



# V TALLER SOBRE NORMALIZACIÓN PARA EVALUACIÓN DE ABONOS ORGÁNICOS Y MEJORADORES DE SUELO

PASO A PASO MÉTODO PARA DETERMINAR  
NITRÓGENO TOTAL EN FERTILIZANTES ORGÁNICOS

Carmen Ester Carrillo de Cori

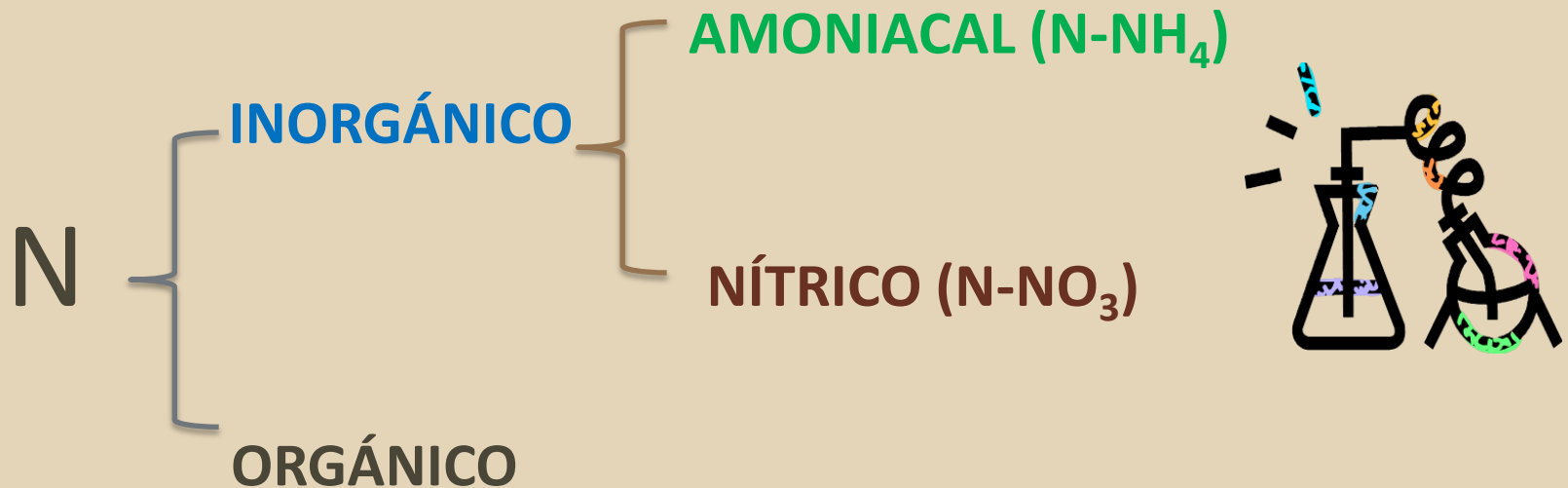
Facultad de Agronomía-UCV



San Cristóbal, 25 de octubre de 2014

*Primer Congreso venezolano de compostaje 23-25 de octubre de 2014*

# MÉTODOS PARA ANALIZAR NITRÓGENO



**AMONIACAL:** CONVERSIÓN DE SALES AMONIACALES en NH<sub>3</sub> MEDIANTE TRATAMIENTO CON NaOH. EL NH<sub>3</sub> SE DESTILA Y SE RECIBE EN ÁCIDO BÓRICO Y SE TITULA CON UNA SOLUCIÓN VALORADA DE UN ÁCIDO MINERAL FUERTE

**NÍTRICO + AMONIACAL:** REDUCCIÓN DE LOS NITRATOS MEDIANTE ALEACIÓN DEVARDA, EN MEDIO FUERTEMENTE ALCALINO. EL AMONÍACO PRODUCIDO SE DESTILA JUNTO CON EL N AMONIACAL, SE RECIBE Y TITULA COMO EN EL CASO ANTERIOR

# NITRÓGENO ORGÁNICO

## DIGESTIÓN

ORGÁNICO → INORGÁNICO

$\text{H}_2\text{SO}_4$  CONC + CATALIZ + ALTAS TEMPERATURAS

DETERMINACIÓN

# MÉTODO PARA DETERMINAR NITRÓGENO TOTAL EN FERTILIZANTES ORGÁNICOS

## ALCANCE Y APLICACIÓN

*SE DESCRIBE EL MÉTODO PARA DETERMINAR NITRÓGENO TOTAL EN COMPOST O MATERIALES ORGÁNICOS UTILIZADOS COMO MATERIAS PRIMAS PARA SU ELABORACIÓN.*

## DEFINICIÓN

NITRÓGENO TOTAL. ES AQUEL PROVENIENTE DE TODOS LOS COMPUESTOS NITROGENADOS, ORGÁNICOS E INORGÁNICOS, CONTENIDOS EN EL MATERIAL ANALIZADO

## RESUMEN DEL ENSAYO

**TODAS LAS FORMAS DE N**

**COMBUSTIÓN HÚMEDA CON ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO, EN PRESENCIA DE SALES QUE ELEVAN EL PUNTO DE EBULLICIÓN DEL ÁCIDO, Y DE SUSTANCIAS REDUCTORAS, CUANDO LA MUESTRA CONTIENE NITRÓGENO NÍTRICO**

**N AMONICAL**

SE RECIBE EN ÁCIDO BÓRICO,  
Y SE DETERMINA POR TITULACIÓN CON UNA SOLUCIÓN  
VALORADA DE UN ÁCIDO MINERAL FUERTE,  
EN PRESENCIA DE UN INDICADOR MIXTO

**EL PROCEDIMIENTO DESCRITO ES UN MÉTODO KJELDALH MACRO, APLICABLE A EQUIPOS TIPO TECATOR, DEBIÉNDOSE HACER LAS MODIFICACIONES CORRESPONDIENTES AL PESO DE LA MUESTRA, VOLUMEN DE AGUA Y REACTIVOS Y DEPENDIENDO DEL EQUIPO, ESTABLECER LAS CONDICIONES ADECUADAS (TIEMPO, TEMPERATURA, ENTRE OTRAS).**



## PROCEDIMIENTO PARA LA DETECCIÓN DE NITRATOS

MEZCLAR 5 g DE MUESTRA CON 25 mL DE AGUA CALIENTE Y FILTRAR. EN UN TUBO DE ENSAYO, A UN VOLUMEN DE ESTA SOLUCIÓN, AÑADIR DOS VOLÚMENES DE  $\text{H}_2\text{SO}_4$  LIBRE DE  $\text{HNO}_3$  Y ÓXIDOS DE N Y DEJAR ENFRIAR. AÑADIR UNAS GOTAS DE SOLUCIÓN DE  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , DE MODO QUE NO SE MEZCLEN LOS LÍQUIDOS.

***SI HAY NITRATOS, APARECERÁ UN ANILLO PÚRPURA (QUE PASA A MARRÓN) EN LA ZONA DE UNIÓN DE AMBOS LÍQUIDOS. SI HAY MUY POCO NITRATO, PASA A COLOR ROJIZO.***

A OTRA PORCIÓN DE FILTRADO, EN UN TUBO DE ENSAYO, AÑADIR 1 mL DE LA SOLUCIÓN DE NITRATO SÓDICO Y REPETIR EL ENSAYO PARA COMPROBAR SI SE AGREGÓ SUFICIENTE ÁCIDO SULFÚRICO EN LA PRIMERA PRUEBA.

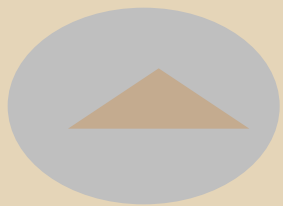
# PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

SEGÚN EL PROTOCOLO DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS, LA PREPARACIÓN DE LAS MISMAS, DEPENDE DE SI POSEEN O NO COMPUESTOS VOLÁTILES.

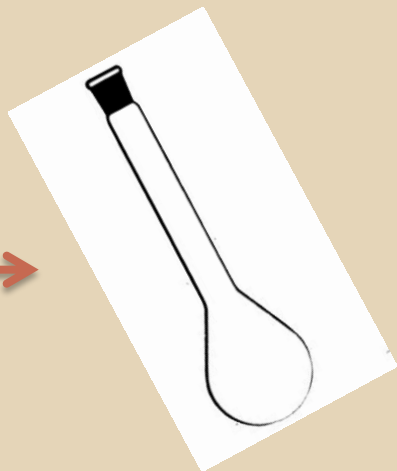
SI POSEEN COMPUESTOS VOLÁTILES, SE PESA LA MUESTRA TAL COMO SE RECIBE

SI NO POSEEN COMPUESTOS VOLÁTILES, SE PESA LA MUESTRA SECA A  $70 \pm 5$  GRADOS CENTÍGRADOS Y MOLIDA POR EL MÉTODO HARRISON HASTA POLVO FINO

# MUESTRAS QUE NO CONTIENEN NITRATOS

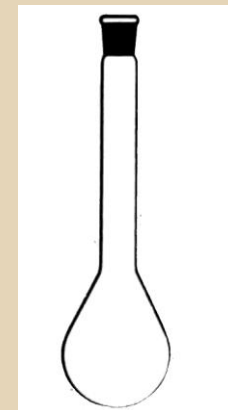


MUESTRA



+  $H_2SO_4$  +  $K_2SO_4$  ó  
 $K_2SO_4$

+DIGESTIÓN



DEJAR ENFRIAR

TEMPERATURA MODERADA  
HASTA QUE CESE LA  
ESPUMA. AUMENTAR LA  
TEMP. HASTA QUE ACLARE  
LA SOLUCIÓN: 1,5 A 2  
HORAS



AGUA CON HIELO



DESTILACIÓN





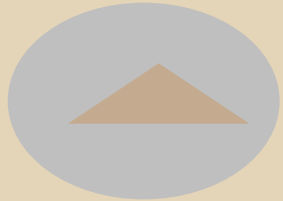
Avisos

Importante

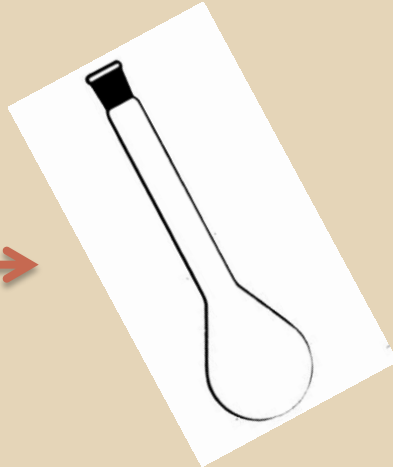
**SIMULTÁNEAMENTE, INCLUIR UN BLANCO A PARTIR  
DEL AÑADIDO DEL ÁCIDO SULFÚRICO  
CONCENTRADO**

**PARA SABER CÓMO ESTÁ TRABAJANDO EL  
SISTEMA, SE SUGIERE ANALIZAR COMO  
ESTÁNDAR UNA MUESTRA DE EDTA QUE  
CONTIENE 7,52% DE N ORGÁNICO**

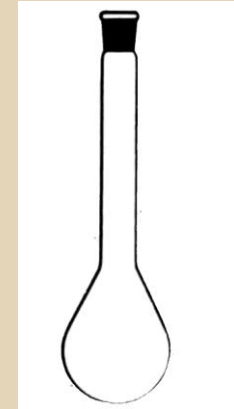
# MUESTRAS QUE CONTIENEN NITRATOS



MUESTRA



+  $H_2SO_4 + C_7H_6O_3$   
30 MINUTOS  
 $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$   
PREDIGESTIÓN



+  $K_2SO_4$   
+DIGESTIÓN



TEMPERATURA MODERADA  
HASTA QUE CESE LA  
ESPUMA. AUMENTAR LA  
TEMP. HASTA QUE ACLARE  
LA SOLUCIÓN: 1,5 A 2  
HORAS



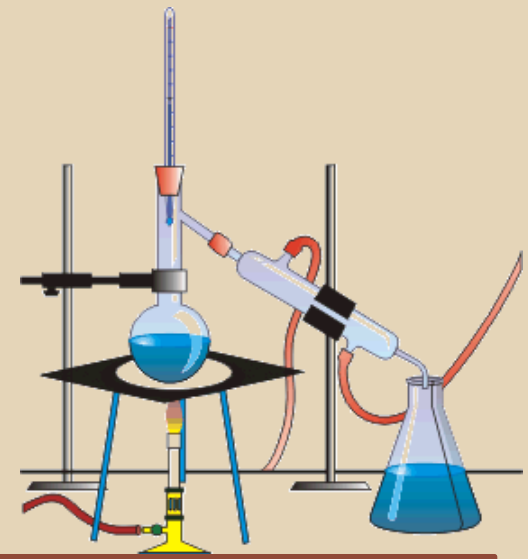
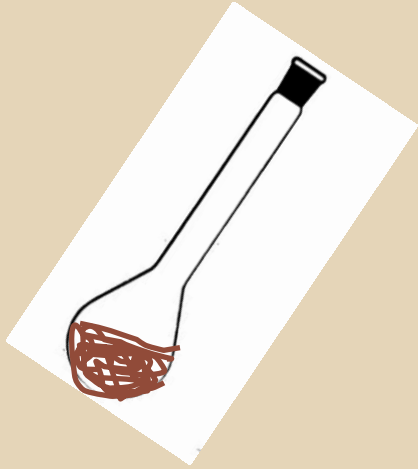
DESTILACIÓN



# DESTILADORES

PRODUCTO DE LA DIGESTIÓN

+ AGUA + NaOH  
+ PARAFINA +  
PERLAS DE VIDRIO  
O PIEDRA PÓMEZ  
(REGULARIZAR LA  
EBULLICIÓN)



**DESTILADOR ORIGINAL  
(GAS)**



**ELÉCTRICO  
(MACRO)**



**DESTILADOR Y  
TITULADOR  
AUTOMÁTICO**

# SOLUCIÓN RECEPTORA

ÁCIDO  
BÓRICO+INDICADOR  
MIXTO



$H_3BO_3$ +VERDE DE  
BROMOCRESOL+ROJO DE  
METILO



DESTILACIÓN

$\text{NH}_3$

$\text{H}_3\text{BO}_3$

TITULACIÓN

$\text{H}_2\text{SO}_4$



TITULACIÓN



# CÁLCULOS

$$\% \text{ N Total} = \frac{(A-B) \times M \times 1,4007}{P_m} \quad (1)$$

$$\% \text{ N Total} = \frac{(A-B) \times M \times 2,8014}{P_m} \quad (2)$$

Donde:

A= mL de ácido consumidos en la titulación de la muestra

B= mL de ácido consumidos en la titulación del blanco

M= Molaridad del ácido utilizado en la titulación

P<sub>m</sub>= peso de la muestra en gramos

(1): Cuando se utiliza HCl en la titulación

(2): Cuando se utiliza H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en la titulación

# OTRA OPCIÓN

DETERMINAR N NÍTRICO + AMONIACAL  
EXTRACCIÓN CON KCl

DETERMINAR N AMONIACAL  
POR DIFERENCIA OBTENER N NÍTRICO

APLICAR EL MÉTODO DE N TOTAL SIN REDUCIR LOS NITRATOS

$N \text{ TOTAL SIN NITRATOS} + N \text{ NÍTRICO} = N \text{ TOTAL INCLUYENDO NITRATOS}$

# BIBLIOGRAFÍA

**Bremner, J. M. y C. S. Mulvaney. 1982.** Nitrogen. Total. *In: Methods of soil analysis. Part 2. Chemical and microbiological properties. Agronomy 9.*

ASA.SSSA, Madison, Wis. USA. pp:595-624

**Carrillo de Cori, C. ; Arvelo de V., C, Ruiz M., Zaragoza M., Castillo L., Escalona J., Arteaga, E., Cañizales C., Arrieche B., Gamboa O., Durán L, Pérez A.,**

**Arrieche I., Saume L.** Definición de los métodos para analizar nitrógeno total en fertilizantes. VENESUELOS, 6 (1 y 2): 33-38.1998

**Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists**  
**AOAC1997.16<sup>th</sup> Ed. pp.12-15**



**MUCHAS GRACIAS**