



**SECRETARIA DE COMERCIO  
Y**

**FOMENTO INDUSTRIAL**

**NORMA MEXICANA**

**NMX-Y-277-1985**

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-FERTILIZANTES  
DETERMINACION DE NITROGENO UREICO-METODO  
COLORIMETRICO**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-FERTILIZERS-UREIC  
NITROGEN DETERMINATION-COLORIMETRIC METHOD*

**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.  
Dirección 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 de Almacenamiento y Conservación.

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-FERTILIZANTES  
 DETERMINACION DE NITROGENO UREICO-METODO  
 COLORIMETRICO

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-FERTILIZERS-UREIC  
 NITROGEN DETERMINATION-COLORIMETRIC METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece un método colorimétrico directo para la determinación de nitrógeno uréico en fertilizantes.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NOM-Y-35 Método de muestreo para fertilizantes líquidos en polvos y en gránulos.

3 PRINCIPIO

En método se basa en la reacción que tiene la urea con el p-dimetilaminobenzaldehído formando un compuesto colorido, el cual es cuantificado colorimétricamente.

4 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.

- 4.1 Urea ( $\text{CH}_4\text{ON}_2$ ), 99.5 %.
- 4.2 Disolución de ácido clorhídrico (HCl), 36.38 %.
- 4.3 Alcohol etílico ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ), 95 %.
- 4.4 Disolución de ácido clorhídrico (HCl), (1 + 10).
- 4.5 Disolución de p-dimetilaminobenzaldehído.

Pesar, al 0.1 g, 2 g de p-dimetilaminobenzaldehído y transferir a un frasco de 250  $\text{cm}^3$ , agregar 100  $\text{cm}^3$  de alcohol (4.4) y 10  $\text{cm}^3$  de ácido clorhídrico (4.2). Dejar reposar la disolución 15 horas antes de usarla y desecharla después de una semana.

- 4.6 Disolución patrón de urea de 2 mg de  $\text{NH}_2\text{CONH}_2$  /  $\text{cm}^3$ .

Pesar, al 0.0001 g, 2.01 de urea (4.1) y transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm<sup>3</sup> disolver con 300 cm<sup>3</sup> de agua. Llevar a la marca con agua y homogeneizar.

NOTA: Si la pureza de la urea es diferente de 99.5 %, hacer los ajustes necesarios en la cantidad pesada de urea para obtener la concentración de la disolución especificada arriba.

4.7 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 0.3 N.

4.8 Disolución de ácido clorhídrico (HCl), 0.01 N.

4.9 Disolución indicadora de fenolftaleína, 0.1 %.

4.10 Papel filtro Whatman No. 2 ó similar.

## 5 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y :

5.1 Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.

5.2 Espectrofotómetro o fotocolorímetro capaz de trabajar a una longitud de onda de 440 nm y con celdas de absorción de 10 mm de espesor.

## 6 MUESTREO Y MUESTRAS

Extraer las porciones de análisis de la muestra obtenida de acuerdo a la norma NOM-Y-035.

## 7 PROCEDIMIENTO

7.1 Porción de análisis

Pesar, al 0.0001 g, aproximadamente 4 g de la muestra de análisis.

7.2 Determinación

7.2.1 Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup>, agregar 50 cm<sup>3</sup> de agua y disolver. Añadir 3 gotas de fenolftaleína (4.9) y, usando disolución de hidróxido de sodio (4.7) llevar a un color rosa tenue. Agregar disolución de ácido clorhídrico (4.8) gota a gota hasta que el color desaparezca.

7.2.2 Usando papel filtro (4.10), filtrar la disolución a un matraz volumétrico de 500 cm<sup>3</sup>, después de enjuagar con agua el vaso y el papel filtro, llevar a la marca con agua y homogeneizar.

7.2.3 Transferir una alícuota de 20 cm<sup>3</sup> a un matraz volumétrico de 50 cm<sup>3</sup> añadir 10 cm<sup>3</sup> de disolución de ácido clorhídrico (4.4), 10 cm<sup>3</sup> de disolución de p-dimetilaminobenzaldehído (4.5), llevar a la marca con agua y homogeneizar. Desarrollar el color por un lapso de 30 minutos.

7.2.4 Determinar la absorbancia de esta disolución en un espectrofotómetro (5.2), a 440 nm, usando celdas de 10 mm de espesor ajustando el cero de absorbancia con la disolución de menor concentración de la curva de calibración (7.3).

### 7.3 Curva de calibración

7.3.1 De la disolución patrón de urea (4.6), tomar alícuotas de 1, 3, 5, 10, 12 y 15 cm<sup>3</sup> en sendos matraces volumétricos de 50 cm<sup>3</sup> y proceder como se indica en 7.2.3 a partir de la adición de ácido clorhídrico. Usando las mismas condiciones que en 7.2.4, determinar las absorbancias y elaborar una gráfica colocando en las abscisas los mg de urea correspondientes a las alícuotas tomadas, es decir, 2, 6, 10, 20, 24 y 30. En las ordenadas colocar las respectivas absorbancias.

## 8 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

### 8.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de nitrógeno uréico en la muestra, expresado como porcentaje en masa, se calcula por medio de la siguiente expresión:

$$\% N_{\text{uréico}} = \frac{m_1 \times V_1 \times 0.4666}{m_o \times V_2} \times 100$$

en donde:

$m_o$  es la masa, en miligramos, de la porción de análisis.

$m_1$  es la masa, en miligramos, obtenida de la curva de calibración para la muestra de análisis.

$V_1$  es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución de la muestra de análisis.

$V_2$  es el volumen, en centímetros cúbicos, de la alícuota tomada de la disolución de la muestra de análisis.

0.4666 es el factor para sacar el contenido de nitrógeno en urea.

### 8.2 Repetibilidad

La diferencia entre dos resultados obtenidos por un mismo analista para diferentes porciones de análisis, no debe exceder de 0.81 unidades de por ciento de nitrógeno uréico. En caso contrario, se recomienda repetir la determinación.

## 9 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

9.1 Se sabe que el cloruro de amonio interfiere cuando su concentración es mayor a 10 moles por litro de urea.

9.2 El color es sensible a la temperatura, por lo que todas las disoluciones deben estar a la misma temperatura cuando sean preparadas y leídas en el aparato.

9.3 Es recomendable preparar para cada grupo de muestras, una curva de calibración para obtener resultados más precisos.

## 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 la toma de la misma.
  - Fecha de recepción.
  - Fecha de terminación de análisis.
- b) Referencia del método empleado.
- c) Resultados y forma de expresión usada.
- d) Aspectos irregulares observados durante la determinación.
- e) Cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.

## 11 BIBLIOGRAFIA

11.1 López, S.R.J., Informe 0701200/84/189. Revisión del método de nitrógeno uréico en fertilizantes. Departamento de Control Químico. Fertimex 1984.

11.2 Watt, G.W. & Crisp, J.D. Anal. Chem. 26, 452 (1954).

México, D.F., Noviembre 4, 1985

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'C. Saez Pueyo', written in a cursive style.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO