



**SECRETARIA DE COMERCIO**

**Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-Y-251-1983**

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-FERTILIZANTES-  
NITROGENO AMONICAL-DESTILACION A PRESION  
REDUCIDA - METODO DE PRUEBA**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-FERTILIZERS-AMMONIACAL  
NITROGEN-DISTILLATION-LOW PRESSURE-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 A PRESION REDUCIDA - METODO DE PRUEBA

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

1 OBJETIVO

Esta norma establece un método de destilación a presión reducida para la determinación de nitrógeno amoniacal en fertilizantes.

2 CAMPO DE APLICACION

El método descrito en la presente norma es aplicable a fertilizantes sólidos que contengan nitrógeno amoniacal, en presencia de urea.

3 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.

4 PRINCIPIO

El método se basa en la titulación del amoniaco a precisión reducida, en un medio alcohólico - alcalino, y a una temperatura de 313 K (40°C) absorbiéndolo en una disolución valorada de ácido sulfúrico y titulando el exceso de ácido con disolución valorada de hidróxido de sodio.

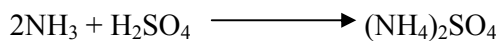
5 REACCIONES

Las reacciones que se llevan a cabo son:

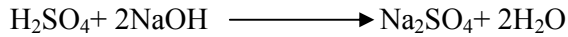
a) En el tratamiento con álcali:



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 alcalina-alcohólica

Pesar 10 g de hidróxido de sodio (NaOH), transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm<sup>3</sup>, disolver y llevar a la marca con alcohol metílico al 95%.

6.2 Disolución valorada de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 0.1 N.

6.3 Disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH), 0.1 N.

6.4 Disolución indicadora de rojo de metilo.

Pesar 1.25 g de rojo de metilo, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm<sup>3</sup>, disolver y llevar a la marca con alcohol etílico al 95 %. Guardar en frasco oscuro.

## 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 redondo de tres bocas, de 250 cm<sup>3</sup> de capacidad.

7.2.2 Cuatro frascos lavadores de gases.

7.2.3 Embudo de adición de 50 cm<sup>3</sup> de capacidad.

7.2.4 Tres vasos de precipitados de 2000 cm<sup>3</sup> de capacidad.

7.2.5 Alargadera de vidrio de 45 cm<sup>3</sup> de la longitud.

7.2.6 Trampa Kjeldahl o cualquier otra trampa efectiva.

7.2.7 Dos conexiones de vidrio con llave.

7.2.8 Canasta de calentamiento.

## 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, no más de 50 mg de nitrógeno amoniacal.

### 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 todos los reactivos usados para la determinación, sin incluir la muestra.

### 9.3 Determinación

9.3.1 Transferir la porción de análisis al matraz (7.2.1), agregar 5 cm<sup>3</sup> de agua, y algunas perlas de vidrio.

9.3.2 Por separado agregar 50 cm<sup>3</sup> de disolución valorada de ácido sulfúrico (6.2) y 5 gotas de disolución indicadora (6.4), al frasco de absorción (7.2.2).

9.3.3 Ensamblar el aparato de destilación. (Véase figura).

Manteniendo el baño de agua a 313 K (40°C), y la llave 1 cerrada, evacuar el sistema, abriendo la llave 2 lentamente. (véase 11.1).

9.3.4 Agregar 20 cm<sup>3</sup> de disolución alcalina - alcohólica (6.1), a través del embudo de adición (7.2.3).

Abrir la llave 1 para admitir aire a través del frasco lavador de gases, el cual debe contener ácido sulfúrico concentrado, a una velocidad de una burbuja por segundo.

Abrir la llave 2 lentamente, hasta que la disolución hierva vigorosamente, pero no violentamente. (véase 11.2).

9.3.5 Terminar la destilación del amoniaco (aproximadamente 20 minutos), se cierra la llave 2 y se admite más aire, abriendo la llave 1.

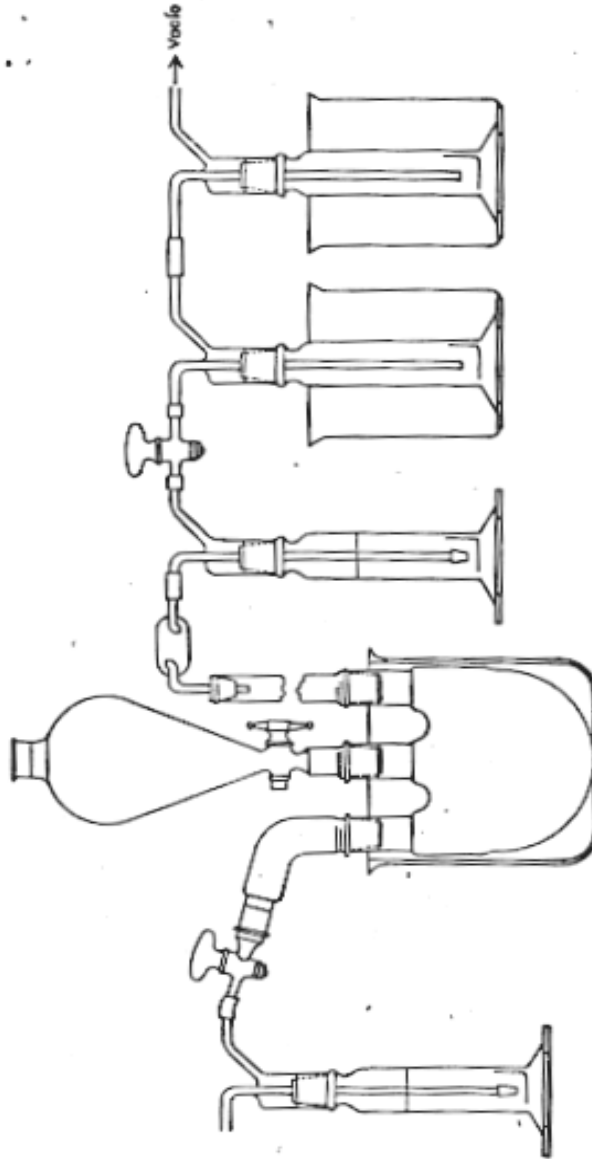
9.3.6 Desconectar y transferir el contenido del frasco de absorción (7.2.2) a un matraz Erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup>.

Titular el exceso de ácido con disolución valorada de hidróxido de sodio (6.3) hasta el vire de color rojo a amarillo.

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:



APARATO DE DESTILACION A PRESION REDUCIDA

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

En donde:

- $V_1$  Es el volumen, en  $\text{cm}^3$ , de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.2) empleado en la determinación.
- $N_1$  Es la normalidad de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.2).
- $V_2$  Es el volumen, en  $\text{cm}^3$ , de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.3) empleado en la determinación.
- $N_2$  Es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.3).
- $V_3$  Es el volumen en  $\text{cm}^3$ , de la disolución valorada de ácido sulfúrico (6.2) empleado en la prueba testigo.
- $V_4$  Es el volumen en  $\text{cm}^3$ , de la disolución valorada de hidróxido de sodio (6.3) empleado en la prueba testigo.
- 0.014 Es el miliequivalente del nitrógeno.
- m Es la masa, en gramos, de la porción de análisis.

## 10.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un analista no debe ser mayor de 0.015 unidades de por ciento de N. En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

## 11 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

11.1 Si se usa bomba de vacío, deben usarse dos trampas de hielo seco - acetona, entre el frasco de absorción y la bomba o línea de vacío.

Las trampas no son requeridas si se usa aspirador de agua.

Asegurarse que todo el sistema esté bien sellado.

11.2 El empleo de disolución alcalina - alcohólica es con el fin de evitar la hidrólisis de la urea.

Debe mantenerse la temperatura del baño de agua a 313 K ( $40^\circ\text{C}$ ). Para evitar la descomposición de la urea, a temperaturas mayores.

La llave 1 generalmente necesita ser ajustada otra vez para mantener la misma velocidad de aire admitido al sistema. Después de que la ebullición vigorosa inicial disminuye, se necesita poca regulación.

## 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 toma de la misma.
  - Fecha de recepción de la muestra.
  - Fecha de terminación de análisis.
- b) Referencia al método empleado.
- c) Resultados y método 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 T.V.A. Laboratory Manual. General Analytical Laboratory. Tennessee Valley Authority. Muscle Shoals. Alabama. 1976.17-21.

13.2 Chao, T.G. Urea Its Properties and manufacture, Chao's Institute. California. 1967. 104.

13.3 Viswanathan, T.S., Nagarajan, M., Haribabu, B. "Determinación de Nitrógeno amoniacal en presencia de urea", J. Assoc. Off. Anal. Chem. Vol. 63. No. 6. 1980. 1248-1253.

13.4 Morales Guerrero, S.F.J. Informe 5101200/82/134 Productos terminados.- Revisión de métodos para nitrógeno amoniacal en fertilizantes. Departamento de Control Químico. FERTIMEX. 1982.

Naucalpan de Juárez, Edo. de México, Abril 11 1983

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS



LIC. HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 17, 1983