

El tamizado no debe ser prolongado más tiempo que el necesario, tratando de evitar que las partículas se disgreguen por frotación sobre los tamices.

7.4 Cálculos

$$\text{Grado de finura} = \frac{P_1}{P} \times 100$$

siendo:

P = peso de la muestra inicial.

P₁ = peso de la muestra retenida en el tamiz de luz = i.

Expresión de los resultados:

Partículas comprendidas entre:

Luz de malla > 25: M %.

Luz de malla entre 25 y 10 mm: N %.

Luz de malla entre 10 y 5 mm: U %.

Luz de malla entre 5 y 4 mm: X %.

Luz de malla entre 4 y 1 mm: Y %.

Luz de malla < 1 mm: Z %.

Pérdidas por tamizado o error de cierre = 100 - suma distintos porcentajes (M + N + U + X + Y + Z) %.

7.5 Bibliografía

1. *Métodos Oficiales de Análisis de Fertilizantes*. Ministerio de Agricultura. Madrid, 1974.

2. Ministère d'Agriculture Belge, *Méthodes de convention pour l'analyse des engrais et des amendements du sol, partie II. Amendements du sol* (1971).

8. NITRÓGENO TOTAL

8.1 Principio

Transformar el nitrógeno orgánico en sulfato de amonio por ebullición con ácido sulfúrico concentrado, previa reducción del nitrógeno nítrico a amoniaco y destilar en medio alcalino todo el N amoniaco así formado, que se valora con un ácido de titulación conocida.

8.2 Material y aparatos

8.2.1 Matrazes Kjeldahl de 500 a 800 ml.

8.2.2 Aparato de destilación.

8.3 Reactivos

8.3.1 Ácido sulfúrico concentrado.

8.3.2 Ácido salicílico-ácido sulfúrico: Disolver 25 g de ácido salicílico en un litro de ácido sulfúrico concentrado.

8.3.3 Tiosulfato de sodio sólido.

8.3.4 Mezcla catalítica: Mezclar íntimamente 80 g de sulfato potásico, 20 g de sulfato de cobre y 2 g de selenio.

8.3.5 Solución de hidróxido de sodio al 30 por 100.

8.3.6 Solución de fenoltaleína al 1 por 100 en etanol.

8.3.7 Solución acuosa de ácido bórico al 2 por 100.

8.3.8 Indicador. Disolver 0,125 g de rojo de metilo y 0,080 g de azul de metileno en 100 ml de etanol.

8.3.9 Ácido sulfúrico o clorhídrico 0,1 N.

8.4 Procedimiento

Pesar de 0,2 a 2 g de la muestra (que contenga una cantidad igual o menor de 60 mg de N-nítrico), ponerlos en matraz Kjeldahl y añadir 10 ml de reactivo salicílico-sulfúrico, agitar para que se moje toda la muestra y dejar en reposo treinta minutos; añadir 1 g de tiosulfato sódico sólido y agitar; esperar quince minutos y añadir entre 10 y 15 ml de ácido sulfúrico concentrado y alrededor de 5 g de mezcla catalítica.

Colocar el matraz en el dispositivo de calentamiento que cumpla 6 (a).6.1 en cinco minutos. Calentar durante cinco minutos hasta que desaparezcan los humos blancos. Agitar suavemente por rotación y proseguir la digestión hasta que la solución se vuelva clara (lo que suele ocurrir en sesenta minutos).

Enfriar, añadir con precaución 200 ml de agua; volver a enfriar, añadir tres-cinco gotas de fenoltaleína y solución de NaOH al 30 por 100 hasta color rojo.

Inmediatamente conectar el matraz al aparato de destilación teniendo sumergido el extremo de la alargadera en un matraz Erlenmeyer o vaso conteniendo 20 ml de ácido bórico y tres-cuatro gotas de indicador.

Destilar todo el amoniaco (lo que suele ocurrir con 150 ml de destilado). Valorar el contenido del Erlenmeyer con ácido 0,1 N. El viraje es de verde a rojo burdeos.

8.5 Cálculo

$$\text{Porcentaje N} = \frac{V \times 0,14}{P}$$

siendo:

V = Volumen, en ml, de ácido 0,1 N consumidos.

P = Peso, en gramos, de la muestra.

8.6 Observaciones

Pueden utilizarse equipos de digestión con termorregulación y de destilación con arrastre por aire o por vapor de agua con adición semiautomática de reactivos.

8.7 Referencias

Métodos oficiales de análisis de fertilizantes del Ministerio de Agricultura. Año 1977.

9. NITRÓGENO AMÍDICO (UREICO)

9.1 Principio

Este método se basa en la hidrólisis enzimática de la urea a carbonato de amonio y su valoración, previa eliminación de calcio y fosfatos.

9.2 Material y aparatos

9.2.1 Papel Albet número 242 o similar.

9.2.2 ph-metro.

9.3 Reactivos

9.3.1 Solución de ácido clorhídrico 0,1 N.

9.3.2 Solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

9.3.3 Solución de ácido clorhídrico 2 N.

9.3.4 Solución de carbonato de sodio al 10 por 100.

9.3.5 Solución saturada de hidróxido de bario.

9.3.6 Ureasa liofilizada. MERCK Ref. 8.489 o equivalente. Comprobar su actividad enzimática periódicamente y guardar a temperatura inferior a 4 ° C. Utilizarla en suspensión recién preparada.

9.3.7 Disolución neutra de ureasa. Preparar una suspensión de ureasa en agua destilada al 0,25 por 100 y neutralizar a pH = 4,4.

9.4 Procedimiento

Tomar 10 g de muestra, pesados con precisión de 1 mg e introducirlos en un matraz aforado de 250 ml, llevar a volumen con agua destilada, agitar quince minutos y filtrar sobre papel Albet 242 o similar. Tomar con pipeta 50 ml de la solución filtrada y pasarlos a un matraz aforado de 500 ml.

Añadir suficiente solución saturada de hidróxido de bario para precipitar los fosfatos, dejar sedimentar y comprobar si la precipitación fue completa.

Añadir solución de carbonato de sodio para precipitar el exceso de bario y cualquier sal de calcio soluble. Dejar sedimentar y comprobar de nuevo si la precipitación fue completa.

Mezclar y llevar a volumen. Filtrar sobre papel seco Albet 242 o similar y trasvasar 50 ml de filtrado a un matraz Erlenmeyer de 250 ml, neutralizar con solución de ácido clorhídrico 2 N y añadir dos o tres gotas en exceso. Neutralizar la disolución con hidróxido de sodio 0,1 N hasta pH = 4,4.

Añadir a cada muestra 20 ml de suspensión de ureasa, tapar con tapón de goma y dejar en reposo durante una hora a 20-25 ° C. Enfriar a 0 ° C y valorar con ácido clorhídrico 0,1 N añadiendo un exceso de este reactivo y valorar por retroceso con hidróxido de sodio 0,1 N hasta pH = 4,4. Anotar el volumen total, en ml añadido de ácido clorhídrico 0,1 N(A) y de hidróxido de sodio 0,1 N(B).

9.5 Cálculos

$$\text{Porcentaje N ureico} = \frac{(A - B) \cdot 0,1 \cdot 14,008 \cdot 100}{1,000 \text{ g. muestra valorada}}$$

$$= \frac{(A - B) \times 0,14008}{\text{g muestra valorada}}$$

9.6 Referencias

Métodos de análisis AOAC, 13.^a edición, 1980, números 2.080 y 2.081.

10. NITRÓGENO NÍTRICO (Método de Robertson)

10.1 Principio

Determinar el N total y el N insoluble en agua. La diferencia entre ambos es el N soluble.

En la disolución de Nd soluble eliminar el N nítrico al estado de óxido nítrico por medio de sulfato de hierro (II). Una vez eliminado, determinar el N total en el residuo y la diferencia entre el N soluble y este último es el N nítrico.

Aplicable en presencia de cianamida cálcica y urea.