



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-038-1985

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES -
NITROGENO NITRICO - METODO DEL ZINC - SULFATO
FERROSO**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE FERTILIZERS - NITRIC
NITROGEN - ZINC METHOD - FERROUS SULPHATE*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma, participaron los siguientes Organismos:

- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON.
- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACION, CERTIFICACION Y CAPACITACION.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
Dirección General de Distritos y Unidades de Temporal.
Laboratorio.
- SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- CONFEDERACION NACIONAL CAMPESINA.
- ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO, S.A.
Gerencia de almacenamiento y conservación.

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES - NITROGENO
NITRICO - METODO DEL ZINC - SULFATO FERROSO

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE FERTILIZERS - NITRIC
NITROGEN - ZINC METHOD - FERROUS SULPHATE

1 OBJETIVO

Esta norma establece un método de destilación para la determinación de nitrógeno en fertilizantes.

2 CAMPO DE APLICACION

El método descrito en la presente norma es aplicable a fertilizantes que contengan nitrógeno nítrico. No es aplicable a fertilizantes que contengan materia orgánica, cianamida de calcio o urea. (ver nota 11.1).

3 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

NOM-Y-035 Método de muestreo para fertilizantes líquidos, en polvos y en gránulos.

NOM-Y-045 FERTILIZANTES.- Determinación de nitrógeno amoniacal - Método de destilación.

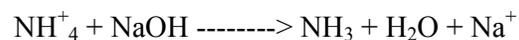
4 PRINCIPIO

El método se basa en la transformación del nitrógeno nítrico en amoniacal, el cual es destilado en medio alcalino, absorbiéndolo en una disolución valorada de ácido sulfúrico y titulando el exceso de ácido con disolución valorada de hidróxido de sodio.

5 REACCIONES

Las reacciones que se llevan a cabo son:

a) En el tratamiento con álcali:



b) En absorción:



c) En la titulación:



6 REACTIVOS Y MATERIAL

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

6.1 Zinc metálico en polvo, (Zn)

6.2 Sulfato ferroso, ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

6.3 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 40% (m/V)

6.4 Disolución valorada de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 0.5 N.

6.5 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 0.25N

6.6 Disolución indicadora de rojo de metilo

Pesar 1.25 g de rojo de metilo, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm³, disolver y llevar a la marca con alcohol etílico al 95%. Guardar en frasco oscuro.

6.7 Granalla de zinc o perlas de vidrio

6.8 Parafina o tributilcitrato

6.9 Papel filtro Whatman No. 5 o similar.

7 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y:

7.1 Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g

7.2 Aparato de destilación que comprende: (ver figura 1)

7.2.1 Matraz Kjeldahl de 800 cm³ de capacidad

7.2.2 Bulbo Kjeldahl o cualquier otra trampa efectiva para evitar el arrastre de hidróxido de sodio durante la destilación.

7.2.3 Refrigerante recto o condensador

7.2.4 Trampa de vidrio que evite la succión de la disolución del matraz colector

7.2.5 Matraz Erlenmeyer de boca ancha, de 500 cm³ de capacidad, para coleccionar el destilado.

7.2.6 Elemento de calentamiento para el matraz Kjeldahl

8 MUESTREO Y TOMA DE MUESTRAS

Tomar las porciones de análisis de la muestra obtenida de acuerdo a la Norma NOM-Y-035.

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Porción de análisis

Pesar al 0.0001 g, aproximadamente 5 g de la muestra de análisis.

9.2 Prueba testigo

Correr al mismo tiempo y usando el mismo procedimiento descrito en 9.3, una prueba testigo con la misma cantidad de los reactivos usados para la determinación, utilizando 1 g de sacarosa en lugar de la muestra.

9.3 Determinación

9.3.1 Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados de 250 cm³, agregar 100 cm³ de agua, agitar hasta disolver, filtrar a través de papel filtro (6.9), recibiendo el filtrado en un matraz volumétrico de 500 cm³, lavar con tres porciones de 10 cm³ de agua, dejando que pase el agua de cada lavado antes de agregar la siguiente porción. Llevar a la marca con agua y homogeneizar.

9.3.2 Transferir una alícuota de 50 cm³, al matraz Kjeldahl (7.2.1), agregar 400 cm³ de agua, 5 g de zinc (6.1), 2 g de sulfato ferroso (6.2), 3 cm³ de tributilcitrato ó parafina (6.8) (ver 11.3), granalla de zinc (6.7) (ver 11.4) y homogeneizar (ver 11.2).

9.3.3 Por separado, agregar 30 cm³ de disolución valorada de ácido sulfúrico (6.4) en el matraz Erlenmeyer (7.2.5) y 5 gotas de disolución indicadora (6.6). Completar con agua a un volumen total de aproximadamente 100 cm³. Colocar el matraz Erlenmeyer en el aparato de destilación (7.2). Cuidando que el tubo de descarga quede sumergido 1.5 cm en el líquido.

9.3.4 Posteriormente, agregar 40 cm³ de la disolución de hidróxido de sodio (6.3); dejándola resbalar lentamente por la pared del matraz Kjeldahl para formar dos capas de líquido. (ver 11.5), conectar rápidamente el matraz al aparato de destilación y agitar el contenido del matraz Kjeldahl.

9.3.5 Calentar suavemente, aumentando gradualmente el calentamiento hasta obtener una velocidad de destilación adecuada.

Suspender la destilación cuando se hayan colectado aproximadamente 250 cm³ de destilado. Retirar el matraz Erlenmeyer (7.2.5), lavando la trampa de vidrio (7.2.4) con agua, recibiendo el agua de lavado en el matraz colector. (ver 11.6).

9.3.6 Titular la disolución obtenida, con disolución valorada de hidróxido de sodio (6.5), hasta el vire de color rojo a amarillo.

10 EXPRESION DE RESULTADOS

10.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de nitrógeno nítrico en la muestra, como porcentaje en masa de nitrógeno (N), se calcula con la siguiente expresión: (ver 11.1).

$$\% N = \frac{[(V_1N_1 - V_2N_2) - (V_3N_1 - V_4N_2)] * V_5 * 0.014}{m * V_6} * 100$$

en donde:

V₁ Es el volumen, en cm³, de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.4) empleado en la determinación.

N₁ Es la normalidad de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.4).

V₂ Es el volumen, en cm³, de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.5) empleado en la determinación.

N₂ Es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.5).

V₃ Es el volumen, en cm³, de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.4) empleado en la prueba testigo.

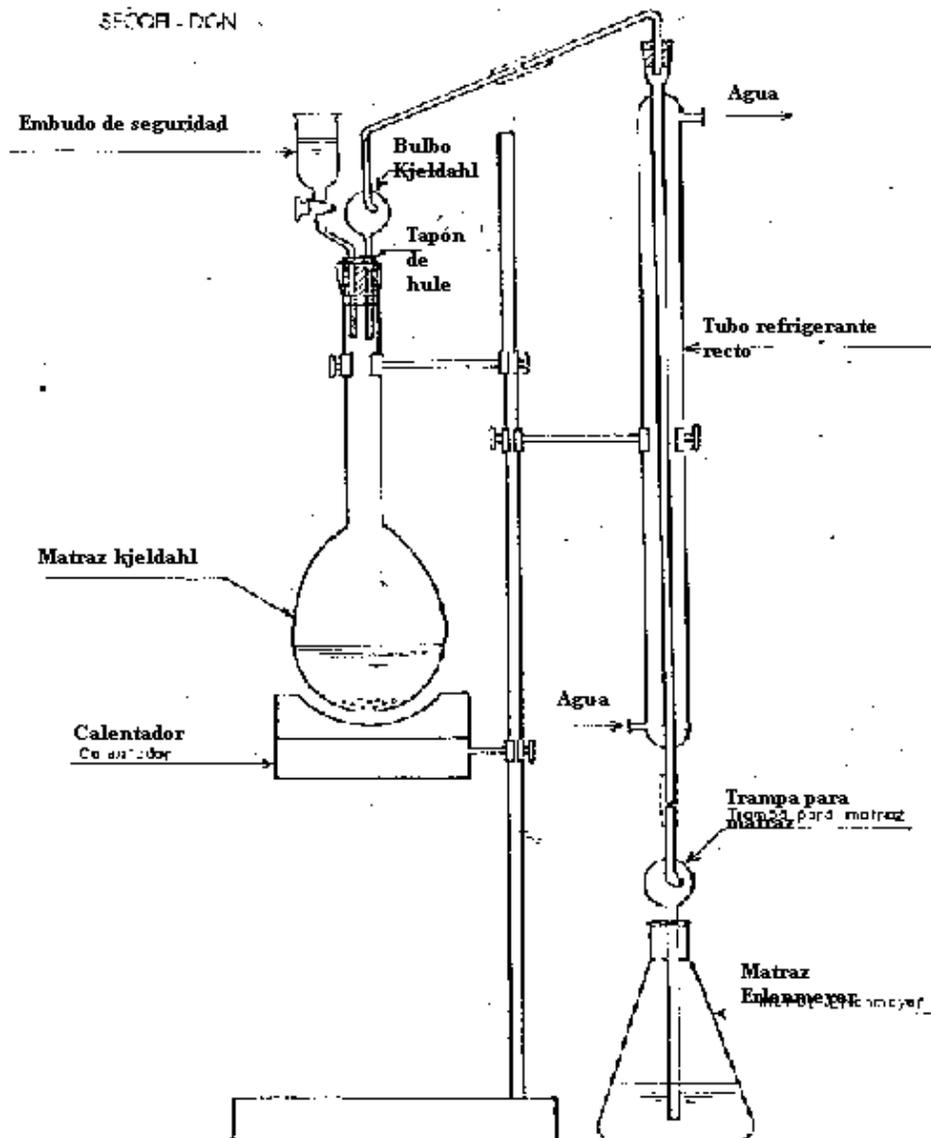
V₄ Es el volumen, en cm³, de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.5), empleado en la prueba testigo.

0.014 Es el miliequivalente del nitrógeno.

V₅ Es el volumen, en cm³, de la dilución de la porción de análisis.

V₆ Es el volumen, en cm³, de la alícuota de la porción de análisis empleada en la determinación.

m Es la masa, en gramos, de la porción de análisis



APARATO DE DESTILACIÓN.

10.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un analista, no debe ser mayor de 0.15 unidades de por ciento de N. En caso contrario, se recomienda repetir la determinación.

11 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

11.1 En caso de que la muestra contenga nitrógeno amoniacal, éste destila al mismo tiempo que el que proviene de la reducción del nitrógeno nítrico; haciéndose necesaria la determinación del nitrógeno amoniacal (3.2) por separado. El nitrógeno nítrico se calcula por diferencia.

11.2 Para garantizar un análisis sin problemas de contaminación, se recomienda efectuar el lavado del equipo, destilando agua y sifonear el destilado, apagando la parrilla.

11.3 Es conveniente agregar una poca de parafina y otro agente anti-espumante eficiente, libre de nitrógeno.

11.4 La granalla de zinc, es para controlar la ebullición de la mezcla.

11.5 La adición de hidróxido de sodio deberá hacerse con precaución, la reacción es violenta. Se recomienda enfriar la disolución de hidróxido (6.3) antes de adicionarla al matraz Kjeldahl.

11.6 Antes de apagar el elemento de calentamiento, es necesario quitar el matraz colector de destilado.

12 INFORME DE RESULTADOS

El informe correspondiente a los resultados obtenidos para una muestra de laboratorio debe incluir las siguientes indicaciones:

a) Datos relacionados con la muestra, como:

- Identificación y/o descripción
- Datos sobre la toma de la misma

- Fecha de recepción de la misma
- Fecha de terminación del análisis

b) Referencia al método empleado

c) Resultados y métodos de expresión usados

d) Aspectos irregulares observados durante la determinación

e) Indicar cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.

13 BIBLIOGRAFIA

13.1 Horwitz, W. Editor, Official Methods of Analysis of the Association of Analytical Chemists. 11th Edition. Association of Analytical Chemists. Washington 1970. 18.

13.2 Welcher, J.F. Standard Methods of Chemical Analysis. 6th. Ed. D. Van Nostrand co. Inc. Volumen II B Princeton New Yersey 1963. 1487.

13.3 Fertilizer Sampling and Analytical Methods 3th. Edition the Fertilizer Institute. Washington. 1974. 99-100.

13.4 Morales, G.S. Informe 5101200/83/40.- Revisión de métodos de nitrógeno nítrico en fertilizantes. Departamento de Control Químico. Fertimex. 1983.

México, D.F., Agosto 8, 1985

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Consuelo Saez Pueyo', written over a faint rectangular stamp area.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO