



ALAP

ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS

NORMA IRAM-SAGyP

29572

2018-10-19

Determinación de
nitrógeno en suelo por
el método Kjeldahl
modificado



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

Principio

- «Se realiza una digestión de la materia orgánica por calentamiento de la muestra con ácido sulfúrico y catalizadores que promueven su oxidación y la conversión del nitrógeno orgánico a amonio»
- «En la destilación, el digesto se alcaliniza y el amoníaco que se desprende se arrastra mediante vapor, se recoge en una solución de ácido bórico y se titula con una solución valorada de ácido sulfúrico»



Fundamento

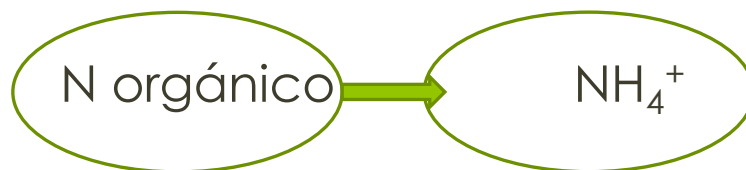
➤ Nitrógeno orgánico N

➤ Agente oxidante: $\text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{SO}_3 + \text{H}_2\text{O}$



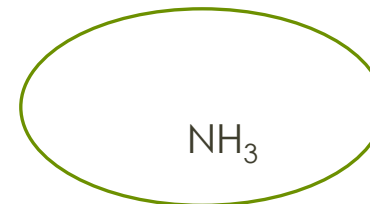
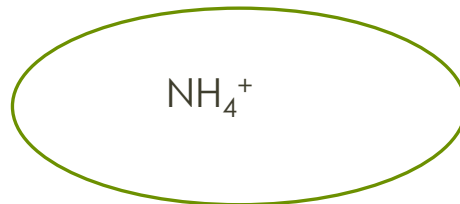
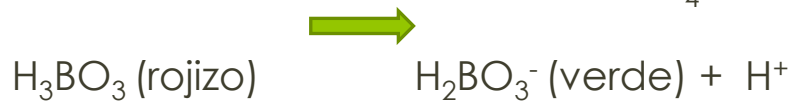
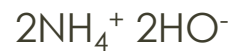
340 a
410°C

El Nitrógeno de la MO se hidroliza y pasa a NH_3 que ante el **exceso** de H_2SO_4 forma su sal de amonio





- Al neutralizar con NaOH el amonio pasa a amoníaco y es arrastrado por el vapor de agua



Objeto y campo de aplicación

- «Esta norma describe un método para cuantificar nitrógeno orgánico en muestras de **todo** tipo de suelo de uso agropecuario»



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

- Preparación de la muestra
- Digestión
- Destilación
- Titulación
- Cálculos
- Escala micro
- Controles/Consideraciones



Calidad ambiental – Calidad del suelo

Pretratamiento de muestras de suelo de uso agropecuario para análisis físicos y químicos con secado en estufa

Environmental quality
Soil quality
Pretreatment of soil samples of agricultural use for physical and chemical analysis with oven drying

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

- Recepción e identificación de la muestra
- Reducción del tamaño de la muestra (cuarteo)
- Secado 40°C +/-5°C
- Tamizado triturado y remoción de material grueso
- Molienda fina 2 mm
- División de muestras
- IRAM/SAGyP 29572: «se porfiriza una fracción hasta que pase por un tamiz de **0,5 mm**»



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

Digestión» Digestión de la Materia orgánica por calentamiento de la muestra con ácido sulfúrico y catalizadores que promueven su oxidación y la conversión de nitrógeno orgánico a amonio»

- «Se pesan entre 0,25 g y 0,50 g +/-0,01 g»
- «Agregar 1,0 g de mezcla catalítica»
- «Añadir 3 ml Ácido sulfúrico concentrado»
- «Colocar en el digestor y se calienta a $390^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ hasta que la mezcla de digestión alcance un color verde claro (aproximadamente 30 min a 40 min), cuidando que los vapores desprendidos se condensen **en el primer tercio** del cuello del tubo de digestión»
- «Se deja **entibiar** el tubo y agitando suavemente se añaden 20 ml de agua»
- «Dejar enfriar»





ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

- Equipo de digestión: «capaz de alcanzar una temperatura de 400°C»
- **Temperatura** de digestión entre 340°C y 410°C
(L. Marban-S.Ratto) Es cuando se disocia el H_2SO_4 a SO_3 y H_2O
- Evitar que **cristalice** el precipitado



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario





Foto: J.Grub





Foto:
M.Tommasi



Foto: M.Tommasi

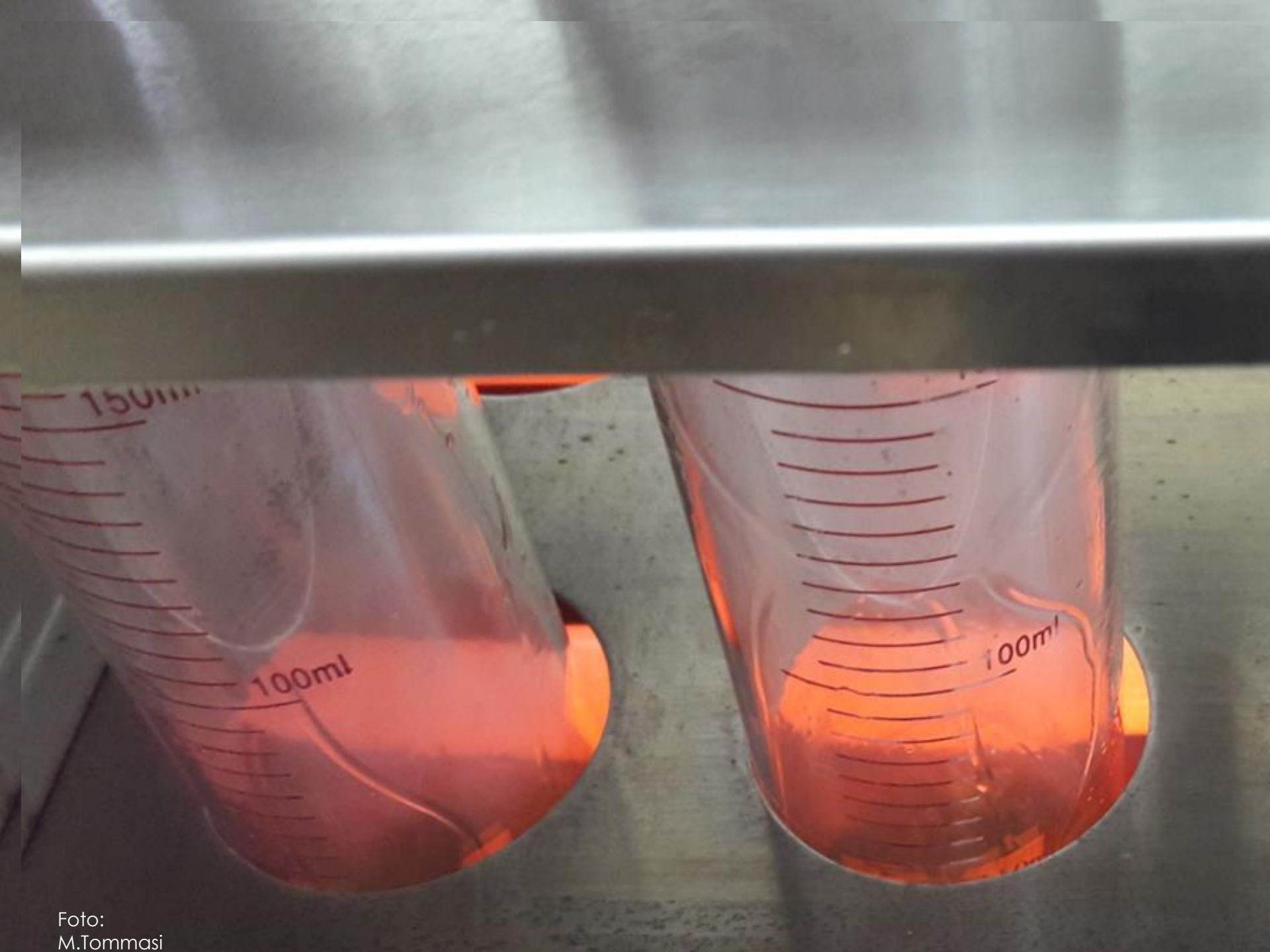


Foto:
M.Tommasi



Foto:
M.Tommasi

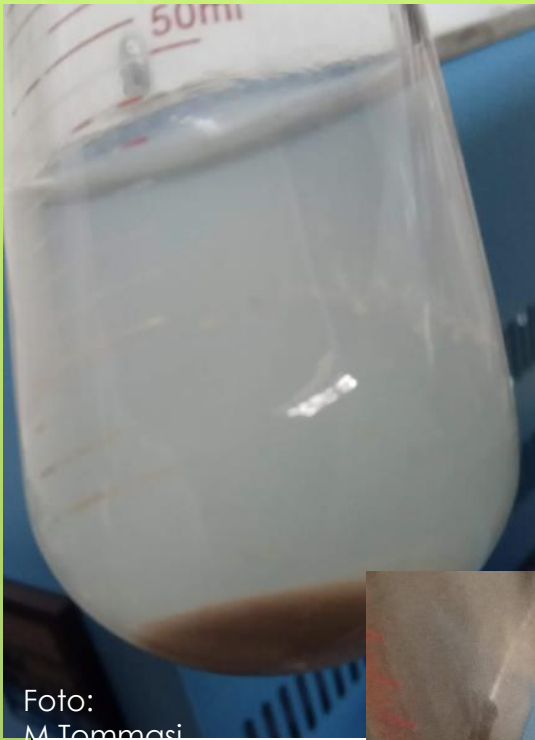


Foto:
M. Tommasi



Foto:
M. Tommasi

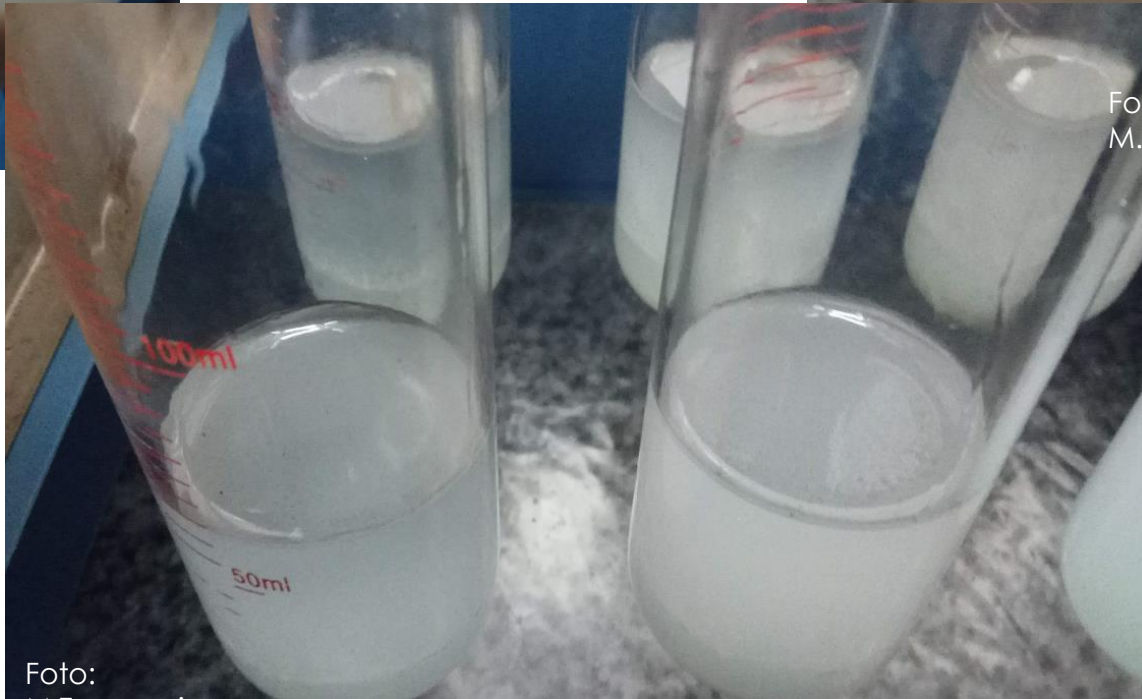


Foto:
M. Tommasi



Foto:
M.L.Galetto



Foto:S.Fort
e



Foto:
C.Traficante



Destilación

- «El digesto se alcaliniza y el amoníaco que se desprende se arrastra mediante vapor y se recoge en una solución de ácido bórico»
- «Se agregan con cuidado y por las paredes del tubo 20 +/- 0,02 ml de solución de hidroxido de sodio 10 mol/l y se conecta inmediatamente al destilador»
- «En un erlenmeyer de 150 ml de capacidad se agregan 20 +/- 0,02 ml de solución de ácido bórico 2% y 4 ó 5 gotas de la solución indicadora mixta **seleccionada**»
- «Se coloca el erlenmeyer a la salida del condensador del destilador de manera que el extremo del condensador quede **bajo** la superficie de la solución (como mínimo un centímetro)
- «Se destila hasta un volumen de **100 a 120 ml** del condensado»
- «Se verifica que el destilado salga a temperatura ambiente»





Foto:
M.Souilla

Foto:
M.Souilla



Foto:
C.Traficante

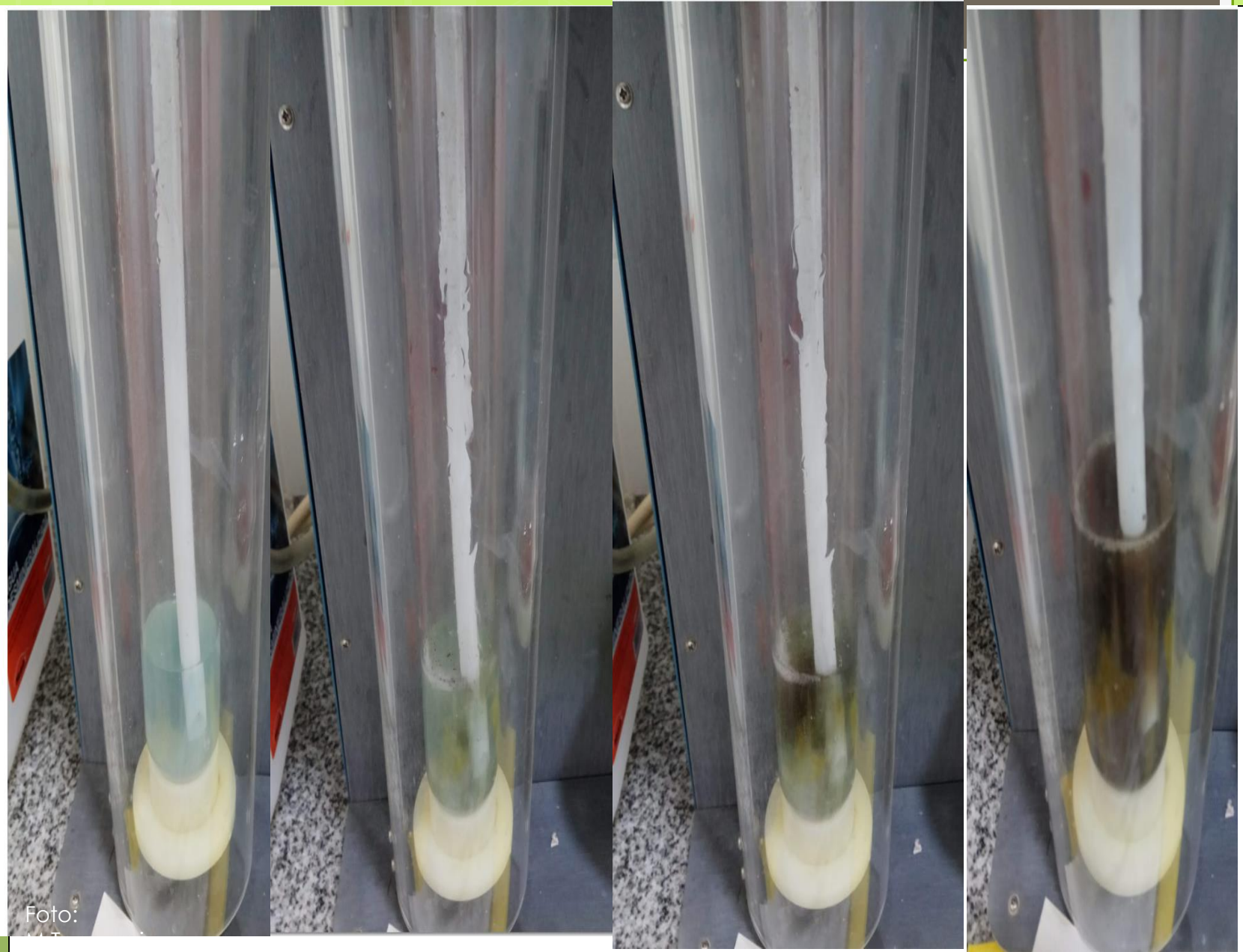


Foto:
M.T.



Foto: M.Tommasi



Foto:
M.Tommasi



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
ACROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario



Foto: S.Forte





Reactivos:

- Solución indicadora A
0,1 g verde bromocresol y 0,07 g de rojo de metilo
Pasa del **verde a gris neutro**
- Solución indicadora B
0,015g azul de metileno y 0,02 g rojo de metilo
Pasa del **verde al violeta**

IMPORTANTE controlar el pH del ácido bórico para que esté en el rango de viraje **pH 4,5** (Jackson, M. L. 1976. Análisis químico de suelos. 3ª ed. Ediciones Omega, S.A. ISBN: 84-282-0261-3. 662)



Titulación/Cuantificación «Se titula con una solución valorada de ácido sulfúrico»

- «Se cuantifica por titulación volumétrica con solución valorada de ácido sulfúrico **0,01 mol/l** hasta el viraje del color del destilado, **respetando el color** obtenido en la titulación del **blanco** de destilación»
- «Se registra el consumo en mililitros de la solución valorada de ácido sulfúrico en el ensayo en blanco (blanco de reactivos, V_b) y en las muestras de suelo (V_m)»

Foto:
M.Tommasi

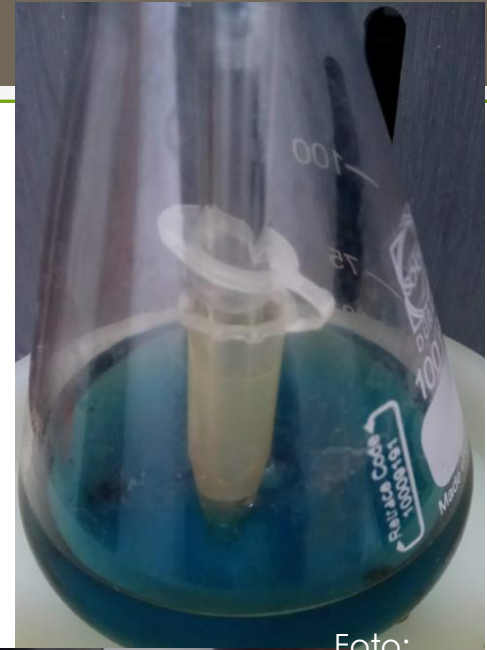
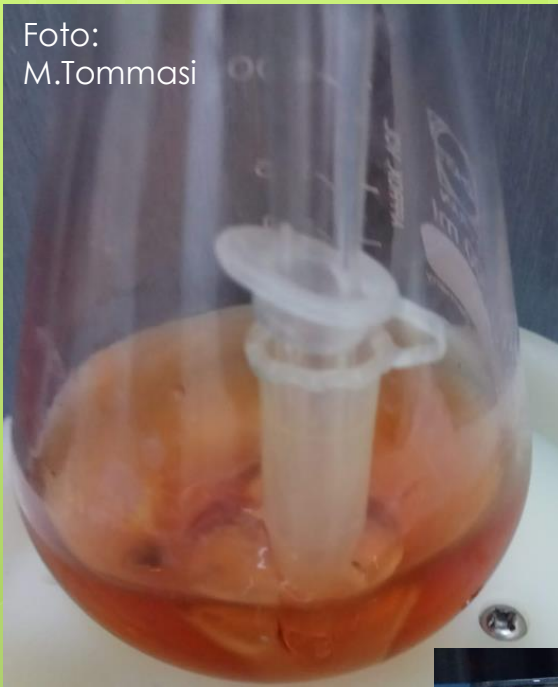


Foto:
M.Tommasi



Foto:





ALICUOTA	2			
COLORACION	10 ml. Agua	2 ml. Reactivo de Nessler (20)	Potassium iodide (20)	
	20 ml. NaOH 40%		5 ml. Tetrathionate (20)	

Foto:
C.Traficante



Foto:
C.Traficante



Foto:
C. Traficante



Foto: S.Forte



Cálculos :

$$\ll N=(V_m-V_b).C(H^+).14/m \gg$$

- **N:** contenido de nitrógeno, en **miligramos por gramo**
- **V_m:** el volumen de la solución valorada de ácido sulfúrico 0,01 mol/l consumido en la valoración de la muestra de ensayo en mililitros
- **V_b:** el volumen de la solución valorada de ácido sulfúrico 0,01 mol/l consumido en la valoración del blanco de reactivos en mililitros
- **C(H⁺):** la concentración de protones en la solución valorada de ácido sulfúrico 0,01 mol/l ,en milimoles por mililitro
- **14:** la masa del milimol de nitrógeno, en miligramos por milimol
- **m:** La masa de la muestra de ensayo en gramos
- **Nota:** si desea expresar el resultado en **miligramos de nitrógeno por 100 miligramos de suelo (porcentaje)** se divide el valor obtenido de N por un factor de 10



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

Escala Micro- Ritcher 1980

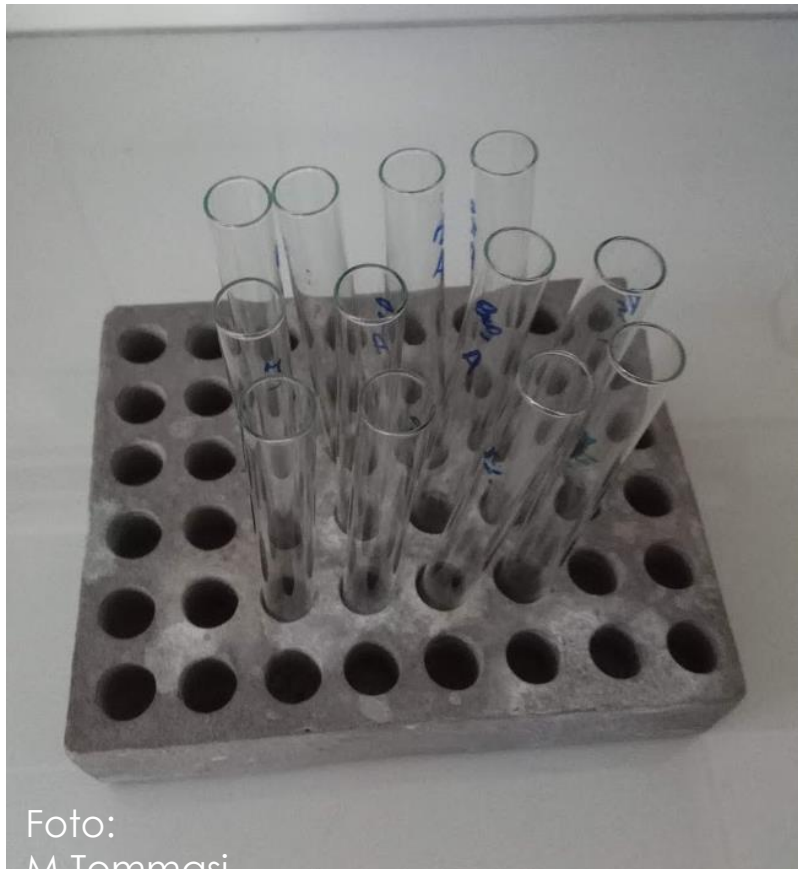
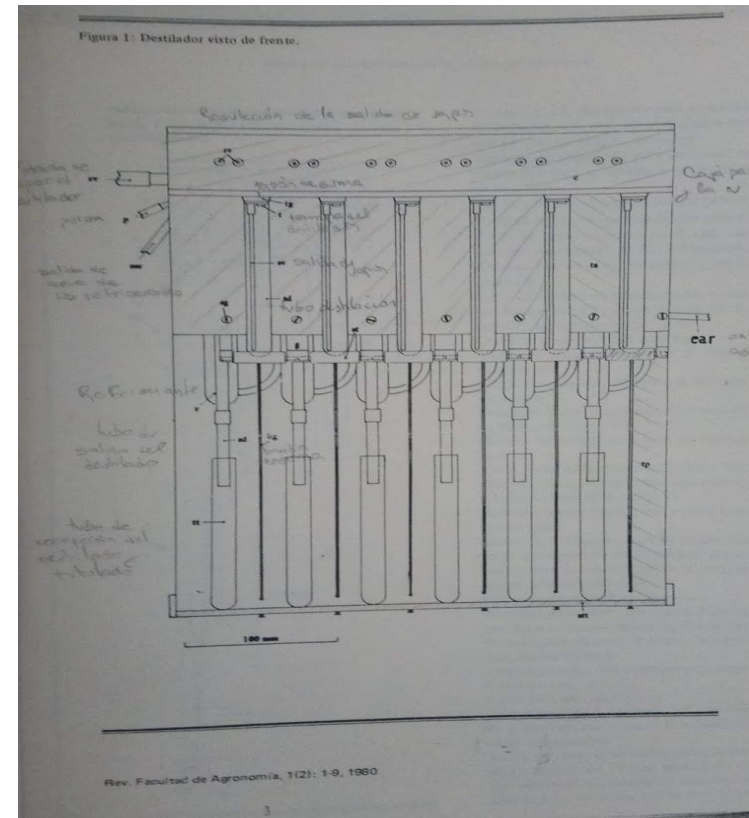


Foto:
M Tommasi



Anexo D



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
ACROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Acropecuario

Foto:
B.Luders





ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
ACROPEUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario



Foto: B.
Luders



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

Controles equipo y proceso

- Control blanco de destilación: triplicado
- 20 ml de agua + 20 ml NaOH
- se debe gastar entre 0,1 y 0,3 ml de H_2SO_4 0,01 mol/l
- «ajustar el pH hasta obtener un blanco positivo que cumpla con ese requisito». Si es menor a 0,10 se agrega NaOH 0,1 mol/l. Si es mayor a 0,3 se agrega H_2SO_4 0,1 mol/l
- Control destilador: con 0,010 g de sulfato de amonio (secado a 60°C durante dos horas)+20 ml agua
- Blanco de reactivos
- Control digestión: con 0,020 g EDTA Ácido etilendiaminotetraacético (secado a 80°C durante dos horas)
- Porcentaje de Recuperación $R = NM/NT * 100$
- Entre 95% a 105%



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
ACROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario





ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

Repetibilidad: «los resultados de los duplicados no deben diferir en más del 5% con respecto al promedio»

Ejemplo

Rep 1: 0,145%

Rep 2: 0,152%

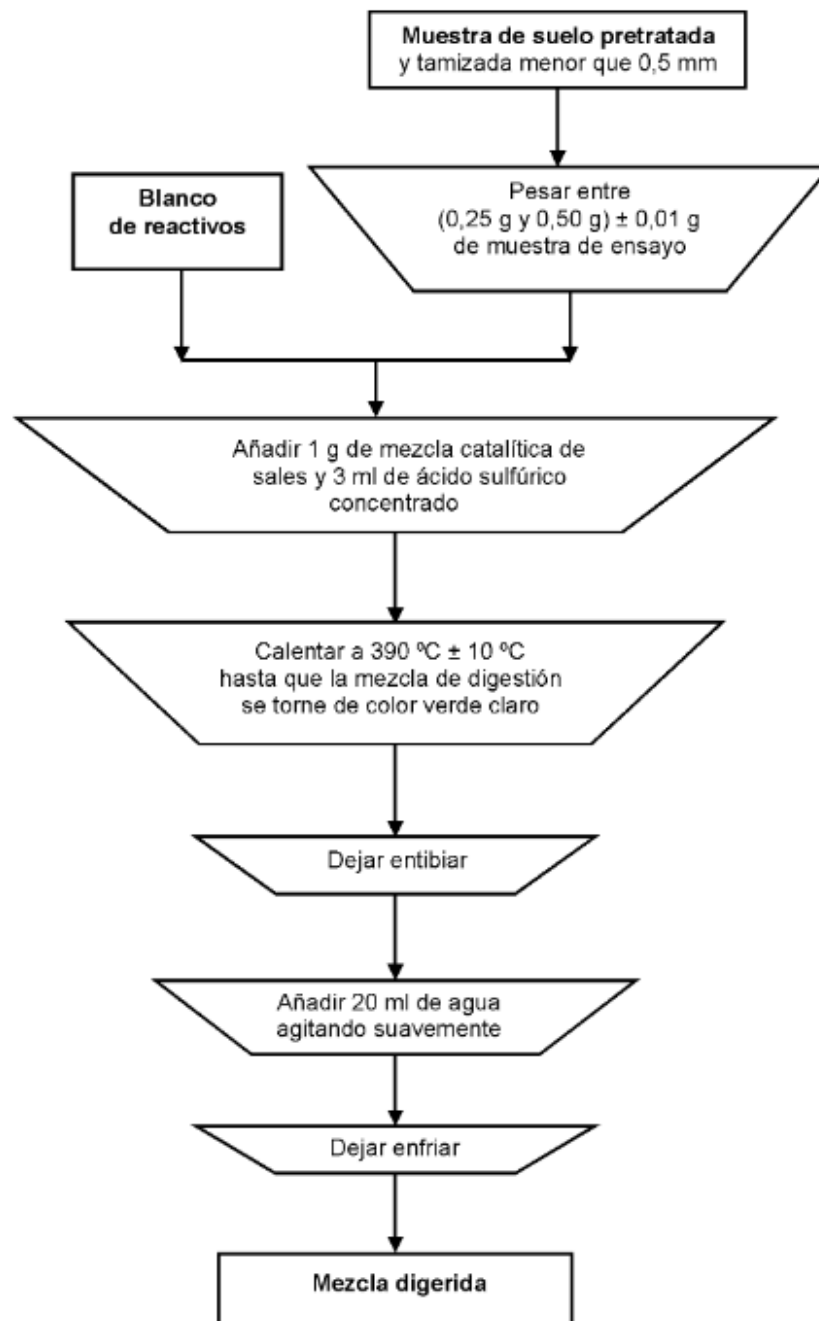
Promedio 0,1485%

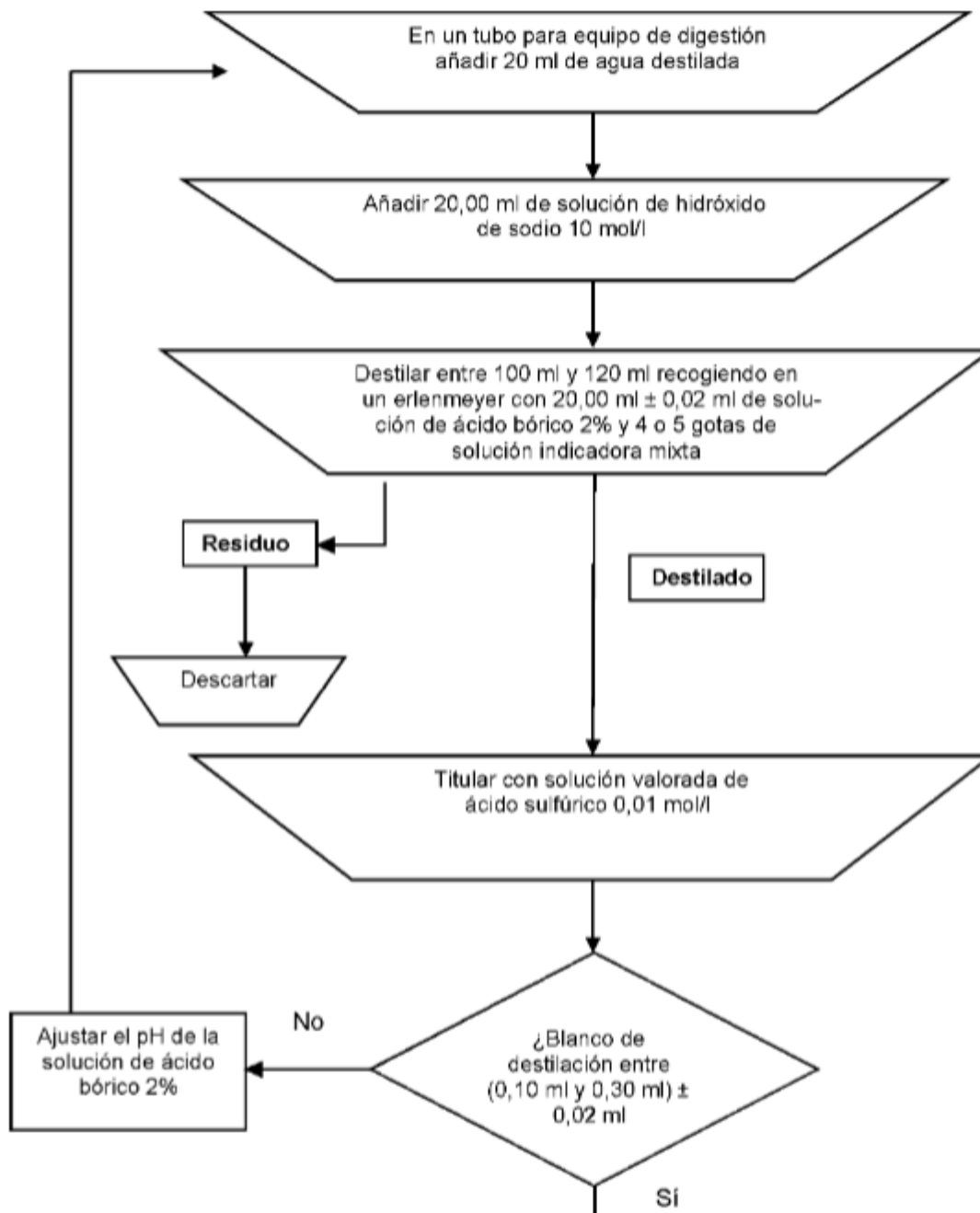
5% del promedio 0,007

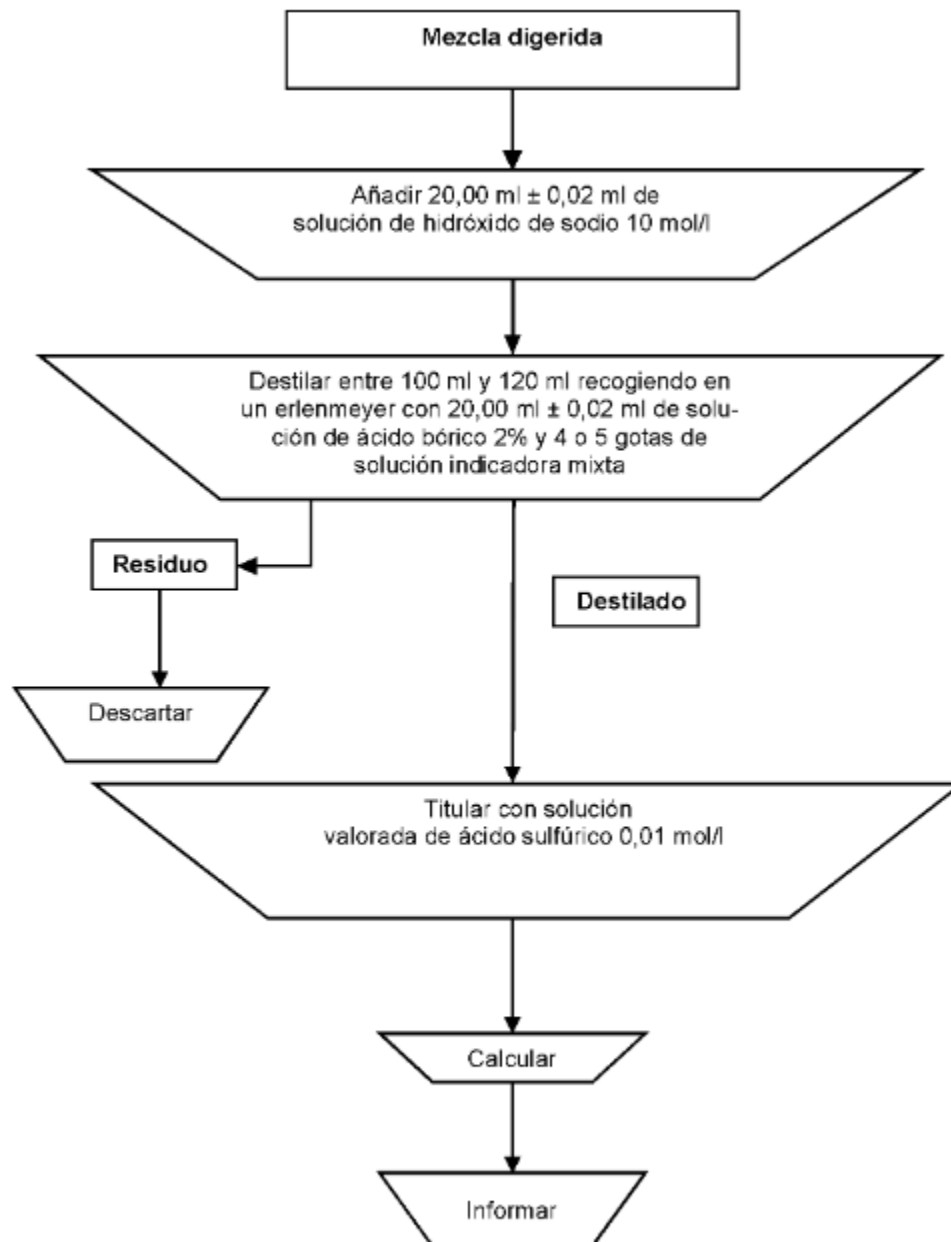
Expresado en 1,45 y 1,52-Promedio 1,485

5% 0,074

Diferencia: 0,07









ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario



Protección -Seguridad



- ? Digestión-vapores de SO₂
- Campana de extracción –sistema recolector de gases
- ? Preparación reactivos-NaOH



GUARDAPOLVOS

SECCION 1. IDENTIFICACION DEL PRODUCTO QUIMICO

DENOMINACION: **ACIDO SULFURICO 98%**

SECCION 2. COMPOSICION E INFORMACION SOBRE LOS INGREDIENTES

CAS #:7664-93-9

Nº CEE: 231-639-5

SINONIMOS

ACIDE SULFURIQUE (FRENCH) * ACIDO SOLFORICO (ITALIAN) * BATTERY ACID * BOV * DIHYDROGEN SULFATE * DIPPING ACID * ELECTROLYTE ACID * MATTLING ACID * OIL OF VITRIOL * SCHWEFELSAEURELOESUNGEN (GERMAN) * SULFURIC ACID (ACGIH:OSHA) * SULPHURIC ACID * VITRIOL BROWN OIL * ZWAVELZUROPLOSSINGEN (DUTCH) *

SECCION 3. IDENTIFICACION DE RIESGOS

PRECAUCIONES QUE DEBEN INDICARSE EN LA ETIQUETA

ALTAMENTE TOXICO (EE.UU.). TOXICO (EU). PUEDE CAUSAR CANCER EN CASO DE INHALACION. TOXICO EN CASO DE INHALACION. PROVOCA QUEMADURAS. ORGANO(S) DIANA: DIENTES, SISTEMA CARDIOVASCULAR. EN CASO DE ACCIDENTE O MALESTAR, CONSULTE INMEDIATAMENTE AL MEDICO (ENSENANDOLE LA ETIQUETA SI ES POSIBLE). USAR ROPA PROTECTORA, GUANTES Y PROTECCIONES PARA LA CARA Y LOS OJOS ADECUADOS. NO INHALAR EL VAPOR.

SECCION 4. MEDIDAS DE PRIMEROS AUXILIOS

EN CASO DE CONTACTO, ENJUAGAR INMEDIATAMENTE LOS OJOS O LA PIEL CON ABUNDANTES CANTIDADES DE AGUA DURANTE 15 MINUTOS POR LO MENOS, Y QUITAR AL MISMO TIEMPO LA ROPA Y CALZADO CONTAMINADOS. EN CASO DE INHALACION, SACAR AL SUJETO AL AIRE LIBRE. SI NO RESPIRA, ADMINISTRAR RESPIRACION ARTIFICIAL. SI RESPIRA CON DIFICULTAD, ADMINISTRAR OXIGENO. SEPARAR LOS PARPADOS CON LOS DEDOS PARA ASEGURAR EL BUEN ENJUAGADO DE LOS OJOS.

Hojas de
seguridad
de reactivos









Foto: S.Forte



Foto:
M.L.Galetto



ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

IRAM 21031-Guía para la
disposición final de
muestras y reactivos
químicos en un laboratorio
de análisis químico

RESIDUOS

- [Ley 24051](#)
- <http://servicios.infoleg.gob.ar/infolegInternet/anexos/0-4999/450/texact.htm>
- <https://www.argentina.gob.ar/ambiente/observatorioresiduos/peligrosos>
- "Gestión de Residuos en un laboratorio de suelos" -Ostinelli MM y DA Carreira-INTA Instituto de suelos



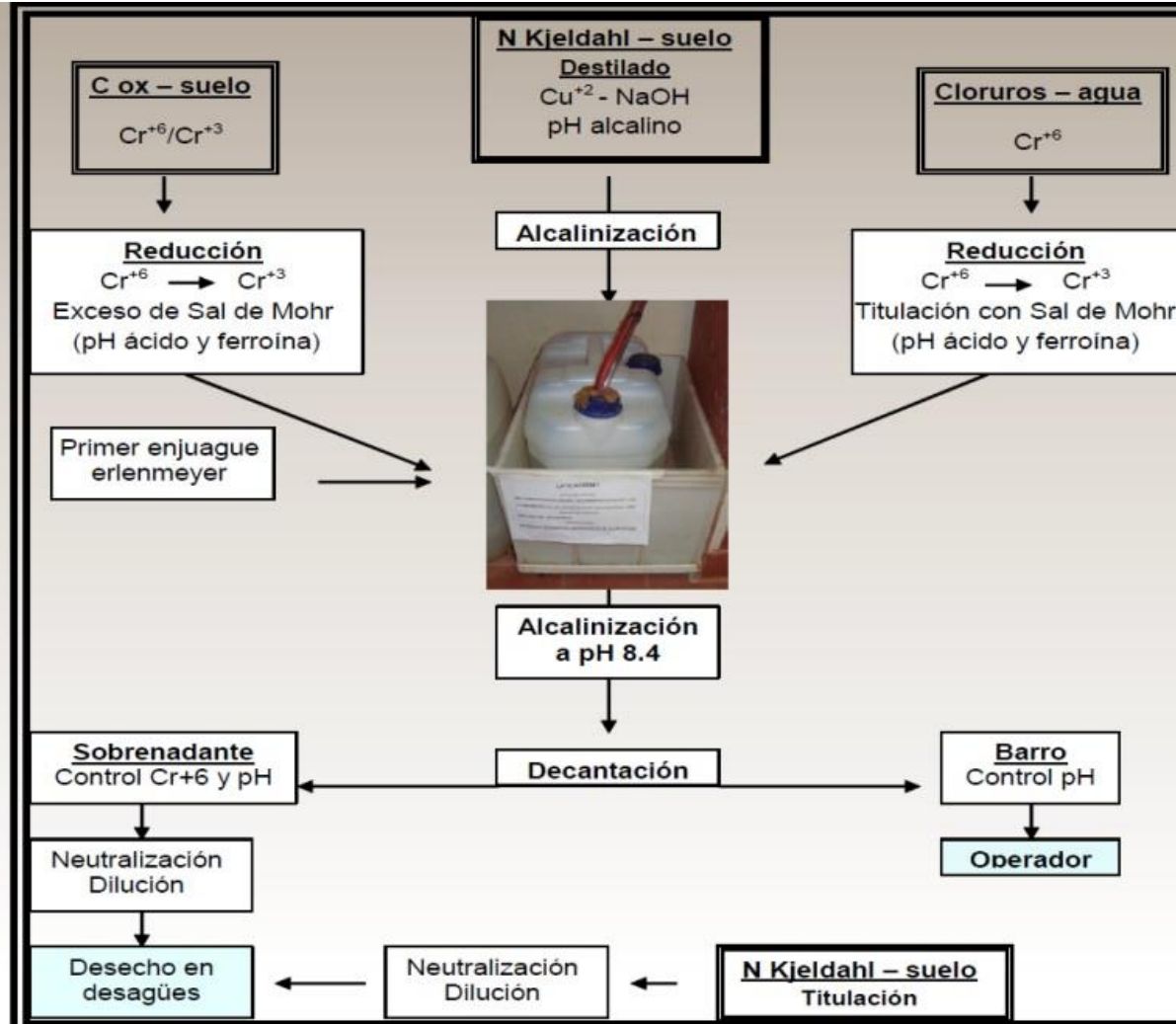
GESTIÓN

DE

RESIDUOS

(Cox/N/Cl⁻)

Miriam
Ostinelli





ALAP
ASOCIACIÓN DE LABORATORIOS
AGROPECUARIOS PRIVADOS



LaborAgro
Laboratorio Agropecuario

Utilizar métodos normalizados

VALIDACIÓN /VERIFICACIÓN

- Precisión:
- Repetibilidad
- Precisión intermedia
- Reproducibilidad
- Veracidad



MUCHAS
GRACIAS

Ing. Milagros Tommasi
laboragro2@gmail.com