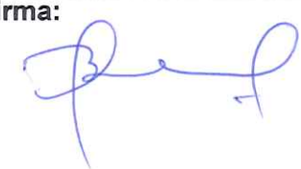
DETERMINACIÓN DE NITROGENO AMONIACAL EN PRODUCTO FERTILIZANTE

ELABORADO POR	VERIFICADO POR	APROBADO POR
Nombre y Apellido: Téc. Lilian Arce Lic. Carmen Lugo Lic. Leyla Díaz	**Nombre y Apellido:** Lic. Olga Pavón	**Nombre y Apellido:** Ing. Agr. Carmen Berni
Cargo: Técnica de LCCFERT Técnica de LCCPF Jefa de DLQ	**Cargo:** Directora de Laboratorios	**Cargo:** Directora General Técnica
Firma:  **Fecha:** 01/10/2026	**Firma:**  **Fecha:** 02/10/2026	**Firma:**  Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078 **Fecha:** 05/10/2026

1. OBJETIVO

Describir los pasos para la determinación el contenido de nitrógeno amoniacal en fertilizantes mediante destilación y titulación, a fin de asegurar la aplicación uniforme del método de ensayo y la confiabilidad de los resultados.

2. ALCANCE

Este instructivo aplica al ensayo para la determinación del contenido de nitrógeno amoniacal en fertilizantes desde la preparación de soluciones hasta la expresión de resultados, realizado en el Laboratorio de Control de Calidad de Productos Fertilizantes.

3. DOCUMENTO DE REFERENCIA

Norma Venezolana COVENIN 1139:2018 Determinación Del Nitrógeno Amoniacal (Método De Destilación). 1ra. Revisión

4. SIGLAS

4.1. DLQ: Departamento de Laboratorios Químicos

4.2. HCl: Ácido Clorhídrico

4.3. H_2SO_4: Ácido Sulfúrico

4.4. N: Nitrógeno

4.5. ppm: partes por millón, corresponde a mg. L^{-1} o mg. Kg^{-1}

4.6. Std: Estándar

5. RESPONSABLES

El jefe del DLQ es responsable de asegurar la implementación y el cumplimiento del presente instructivo. El personal técnico es responsable de ejecutar el ensayo de acuerdo con las instrucciones establecidas y de registrar los resultados obtenidos.

6. ACTIVIDADES

6.1 Equipos, Materiales y Reactivos:

6.1.1. Equipos

a. Destilador Kjeldhal

b. Balanza analítica

c. Campana Extractora de gases

6.1.2. Materiales

a. Tubos de Kjeldahl de 300mL

b. Buretas

c. Erlenmeyer de 250mL

d. Probeta de 50mL y 100mL

e. Soporte universal

6.1.3. Reactivos

a. Ácido bórico (H_3BO_3) p.a.

b. Ácido clorhídrico (HCl) p.a.

c. Ácido sulfúrico (H_2SO_4) p.a.

d. Alcohol etílico (C_2H_5OH) 95%

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

mecip 2015

e. Carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) p.a.

f. Hidróxido de sodio (NaOH) p.a.

g. Indicador rojo de metilo ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) p.a.

h. Indicador verde de bromocresol ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$) o Azul de metileno ($C_{16}H_{18}N_3ClS$)

i. Sulfato de amonio ($(NH_4)_2SO_4$) p.a.

6.2 Preparación de soluciones

6.2.1. Solución de hidróxido de sodio al 32% p/v: Pesar 320g de NaOH y transferirlos a un vaso de precipitado de 1000mL donde se han colocado aproximadamente 400mL de agua destilada, disolver el NaOH, dejar enfriar y completar el volumen a 1 litro. Agitar para homogenizar la solución.

6.2.2. Solución de ácido bórico al 2% p/v: Pesar 20g de H_3BO_3, transferirlos a un vaso de precipitado de 100mL, añadir 400mL de agua destilada y agitar hasta la disolución del reactivo. Completar con agua destilada hasta 1000mL, agregar la solución indicadora. Agitar para homogenizar la solución y ajustar el pH a 4,65 añadiendo HCl o NaOH diluidos.

6.2.3. Verde de bromocresol + rojo de metilo: Pesar 0,5 g de verde de bromocresol y 0,1 g de rojo de metilo y transferirlos matraz aforado de 100 mL, disolver y enrasar con C_2H_5OH al 95%. Agitar, filtrar la solución y ajustar el pH a 4,5 añadiendo HCl o NaOH diluidos. Almacenar en frasco color ámbar.

6.2.4. Azul de metileno + rojo de metilo: Pesar 0,125 g de rojo de metilo y 0,0825 g de azul de metileno en un matraz aforado de 100 mL, disolver y llevar a volumen con C_2H_5OH al 95%. Almacenar en frasco color ámbar.

6.2.5. Rojo de metilo 0,1%: Pesar 0,1 g de rojo de metilo en un matraz aforado de 100 mL, disolver y llevar a volumen con C_2H_5OH al 95%.

6.2.6. Ácido clorhídrico 0,2N: Medir 16,6 mL de HCl concentrado y transferirlos a un matraz aforado de 1000 mL donde se ha colocado un volumen aproximado de 400 mL de agua destilada, enrasar y homogenizar. Valorar con Na_2CO_3, previamente secado en estufa a 105°C durante 1 hora, utilizando 3 gotas del indicador rojo de metilo al 0,1%.

6.2.7. Ácido sulfúrico 0,2N: Medir 5,5 mL de H_2SO_4 concentrado y transferirlos cuidadosamente a un matraz aforado de 1000 mL donde se ha colocado un volumen aproximado de 400 mL de agua destilada, enrasar y homogenizar la solución. Valorar con Na_2CO_3, previamente secado en estufa a 105°C durante 1 hora, utilizando 3 gotas del indicador rojo de metilo al 0,1%.

6.3 Estandarización del ácido:

a) Pesar 0,1 g de Na_2CO_3, previamente secado en estufa a 105°C durante 1 hora, en Erlenmeyer y agregar 50 mL de agua destilada.

b) Adicionar 3 gotas de indicador rojo de metilo y titular hasta que se produzca el viraje del indicador de amarillo a rojo.

c) Llevar a calentamiento hasta la primera ebullición, si cambia del color rojo a naranja, se deja enfriar y se continúa titulando hasta que el viraje del color rojo sea constante durante el calentamiento.

d) Realizar la titulación por triplicado y tomar el promedio como valor de normalidad. La fórmula para determinar la concentración normal del ácido es:

$$Concentración\ N\ del\ Ácido = \frac{masa\ del\ Na2C03\ (g) x\ 1000}{52{,}994\ x\ Volumen\ de\ acido\ consumido\ (ml)}$$

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

mecip 2015

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Donde: 52,994 es el equivalente gramo del Na_2CO_3

e) Realizar por triplicado. Si el coeficiente de variación de los triplicados supera el 2%, repetir el procedimiento una vez más.

6.4 Preparación de la muestra

a) Pesar una cantidad aproximada de 0,1 g a 0,2 g de muestra y transferirla cuantitativamente a un tubo de Kjeldahl. Las muestras sólidas heterogéneas deben ser trituradas y homogenizadas antes de pesarlas;

b) Colocar el tubo en el equipo de destilación seleccionar el método Nitrógeno Amoniacal, el equipo añadirá 100mL de agua destilada o un volumen menor, dependiendo de la capacidad del balón de Kjeldahl;

c) Preparar simultáneamente un blanco que contiene todos los reactivos, menos la muestra y que se someterá al mismo procedimiento analítico;

d) Analizar simultáneamente como otra muestra un reactivo estándar grado analítico, para verificar la recuperación del método. Por ejemplo, puede utilizarse el $(NH_4)_2SO_4$ previamente secado a 105°C por 2 horas y calcular el porcentaje de recuperación mediante la fórmula:

$$\%Rec=\frac{\%\,N}{21.20}x100$$

Donde:

% Rec; es el porcentaje de recuperación del nitrógeno amoniacal en el estándar.

% N; es el porcentaje de nitrógeno amoniacal obtenido en el análisis.

21,20; es el porcentaje de nitrógeno amoniacal teórico en el $(NH_4)_2SO_4$; éste debe ser modificado, de acuerdo a la pureza del estándar.

El porcentaje de recuperación se considera aceptable si varía entre 96 y 104%.

e) Para la recepción del amoniaco, el equipo añadirá 100 mL de la solución de H_3BO_3 al vaso receptor;

f) El equipo añadirá 20 mL de NaOH al 32% e iniciará la destilación e incrementará la temperatura generando vapor. Destilar aproximadamente 200 mL

g) El equipo titulará con HCl ó H_2SO4 0,2N hasta punto final.

6.5 Expresión de los resultados

Los resultados se expresan como porcentaje de nitrógeno amoniacal contenido en el fertilizante, calculado de la siguiente manera:

$$\%\ N_{total}=\frac{(A-B)\ x\ N\ x\ 1,4007}{M}$$

Donde:

% N: es el contenido de nitrógeno amoniacal expresado en porcentaje;

A: es el volumen (expresado en mL) de ácido consumido en la titulación de la muestra;

Lic. Carmen Lugo SENAVE

Lic. Olga Pavón SENAVE

Téc. Lilian Arce SENAVE

Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078

mecip 2015

Msc. Leyla Sofía Díaz Lic. Química - R.P.N° 497 Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

B: es el volumen (expresado en mL) de ácido consumido en la titulación del blanco;

N: es la normalidad del ácido utilizado en la titulación;

M: es el peso de la muestra en gramos;

1,4007: es el factor que incluye peso equivalente del nitrógeno y la conversión a porcentaje.

7. CONTROL DE CAMBIOS

Ítem	Página	Cambios
---	---	---

8. DOCUMENTOS

Nombre del documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición final
Planilla de cálculo de Nitrógeno	FOR-DLQ-036	Sala de archivos	Jefe y Técnicos	5 años	Eliminación
Protocolo de trabajo del Laboratorio de Control de Calidad de Fertilizantes	FOR-DLQ-015	Sala de archivos; SILAB	Jefe y Técnico	5 años	Eliminación
Informe de resultado de ensayos	FOR-DLQ-019	Sala de archivos; SILAB	Jefe y Técnico	5 años	Eliminación

9. APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

APROBACIÓN POR LA DGT	
Nombre y Apellido	Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078
Fecha	05/10/20
Vigencia	El presente documento será de aplicación a partir del día hábil siguiente a la fecha de su aprobación.

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma - R.P.N° 8.544

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

Lic. Carmen Lugo
SENAVE