



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-039-1984

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES -
NITROGENO TOTAL (METODO - DEL HIERRO REDUCIDO) -
METODO DE PRUEBA**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - FERTILIZERS - TOTAL
NITROGEN (REDUCED IRON METHOD) - METHOD OF TEST*

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.
DIRECCION GENERAL DE EXTENSION AGRICOLA.
DEPARTAMENTO DE SUELOS Y LABORATORIOS.

- SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL.

- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES -NITROGENO
TOTAL (METODO - DEL HIERRO REDUCIDO) - METODO DE PRUEBA

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - FERTILIZERS - TOTAL
NITROGEN (REDUCED IRON METHOD) - METHOD OF TEST

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método de destilación para la determinación de nitrógeno total en fertilizantes, en muestras que contengan nitrógeno orgánico, en presencia de nitratos y cloruros.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la vigente de la siguiente Norma Mexicana:

NMX-Y-035 Método de muestreo para fertilizantes líquidos, en polvo y en gránulos.

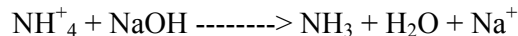
3 PRINCIPIO

El método se basa en la transformación de todas las formas presentes de nitrógeno, en amoníaco, el cual es fijado como sulfato de amonio, en presencia de ácido sulfúrico y destilado posteriormente en forma de amoníaco libre en medio alcalino.

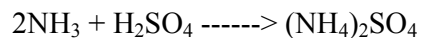
4 REACCIONES

Las reacciones que se llevan a cabo son:

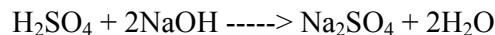
a) En el tratamiento con álcali:



b) En la absorción:



c) En la titulación:



5 REACTIVOS

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.

5.1 Hierro metálico en polvo (hierro reducido)

5.2 Oxido mercuríco (HgO)

NOTA: El óxido mercuríco puede sustituirse por mercurio metálico (Hg).

5.3 Sulfato de potasio (K_2SO_4) o sulfato de sodio (Na_2SO_4).

5.4 Granalla de zinc

5.5 Disolución de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 1 ± 1

5.6 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 25%

5.7 Disolución de sulfuro de potasio (K_2S), 4%

NOTA: Esta disolución puede sustituirse por una de tiosulfato de sodio ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), 8%.

5.8 Disolución de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 0.5 N

5.9 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 0.5 N

5.10 Disolución indicadora de rojo de metilo

Pesar 1.250 g de rojo de metilo, disolver y aforar con alcohol etílico o alcohol isopropílico al 90% a 1000 cm³. Guardar en frasco obscuro.

5.11 Perlas de vidrio

6 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y:

6.1 Balanza analítica, capaz de pesar 0.0001 g

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

6.2.1 Matraz Kjeldahl de 800 cm³ de capacidad

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

6.2.3 Refrigerante recto o condensador

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

6.2.5 Matraz Erlenmeyer, boca ancha de 500 cm³ de capacidad para colectar el destilado.

6.2.6 Elemento de calentamiento

6.2.7 Tapón de hule para la boca del matraz 6.2.1 con perforación para introducir el bulbo 6.2.2.

7 MUESTREO Y MUESTRAS

Las porciones de análisis se toman de la muestra de análisis obtenida de acuerdo a la norma NMX-Y-035 vigente.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Precauciones de seguridad

DEBE TENERSE CUIDADO EN EL MANEJO DE MERCURIO Y SUS SALES PARA EVITAR INTOXICACION. SE RECOMIENDA USAR GUANTES DE HULE LATEX U OTRO MATERIAL QUE PROTEJA LA PIEL Y GAFAS PROTECTORAS CON ARMAZON DE HULE DE AJUSTE HERMETICO A LA CARA. NO AGREGAR AMONIACO HALOGENOS O ALCALIS EN LA PRESENCIA DE MERCURIO.

8.2 Porción de análisis

Pesar al 0.0001 g una cantidad de muestra que contenga, aproximadamente 125 mg de nitrógeno total.

8.3 Determinación

8.3.1 Transferir la porción de análisis a un matraz Kjeldahl (6.2.1), agregar 5 g de hierro reducido (5.1), (ver 10.1), 120 cm³ de agua y agitar. Agregar 80 cm³ de la disolución de ácido sulfúrico (5.5), mezclar perfectamente y dejar reposar durante 30 minutos.

8.3.2 Agregar perlas de vidrio (5.11), calentar la disolución hasta el desprendimiento de humos blancos del ácido sulfúrico (\pm 1 hora). (Ver 10.2). Enfriar a temperatura ambiente. Agregar 150 cm³ de agua, enfriar nuevamente a temperatura ambiente.

8.3.3 Si la muestra contiene nitrógeno orgánico que no sea urea, evaporar la disolución inicial de 8.3.2 a un volumen de $\pm 100 \text{ cm}^3$, enfriar, agregar 0.7 g de óxido mercurico (5.2) y 15 g de sulfato de potasio o sulfato de sodio (5.3).

(Ver 10.3). Calentar, con desprendimiento de humos blancos del ácido sulfúrico durante 1 hora, enfriar y diluir con 150 cm^3 de agua.

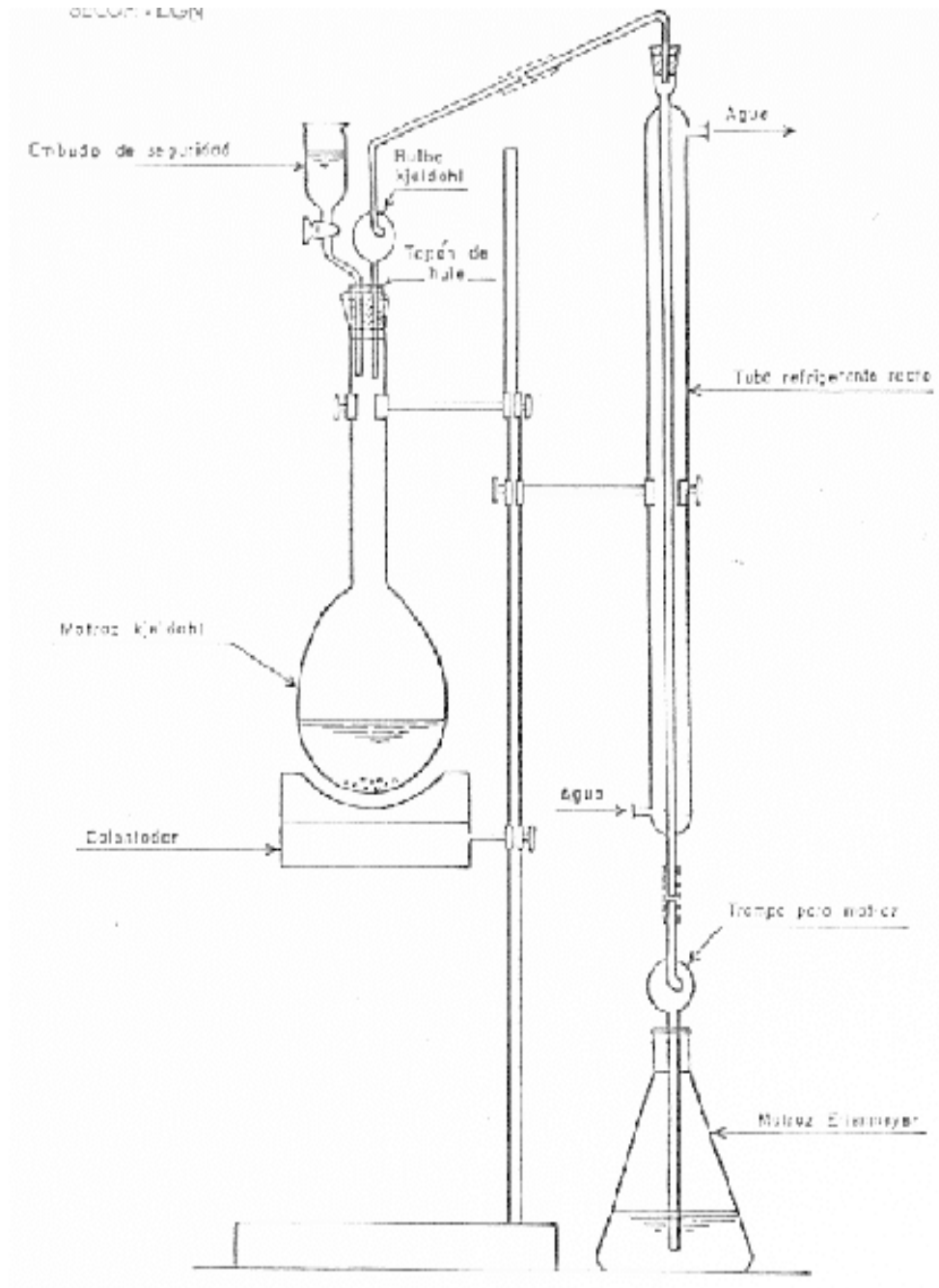


FIGURA 1 APARATO DE DESTILACION METODO KJELDAHL

NOTA: El óxido mercúrico puede ser sustituido por 0.65 g de mercurio metálico (5.2).

8.3.4 Por separado, añadir 50 cm³ de disolución de ácido sulfúrico (5.8) en el matraz Erlenmeyer (6.2.5) y 5 gotas de disolución indicadora (5.10).

Completar con agua a un volumen total de aproximadamente 100 cm³.

Colocar el matraz Erlenmeyer en el aparato de destilación (6.2), cuidando que el tubo de descarga quede sumergido 1.5 cm en el líquido.

8.3.5 Si se agregó óxido mercúrico o mercurio metálico, es necesario agregar 25 cm³ de disolución de sulfuro de potasio (5.7). (Ver 10.4). Posteriormente, agregar 220 cm³ de disolución de hidróxido de sodio (5.6), dejándola resbalar lentamente por la pared del matraz Kjeldahl para formar dos capas de líquido.

Agregar granalla de zinc (5.12) al matraz Kjeldahl y conectar rápidamente el matraz al aparato de destilación y agitar. (Ver 10.5).

8.3.6 Calentar suavemente, aumentando gradualmente el calentamiento, hasta obtener una velocidad de destilación adecuada. Suspender la destilación cuando se hayan recuperado de 150 a 200 cm³ de destilado. Retirar el matraz colector, lavando el bulbo con un poco de agua, recibiendo el agua de lavado en el matraz colector.

8.3.7 Titular la disolución obtenida, con disolución valorada de hidróxido de sodio (5.9) hasta el vire de color rojo a amarillo. Anotar el volumen empleado.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmula

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

$$\% N = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) * 0.014}{T m} * 100$$

En donde:

V₁ Es el volumen en cm³, de la disolución valorada de ácido sulfúrico(5.8) empleado en la determinación.

N₁ Es la normalidad de la disolución valorada de ácido sulfúrico (5.8).

V₂ Es el volumen, en cm³ de la disolución valorada de hidróxido desodio (5.9) empleado en la determinación.

N₂ Es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.9).0.014 Es el miliequivalente del nitrógeno.

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

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor de 2% del valor promedio de ambas determinaciones.

9.3 Reproducibilidad

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de por lo menos tres determinaciones efectuadas por diferentes analistas en diferentes laboratorios, para una misma muestra, no debe ser mayor del 5% de dicho promedio.

10 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

10.1 El hierro reducido produce hidrógeno, que reduce los nitratos a amoníaco, en presencia de ácido sulfúrico. Esta reducción se completa por calentamiento a ebullición. Si la muestra no contiene nitrato, no es necesario el hierro reducido. La cantidad de hierro reducido indicada es adecuada para muestras que contengan hasta 42 mg de nitrógeno nítrico, para mayores contenidos, añadir más hierro reducido.

10.2 Para muestras con urea, es necesario hidrolizar, por lo que se efectúa la digestión con ácido sulfúrico. No se debe evaporar demasiado ácido sulfúrico para que la muestra no se solidifique cuando se enfríe, porque esto es causa de resultados bajos.

10.3 El óxido mercúrico cataliza la conversión del nitrógeno orgánico a amoníaco. Si la muestra no contiene nitrógeno orgánico, no son necesarios el óxido mercúrico y sulfato de potasio. El sulfato de potasio y el sulfato de sodio elevan el punto de ebullición del ácido sulfúrico.

10.4 El sulfuro de potasio se utiliza para precipitar el mercurio en forma de sulfuro mercúrico (HgS).

10.5 La adición de la disolución de hidróxido de sodio, debe hacerse con precaución, la reacción es violenta.

11 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 toma de la misma.

- Fecha de recepción de la muestra.
- Fecha determinación del análisis.
- b) Referencia al método empleado.
- c) Resultados y métodos de expresión usados.
- d) Aspectos irregulares observados durante la prueba.
- e) Cualquier operación no incluida en esta norma o que fuera opcional y pudiera afectar los resultados.

12 BIBLIOGRAFIA

- 12.1 Welcher, J.F., Standard Methods of Chemical Analysis, 6th. Edition, D. Van Nostrand Company, Inc. Volume II-B, Princeton, N. Yersey. 1963; p. 1483-1488.
- 12.2 T. F. I., Product Quality Committe, Fertilizer Sampling and Analytical Methods, 3rd. Edition, Washington. D.C., 1974; p. 87-90.
- 12.3 Horwitz, W., Official Methods of Analysis of The Association of Official Agricultural Chemist, 10th Edition, Washington, D.C, 1965, p. 16 - 17.
- 12.4 T.V.A. Laboratory Manual; General Analytical Laboratory, 1974; p.11 - 15

México, D.F., Mayo 22, 1984

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.