7.3.3 Aparatos

7.3.3.1 Balanza analítica con apreciación de 0,1 mg.

7.3.3.2 Espectrofotómetro.

7.3.3.3 Balones aforados de 50 mL y 100 mL.

7.3.3.4 Baño de María.

7.3.3.5 Bureta de 10 mL con precisión de 0,1 mL.

7.3.3.6 Pipetas.

7.3.3.7 Celdas de 10 mm de espesor.

7.3.4 Procedimiento

7.3.4.1 Calibración

7.3.4.1.1 Se transfieren 1 mL, 2 mL, 3 mL y 4 mL de la solución madre de formaldehído a 5 balones aforados de 50 mL.

7.3.4.1.2 Se añade a cada balón 1 mL de solución de urea al 1,5%, 1 mL de solución de sal disódica del ácido cromotrópico al 10%, 5 mL de ácido sulfúrico concentrado y se calienta a 100°C durante 30 min en baño de María, se enfría y se lleva a volumen con la solución de ácido sulfúrico 1:1.

7.3.4.1.3 Se lee la absorbancia de cada solución contra el blanco (0 mL de solución madre) a una longitud de onda de 570 nm, utilizando celdas de 10 mm de espesor.

7.3.4.1.4 Se construye una curva de calibración graficando absorbancia contra concentración.

7.3.4.2 Determinación

7.3.4.2.1 Se pesan, 1,5 g de la muestra, se transfieren a un balón aforado de 100 mL, se disuelve y se lleva a volumen con agua.

7.3.4.2.2 Se toma 1 mL y se transfiere a un balón aforado de 50 mL.

7.3.4.2.3 Se prepara un blanco utilizando 1 mL de solución de urea al 1,5%.

7.3.4.2.4 Se añaden a la solución de muestra y a la del blanco 1 mL de solución de sal disódica del ácido cromotrópico al 10 %, 5 mL de ácido sulfúrico concentrado y se calienta a 100 °C durante 30 minutos en baño de María.

7.3.4.2.5 Se enfría a temperatura ambiente y se diluye con solución de ácido sulfúrico 1:1 hasta la marca.

7.3.4.2.6 Se lee la absorbancia de la muestra usando el blanco como referencia a una longitud de onda de 570 nm, utilizando celdas de 10 mm de espesor.

7.3.4.2.7 Se lee en la curva de calibración la concentración de formaldehído equivalente a la absorbancia obtenida.

7.3.5 Expresión de los resultados

El contenido de formaldehído, en porcentaje, se calcula con la expresión siguiente:

$$\% \text{ HCOH} = \frac{10 \times L}{G}$$

Siendo:

10 el valor obtenido de la siguiente expresión:

$$10 = \frac{100\%}{\left(\frac{1000 \text{ mg}}{100 \text{ ml}}\right)}$$

L es la concentración de formaldehído obtenida de la curva de calibración, en miligramos por mililitros.

G es el peso de muestra, en gramos.

7.3.6 Informe

Véase 7.1.6

8 MARCADO, ETIQUETADO Y EMBALAJE

8.1 Marcado y Etiquetado

8.1.1 Las etiquetas deben ser fácilmente legibles a simple vista, redactadas en castellano y hechas en forma tal que no desaparezca bajo condiciones de manejo normal. No podrá tener ninguna leyenda de significado ambiguo ni descripción de características del producto que no se puedan comprobar. La etiqueta debe llevar como mínimo las siguientes indicaciones:

8.1.1.1 Nombre del producto.

8.1.1.2 Contenido de nitrógeno, en porcentaje.

8.1.1.3 Contenido neto, en kg.

8.1.1.4 Nombre del fabricante y/o distribuidor del producto.

8.1.1.5 Nombre del país donde se elaboró el producto.

8.1.1.6 Número de lote, fecha de producción y cualquier otra identificación que se considere conveniente.

8.1.1.7 Precauciones en el manejo.

8.2 Embalaje

Los envases deben cumplir con los siguientes requisitos:

8.2.1 Ser resistentes a la acción del producto.

8.2.2 No impartir color al producto.

8.2.3 Ser impermeables al agua.

8.2.4 Impedir la acción de la humedad relativa.

8.2.5 Proteger al producto contra la acción de agentes externos que puedan alterar sus características químicas o físicas.

8.2.6 Resistir las condiciones normales de manejo, transporte y almacenamiento.

BIBLIOGRAFÍA

COPANT 822-76 Fertilizantes. Urea.

COPANT 1250-80 Fertilizantes. Urea. Método de determinación de Biuret.

COPANT 985-78 Fertilizantes. Determinación de nitrógeno ureico.

Participaron en la revisión de esta Norma: Roberto Carletti, Oscar Rojas, Sadako Rodriguez, José Castillo, Priscilla de Briceño, Waldemar Silva.

Tabla 1 - Requisitos. Urea como fertilizante

| CARACTERÍSTICAS | REQUISITOS (% p/p) | | MÉTODO DE ENSAYO |
|--|-----------------------|--------|-----------------------------|
| | MÍNIMO | MÁXIMO | |
| Contenido de nitrógeno | 45,0 | - | Pto. 7.1 |
| Contenido de biuret | - | 1,50 | Pto. 7.2 |
| Contenido de formaldehído | 0,2 | - | Pto. 7.3 |
| Contenido de humedad | - | 0,60 | COVENIN 245 |
| Granulometría: % retenido entre los cedazos COVENIN 2,38 mm y 0,841 mm | 92,0 | | COVENIN 254 COVENIN 1033 |

Tabla 2 - Criterios de aceptación

| REQUISITOS | CRITERIO DE ACEPTACIÓN |
|------------------------|----------------------------------|
| Contenido de nitrógeno | $(\bar{x} \pm 0,4R) \geq 45,0\%$ |
| Contenido de biuret | $(\bar{x} \pm 0,4 R) \leq 1,5\%$ |

**COVENIN
1506:1997**

**CATEGORÍA
B**

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS**

publicación de:



I.C.S: 65.080

ISBN: 980-06-1875-9

**RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.**

Descriptores: Fertilizantes, urea.