



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-045-1984

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO -
FERTILIZANTES - NITROGENO AMONIAL -
DESTILACION - METODO DE PRUEBA.**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - FERTILIZERS -
AMMONIACAL NITROGEN - DISTILLATION - 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.

- CONFEDERACION NACIONAL CAMPESINA.

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES -
NITROGENO AMONIACAL - DESTILACION - METODO DE PRUEBA.

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - FERTILIZERS -
AMMONIACAL NITROGEN - DISTILLATION - METHOD OF TEST.

1 OBJETIVO

Esta norma establece un método de destilación para la determinación de nitrógeno amoniacal en fertilizantes fluidos y sólidos.

2 CAMPO DE APLICACION

El método descrito en la presente norma es aplicable a fertilizantes fluidos y sólidos que contengan amoniaco, sales amoniacaes como nitrato de amonio, carbamato de amonio, carbonato de amonio, fosfato de amonio y sulfato de amonio. No es aplicable a fertilizantes que contengan urea.

3 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

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

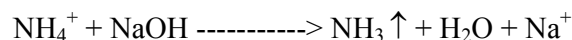
4 PRINCIPIO

El método se basa en la destilación del amoniaco de los compuestos amoniacaes en un medio alcalino, absorbiéndolo en una disolución valorada de ácido sulfúrico y titulando el exceso de ácido con disolución valorada de hidróxido de sodio.

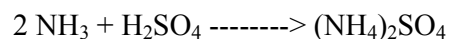
5 REACCIONES

Las reacciones que se llevan a cabo son:

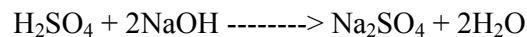
a) En el tratamiento con álcali:



b) En la absorción:



c) En la titulación:



6 REACTIVOS Y MATERIALES

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 Disolución de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 1 + 1
- 6.2 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 40 %
- 6.3 Disolución valorada de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 0.5 N
- 6.4 Disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH), 0.25 N
- 6.5 Disolución indicadora de rojo de metilo

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

- 6.6 Granalla de zinc.
- 6.7 Disolución antiespumante.

Se puede usar cualquier agente antiespumante libre de amoníaco o compuestos amoniacales.

Preparar una disolución diluida de tal manera que unos 5 cm³ sean suficientes para prevenir la formación de espuma durante la destilación.

7 APARATOS Y EQUIPO

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.

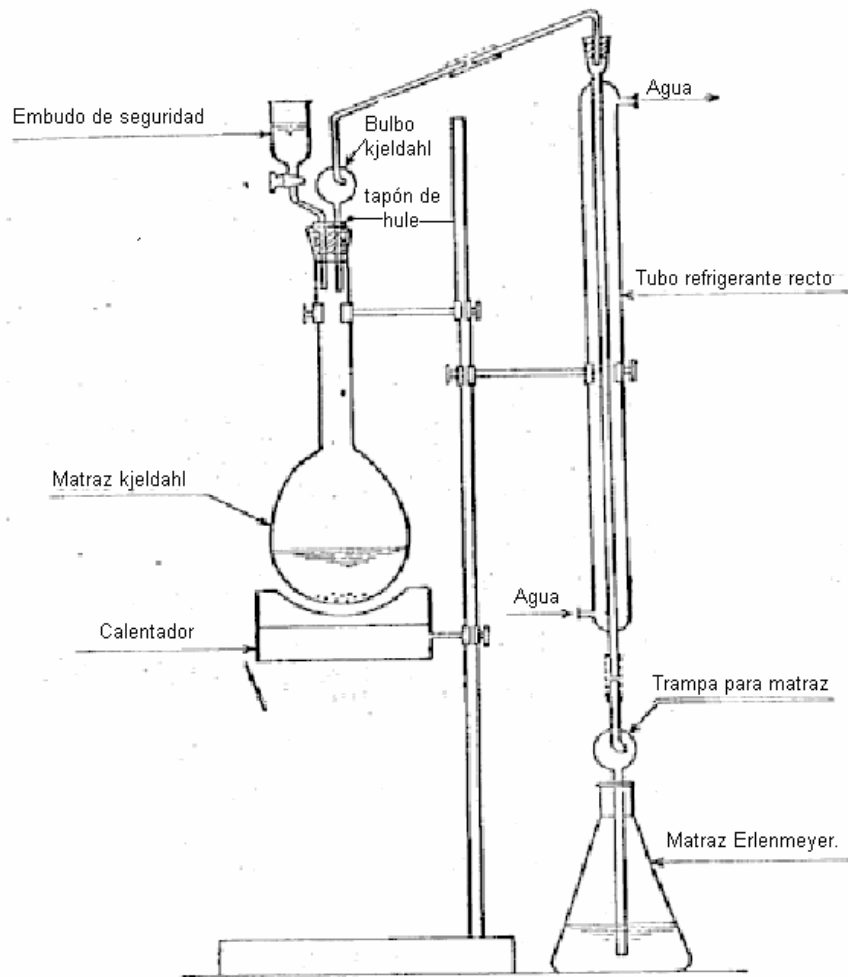


FIGURA 1 APARATO DE DESTILACION PARA DETERMINACION DE NITROGENO AMONICAL

- 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.
- 7.2.7 Tapón de hule para la boca del matraz (7.2.1) con perforación para introducir el bulbo (7.2.2)
- 7.2.8 Embudo de adición de 100 cm³ de capacidad.

8 MUESTREO Y MUESTRAS

Las porciones de análisis se toman de la muestra de análisis obtenida de acuerdo a la Norma Mexicana NMX-Y-035 vigente, (véase 2).

9 PROCEDIMIENTO

9.1 Porción de análisis

9.1.1 Pesar al 0.0001 g una cantidad de muestra que contenga de 75 a 150 mg de nitrógeno amoniacal.

9.1.2 Si el contenido de nitrógeno amoniacal es superior al 21 %, pesar al 0.0001 g, aproximadamente 2 g de muestra. Transferir a un vaso de precipitados de 250 cm³, añadir 100 cm³ de agua. Si la disolución es alcalina, se debe neutralizar con unas gotas de ácido sulfúrico. (6.1).

Hervir durante 5 minutos, enfriar a temperatura ambiente, transferir a un matraz volumétrico de 250 cm³, llevando a la marca con agua, tomar una alícuota de 50 cm³ para la determinación.

NOTA: En teoría esta disolución es aplicable a muestras que contengan de 18 a 37% de nitrógeno amoniacal, o a un intervalo de concentraciones aún más amplio; pero, en la práctica no es usual encontrar productos con más de 35 % de nitrógeno amoniacal.

9.2 Prueba testigo

Correr una prueba testigo, siguiendo el mismo procedimiento descrito en 9.3, con 300 cm³ de agua, 5 cm³ de disolución antiespumante (6.7), cuando proceda, 40 cm³ de la disolución de hidróxido de sodio (6.2) y recibiendo el destilado en aproximadamente 100 cm³ de agua conteniendo 5 cm³ de la disolución valorada de ácido sulfúrico. (6.3).

9.3 Determinación

9.3.1 Transferir la porción de análisis o la alícuota correspondiente al matraz Kjeldahl (7.2.1), agregar 300 cm³ de agua y 5 cm³ de disolución antiespumante (6.7), si se espera formación de espuma y homogeneizar.

9.3.2 Por separado, agregar 25 cm³ de disolución valorada de ácido sulfúrico (6.3) en el matraz Erlenmeyer (7.2.5) y 5 gotas de disolución indicadora. (6.5). 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. (ver 12.1).

9.3.3 Agregar 40 cm³ de la disolución de hidróxido de sodio (6.2), dejándola resbalar lentamente por la pared del matraz Kjeldahl para formar dos capas de líquido.

Agregar granalla de zinc (6.6) y conectar rápidamente el matraz al aparato de destilación y agitar. (ver 12.2).

9.3.4 Calentar suavemente, aumentando gradualmente el calentamiento hasta obtener una velocidad de destilación adecuada. Suspender la destilación cuando se hayan recuperado de 200 a 250 cm³ de destilado. Retirar el matraz Erlenmeyer (7.2.5), lavando la trampa de vidrio (7.2.4) con un poco de agua, recibiendo el agua de lavado en el matraz, colector. (ver 12.3).

9.3.5 Titular la disolución obtenida, con disolución valorada de hidróxido de sodio (6.4), hasta el vire de color rojo a amarillo. Anotando el volumen empleado.

10 EXPRESION DE RESULTADOS

10.1 Método de cálculo y fórmula

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

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

En donde:

V₁ = Es el volumen en cm³, de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.3), empleado en la determinación.

N₁ = Es la normalidad de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.3).

V₂ = Es el volumen, en cm³, de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.4) empleado en la determinación.

- N_2 = Es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio, (6.4).
- V_3 = Es el volumen, en cm^3 , de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.3), empleado en la prueba testigo.
- V_4 = Es el volumen, en cm^3 , de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.4), empleado en la prueba testigo.
- 0.014 = Es el miliequivalente del nitrógeno.
- V_5 = Es el volumen, en cm^3 , de la disolución de la porción de análisis cuando proceda.
- V_6 = Es el volumen, en cm^3 , de la alícuota empleada en la determinación, cuando proceda.
- m = Es la masa, en gramos, de la porción de análisis.

11 REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD

11.1 Repetibilidad

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas a una misma muestra por un mismo analista, no debe ser mayor de 0.05 unidades por ciento del promedio de todas las determinaciones.

11.2 Reproducibilidad

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas a una misma muestra por diferentes analistas en diferentes laboratorios, no debe ser mayor del 0.10 unidades de por ciento.

12 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

12.1 Para la absorción del amoníaco se puede usar satisfactoriamente el ácido sulfúrico o el ácido bórico (40 g/l). La selección de uno u otro realmente depende de la experiencia del analista y sus preferencias. Sin embargo, la capacidad de la disolución de ácido bórico para absorber amoníaco es más limitada que la disolución de ácido sulfúrico, además es difícil darse cuenta si se usó mucha muestra, ya que el indicador cambia con el primer amoníaco que destila. La ventaja es que no es necesario usar una disolución valorada de hidróxido de sodio, ya que el ácido bórico se titula con ácido sulfúrico valorado y el volumen empleado de este último es el que se emplea en los cálculos.

12.2 En la literatura, se recomienda el uso del óxido de magnesio como agente alcalinizante, pero se ha demostrado que ciertos fosfatos de amonio, entre ellos el ($MgNH_4PO_4$ y $FeNH_4PO_4$), no son descompuestos por este tratamiento. El empleo de hidróxido de sodio permite asegurar que el amoniaco será liberado de cualquier compuesto amoniaco presente en la muestra. Se recomienda enfriar la disolución de hidróxido sodio, antes de adicionarla.

La adición de hidróxido de sodio, deberá hacerse con precaución, la reacción es violenta. Si se requiere más precisión en la determinación, debe utilizarse embudo de adición (7.2.8) para agregarse el hidróxido de sodio.

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

13 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 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.

14 BIBLIOGRAFIA

14.1 Horwitz, W. Editor. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 12ava Edición. Association of Official Analytical Chemists. Washington. 1975.17.

14.2 Welcher, J.F. Standard Method of Chemical Analysis. 6a. Edición. D.Van Nostrand. Co. Inc. Volumen II-B. Princeton N. Jersey. 1963. 1487.

- 14.3 Snell, D.F. & Hilton, C.L. Editores. Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis Interscience Publishers. Volumen 5. Nueva York. 1967. 329-330.
- 14.4 Fertilizer Sampling and Analytical Methods 3a. Edición. The Fertilizer Institute. Washington. 1974. 53-55, 91-92.
- 14.5 TVA. Laboratory Manual. General Analytical Laboratory. Tennessee Valley Authority. Muscle Shoals. Alabama. 1966. 16-19.
- 14.6 Guijosa, F.M. Informe A523/76/405. Guanos y Fertilizantes de México, S.A. Departamento de Experimentación. 1976
- 14.7 ICONTEC-211. Abonos o Fertilizantes. Método cuantitativo de determinación de nitrógeno amoniacal. 1969.
- 14.8 NF U 42-101. Analyse Chimique du sulfate d' ammonium. 1964.
- 14.9 IS: 826. Specification for ammonium sulphate, Fertilizer grade. 1965.
- 14.10 IS 1114. Specification for ammonium chloride, fertilizer grade 1964.
- 14.11 Resúmenes de resultados de análisis de ABR 72 a MAY 76. Muestra Patrón Magruder.

México, D.F., a 22 mayo 1984
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS



LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO