



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-269-1984

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO
-FERILIZANTES-NITROGENO NITRICO-
METODO DE ELECTRODO SELECTIVO**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE
-FERTILIZERS- NITRIC NITROGEN-
SELECTIVE ELECTROD METHOD*

DIRRECCION GENERAL DE NORMAS

P R E F A C I O

En la elaboración de ésta norma, participaron los siguientes organismos:

- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODÓN.
- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACION, CERTIFICACION Y CAPACITACION.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS - DIRECCION 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 DEALMACENAMIENTO Y CONSERVACION.

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-FERTILIZANTES
-NITROGENO- -MÉTODO DEL ELECTRODO SELECTIVO

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-FERTILIZERS
NITRIC NITROGEN-SELECTIVE ELECTRODE METHOD

1 OBJETIVO

Esta Norma Mexicana establece un método potenciométrico para la determinación de nitrógeno nítrico en fertilizantes.

2 CAMPO DE APLICACION

El método descrito en la presente norma es aplicable a fertilizantes que contengan nitrógeno nítrico, en presencia o ausencia de urea.

3 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

MNX-Y-35 Método de muestreo para fertilizantes líquidos, en polvo y en gránulos.

4 PRINCIPIO

El método se basa en la determinación de nitrógeno nítrico, mediante el electrodo selectivo para nitratos.

5 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.

- 5.1 Disolución de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 1 + 1
- 5.2 Disolución de sulfato de amonio $(NH_4)_2SO_4$, 2 M
- 5.3 Disolución de sulfato de amonio $(NH_4)_2SO_4$, 0.04 M
- 5.4 Disolución patrón de nitratos de 100 μg de NO_3^-/cm^3

Pesar al 0.0001 g, exactamente 0.1647 g de nitrato de potasio (KNO_3) de pureza 99%, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm^3 llevar a la marca con agua y homogeneizar.

5.5 Papel filtro Whatman No. 40 o similar

6 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y:

6.1 Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g

6.2 Potenciómetro

6.3 Electrodo específico para iones nitrato.

6.4 Electrodo de doble unión llenado externamente con disolución de sulfato de amonio (5.3).

6.5 Agitador magnético.

7 MUESTREO Y MUESTRAS

Tomar la porción de análisis de la muestra de análisis obtenida de acuerdo a la Norma NMX-Y-35

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Porción de análisis

8.1.1 Pesar, al 0.0001 g, aproximadamente una cantidad de muestra que contenga 250 mg de ion nitrato.

8.2 Determinación

8.2.1 Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados de 400 cm^3 agregar 200 cm^3 de agua y 10 cm^3 de disolución de ácido sulfúrico (5.1). agitar con ayuda del agitador magnético (6.5), hasta disolución total.

8.2.2 Filtrar a través de papel filtro (5.5), recibiendo el filtrado en un matraz volumétrico de 500 cm³, lavar con 5 porciones de 10 cm³ de agua, dejando que pase el agua de lavado antes de agregar la siguiente porción. Llevar a la marca con agua y homogeneizar

8.2.3 Transferir una alícuota de 10 cm³ a un matraz volumétrico de 100 cm³, llevar a la marca con agua y homogeneizar

8.2.4 Transferir la disolución del matraz volumétrico a un vaso de precipitados de 150 cm³ y agregar 2 cm³ de disolución de sulfato de amonio (5.2) (ver nota 10.1.).

3.2.5 Ajustar el potenciómetro a cero milivolts (mV)~ empleando la disolución de 10 µg de ion nitrato.

8.2.6 Colocar el vaso de precipitados sobre la placa de agitación introducir los electrodos en la disolución y leer el potencial cuando el equilibrio esté establecido generalmente 3 ó 5 minutos (ver nota 10.2).

8.3.1 Curva de calibración

8.3.1 De la disolución patrón de nitratos (5.4) medir las alícuotas indicadas en la tabla 1.

T A B L A 1

ALICUOTAS PARA LA CURVA DE CALIBRACION

µ g de ion nitrato (NO ₃ ⁻)/cm ³	cm ³ de la disolución patrón de nitratos (5.4)
20	20
40	40
60	60
80	80
100	100

Transferir a sendos matraces volumétricos de 100 cm³, llevar a la marca con agua y homogeneizar.

8.3.2 Transferir las disoluciones obtenidas en 8.3.1 a sendos vasos de precipitados de 150 cm³ y agregar 2 cm³ de disolución de sulfato de amonio (5.2).

8.3.3 Realizar las lecturas correspondientes a cada disolución obtenida en 3.3.2, usando las mismas condiciones que en 8.2.5 y 8.2.6.

8.3.4 Elaborar una gráfica colocando como abscisas el logaritmo de la concentración en µ g de ion nitrato/cm³ y como ordenadas las lecturas de milivolts correspondientes; o bien,

en papel semilogarítmico utilizando la parte lineal para graficar los milivolts y la parte logarítmica para la concentración.

9 EXPRESIONES DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmulas

9.1.1 El contenido de nitrógeno nítrico en la muestra, expresado como porcentaje en masa de N se calcula con la siguiente expresión

$$\% N = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 0.22591}{m \times V_2 \times 1000} \times 100$$

en donde:

C Es la concentración, en μ g de ion nitrato (NO_3^-)/ cm^3 , leídos en la curva de calibración (8.2)

V_1 Es el volumen, en cm^3 , de la disolución de la porción de análisis (8.2.2)

V_2 Es el volumen en cm^3 , de la alicuota de la iluc-. (.2.3)

V_3 Es el volumen en cm^3 , de la dilución (8.2.3)

0.22591 Es el factor para convertir ión nitrato a nitrógeno.

m Es la masa, en miligramos, de la porción de análisis (8.1)

1000 Es el factor para convertir miligramos a microgramos.

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un analista, no debe ser mayor de 0.18 unidades de por ciento de N. En caso contrario, se recomienda repetir la determinación.

10 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

10.1 La disolución de sulfato de amonio (5.2) se usa como regulador de fuerza iónica y son necesarios 2 cm^3 de esta disolución por cada 100 cm^3 de la disolución problema.

10.2 Es importante mantener las mismas; condiciones en cada determinación, manteniendo la agitación y temperatura constantes principalmente. Las lecturas también deben realizarse siempre al mismo tiempo

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 la toma de la misma
 - Fecha de recepción
 - Fecha de terminación del análisis
- b) Referencia al método empleado
- c) Resultados y métodos de expresión usados
- d) Aspectos irregulares observados durante la terminación
- e) Indicar cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.

12 BIBLIOGRAFIA

- 12.1 Barbera, A. Determination of Nitrate Nitrogen in Compound Fertilizers. Journal of the AOAC. Vol. 60 No. 3. 1977. 706-707.
- 12.2 Morales, G.S. Informe 5101200/33/40. Revisión de métodos de nitrógeno nítrico en fertilizantes. Departamento de control Químico. Fertimex. 1983

México D. F. a 10 de Diciembre de 1984

EL DIRECTOR

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized initial 'H' followed by the name 'ector Vicente Bayardo Moreno' in a cursive script.

LIC HECTOR VICENTE BAYARDO MORENO