



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-225-1982

**UREA - DETERMINACION DE NITROGENO TOTAL - METODO
DE DESTILACION - KJELDAHL**

*UREA - DETERMINATION OF TOTAL NITROGEN KJELDAHL
DESTILLATION METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON.
- LABORATORIOS BANCO CREDITO RURAL.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
DIRECCION GENERAL DE EXTENSION AGRICOLA. DEPARTAMENTO
DE SUELOS Y LABORATORIOS.
- SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

UREA - DETERMINACION DE NITROGENO TOTAL - METODO DE
DESTILACION - KJELDAHL

UREA - DETERMINATION OF TOTAL NITROGEN KJELDAHL
DESTILLATION METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método de destilación Kjeldahl para la determinación de nitrógeno total en urea.

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 granulos.

3 PRINCIPIO

El método se basa en la transformación de todo el nitrógeno contenido en la urea, en amoniaco, el cual es fijado como sulfato de amonio en presencia de ácido sulfúrico usando como catalizador sulfato de cobre. Siendo destilado posteriormente como amoniaco.

4 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.

- 4.1 Sulfato de cobre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- 4.2 Acido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), 96-98 %
- 4.3 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 40 %
- 4.4 Disolución valorada de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 0.50 N
- 4.5 Disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH), 0.50 N

4.6 Disolución indicadora (Wesslow)

Mezclar 50 cm³ de una disolución alcohólica al 0.2 % de rojo de metilo con 50 cm³ de una disolución alcohólica al 0.1 % de azul de metileno.

4.7 Granalla de zinc (Zn)

5 APARATOS Y MATERIALES

Aparatos usuales de laboratorio y:

5.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g

5.2 Aparato para destilación de amoniaco (Ver figura), consistente de:

5.2.1 Un matraz Kjeldahl de 800 cm³.

5.2.2 Un tapón de hule horadado.

5.2.3 Un bulbo Kjeldahl, o cualquier otra trampa efectiva para evitar el arrastre mecánico del hidróxido de sodio durante la destilación.

5.2.4 Un embudo de seguridad para adición del hidróxido de sodio.

5.2.5 Un refrigerante recto

5.2.6 Una trampa que evite la succión de la disolución contenida en el matraz 5.2.7.

5.2.7 Un matraz Erlenmeyer de 500 cm³

5.2.8 Un elemento de calentamiento

5.2.9 Perlas de vidrio

6 MUESTREO Y MUESTRAS

Extraer las porciones para análisis de la muestra representativa reducida obtenida de acuerdo a la norma NMX-Y-035 vigente.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Porción de análisis

Tomar al 0.0001 g aproximadamente 5 g de la muestra de análisis.

7.2 Determinación

7.2.1 Transferir la porción de análisis a un matraz Kjeldahl (5.2.1), agregar 25 cm³ de agua, 50 cm³ de ácido sulfúrico (4.2) y 0.75 g de sulfato de cobre (4.1). Mezclar perfectamente y calentar suavemente sobre placa de calentamiento, manteniendo el matraz inclinado, hasta el desprendimiento de anhídrido carbónico.

7.2.2 Aumentar gradualmente el calor hasta la aparición de vapores blancos, continuando el calentamiento durante 20 minutos más.

7.2.3 Dejar enfriar a temperatura ambiente, agregar 30 cm³ de agua y transferir el contenido a un matraz aforado de 500 cm³ completar con agua hasta la marca y homogeneizar. Tomar una alícuota de 50 cm³ y transferirla a un matraz Kjeldahl (5.2.1) agregar 350 cm³ de agua y algunas perlas de vidrio (5.2.9).

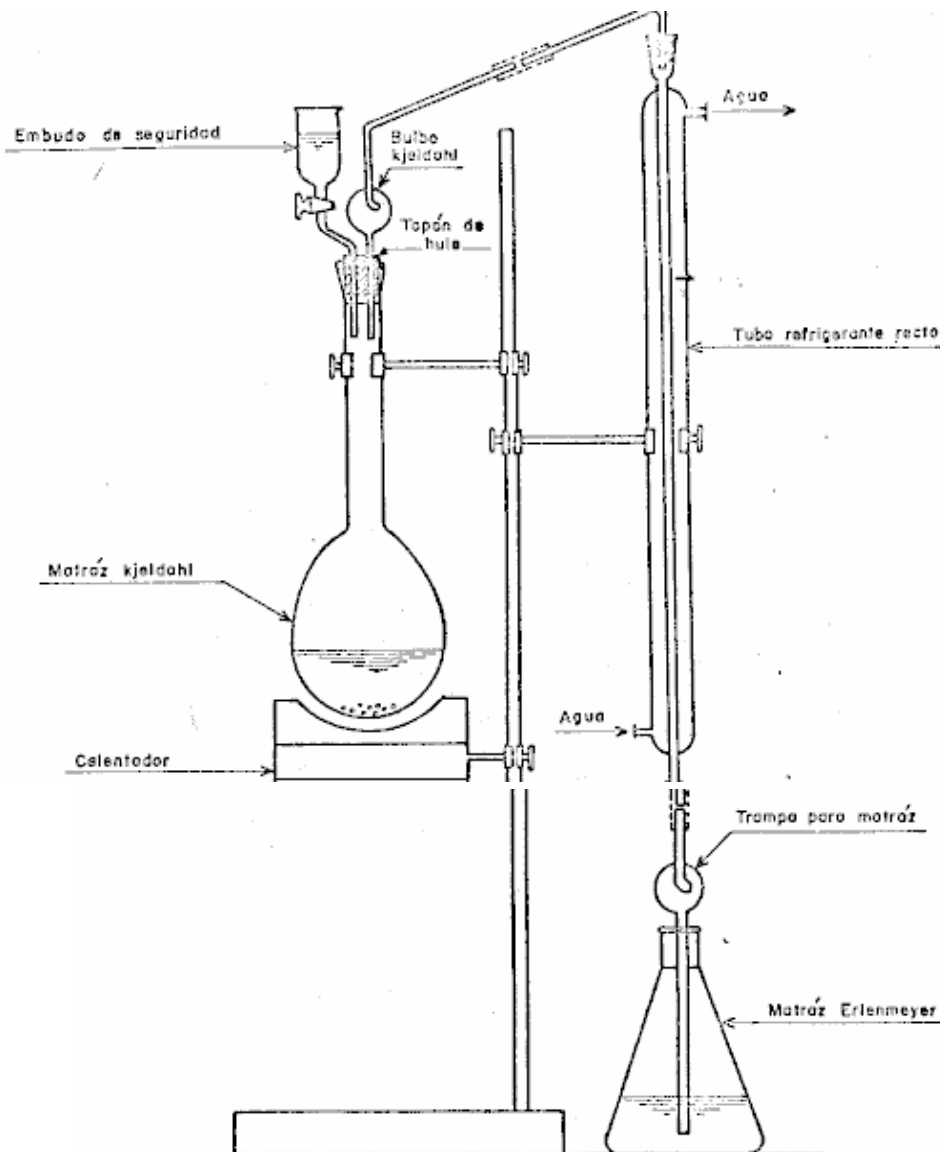


FIGURA 1 APARATOS DE DESTILACION METODO KJELDAHL

7.2.4 En un matraz Erlenmeyer (5.2.7), poner 50 cm³ de disolución de ácido sulfúrico (4.4) y 5 gotas de indicador (4.6); colocar el matraz a la salida del refrigerante (5.2.5), de tal manera que con la ayuda de una trampa (5.2.6) el tubo de ésta se quede sumergido en la disolución. Si es necesario, agregar agua para aumentar el nivel y hacer circular agua fría a través del refrigerante.

7.2.5 Conectar el matraz Kjeldahl de acuerdo a la figura, (1), agregar mediante el embudo de seguridad (5.2.4) 45 cm³ de hidróxido de sodio (4.3), colocar granalla de zinc (4.7) e iniciar el calentamiento hasta destilar aproximadamente 150 cm³, colectados en el matraz Erlenmeyer (5.2.7) que se coloca previamente de tal modo que el tubo de descarga quede sobre la boca del matraz, continuando la destilación varios minutos.

7.2.6 Interrumpir el calentamiento, lavar el bulbo en la descarga del refrigerante con algunos cm³ de agua, recibiendo en el matraz Erlenmeyer, retirar éste y titular el exceso de ácido con la disolución de hidróxido de sodio (4.5), hasta el vire del indicador de azul a verde grisáceo.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de nitrógeno total en la muestra, es dado como porcentaje en masa por la siguiente expresión:

$$\% \text{ NT} = \frac{(N_1V_1 - V_2N_2) \times V_3}{m \times V_4} \times 0.014 \times 100$$

Donde:

- V₁ Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución valorada de ácido sulfúrico (5.4).
- V₂ Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.5), gastados en la titulación.
- V₃ Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución de la porción de análisis.
- V₄ Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la alícuota de la disolución de la porción de análisis.
- N₁ Esta normalidad de la disolución valorada de ácido sulfúrico (5.4).
- N₂ Es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.5).
- m Es la masa, en gramos, de la porción de análisis.
- 0.014 Es el equivalente de nitrógeno.

8.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un analisisita para una misma muestra, no debe ser mayor de 0.30 % del valor promedio de ambas determinaciones.

8.3 Reproducibilidad

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de los resultados obtenidos por diferentes analistas en diferentes laboratorios para una misma muestra, no debe ser mayor de 0.50% de dicho promedio.

9 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

9.1 La adición de perlas de vidrio y granalla de zinc se realiza con el objeto de controlar la ebullición de la mezcla.

9.2 La adición de la disolución de hidróxido de sodio al 40% deberá hacerse con precaución de modo que permita la formación de 2 capas, ya que la reacción es violenta.

10 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 prueba.
- e) Cualquier operación no incluida en esta norma o que fuese opcional y pudiera afectar los resultados.

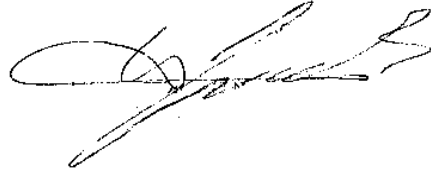
11 BIBLIOGRAFIA

11.1 Furman N.H. Standard Methods of Chemical Analysis. D. Van Nostrand Company Inc. Vol. I. 1963. 740-742.

11.2 A.O.A.C Methods of Analysis 13th Edition. William Horwitz, Edition. 1980 15-18.

Naucalpan de Juárez, Edo. de México, D.F., Julio 16, 1982

DIRECTOR GENERAL DE NORMAS COMERCIALES DE LA SECRETARIA DE
COMERCIO.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Hector Bayardo Moreno', written in a cursive style.

LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO.

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Roman Serra Castaños', written in a cursive style.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 3, 1982