

---

## DEFINICIÓN DE LOS MÉTODOS PARA ANALIZAR NITRÓGENO TOTAL EN FERTILIZANTES

*Definition of the methods for analyzing total nitrogen in fertilizers*

Carmen E. Carrillo de Cori<sup>1</sup>, Carmen Arvelo de Valls<sup>1</sup>, Magaly Ruiz<sup>2</sup>, Marycruz Zaragoza<sup>3</sup>, Luis Castillo<sup>4</sup>, José G. Escalona<sup>1</sup>, Eilen Arteaga<sup>5</sup>, Mary Ann Torres<sup>3</sup>, Carlos Cañizales<sup>6</sup>, Beatriz Arrieche<sup>3</sup>, Óscar Gamboa<sup>1</sup>, Luis Durán<sup>5</sup>, Agustín Pérez<sup>4</sup>, Isabel E. Arrieche<sup>7</sup> y Libertad de Saume<sup>8</sup>.

<sup>1</sup>Universidad Central de Venezuela (UCV), Facultad de Agronomía, <sup>2</sup>Universidad Nacional Experimental Rómulo Gallegos, <sup>3</sup>Ministerio del Ambiente y los Recursos Naturales Renovables, <sup>4</sup>EDAFOFINCA, <sup>5</sup>PEQUIVEN, Morón, <sup>6</sup>Fundación Servicio para el Agricultor, <sup>7</sup>Fondo Nacional de Investigaciones Agropecuarias, <sup>8</sup>Ministerio de Agricultura y Cría-Servicio Autónomo de Sanidad Agropecuaria.

---

### Resumen

Con el objeto de establecer un método para analizar N total en fertilizantes a nivel nacional, se compilaron nueve modalidades analíticas. Dos de ellas, el Método 8 (M<sub>8</sub>), para todo tipo de fertilizante y el Método 9 (M<sub>9</sub>), para los que no contienen nitratos, se seleccionaron para la comparación experimental, después de descartar aquellos con mayores riesgos de toxicidad y contaminación. Los análisis fueron realizados por cinco instituciones, aplicando ambos métodos a cuatro fertilizantes comerciales, pesando 0,5 g y 1,0 g, repetidos tres veces cada uno. La exactitud de los métodos fue evaluada utilizando la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA). El análisis estadístico reveló diferencias significativas al 1% entre instituciones, reflejo de la diversidad de condiciones bajo las cuales se realizaron los análisis. Sólo hubo efecto de las pesadas en el fertilizante con bajo contenido de N. La recuperación del N en el EDTA varió de 100,25 % a 101,3 % para el M<sub>8</sub> y de 100,26

% a 101,3 % para el M<sub>9</sub>. La aplicación del M<sub>9</sub> a fertilizantes que contienen nitrógeno nítrico más amoniacal, produjo pérdidas de N durante la digestión. Se recomienda especificar la composición cualitativa de los fertilizantes, para así aplicar el método de análisis que mejor se adapte a la naturaleza de la muestra.

**Palabras claves:** Fertilizante, nitrógeno total, método de Kjeldahl, estudios interlaboratorio.

### Abstract

In order to define a procedure to analyze total N in fertilizers, nine different methods were compiled. Two of them, Method 8 (M<sub>8</sub>), for all types of fertilizer, and Method 9 (M<sub>9</sub>), for those without nitrate, were chosen for the experimental comparison because of their less toxic and less contaminating characteristics. The analyses were conducted by five different laboratories, applying both methods to four fertilizers, weighing 0,5 g

or 1,0 g, replicated three times each. The methods accuracy was evaluated by analyzing the ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt (EDTA). A statistical analysis revealed significant differences to 1% between laboratories, due to the diversity of conditions in which the analyses were made. The sample weight affected only the fertilizer with the lowest N content. The N recuperation in the EDTA ranged from 100,25 % to 101,3 % for  $M_8$  and from 100,26 % to 101,3 % for  $M_9$ . Nitro-

gen losses were found when a fertilizer with ammonium and nitric nitrogen was analyzed by  $M_9$ . It is advisable to specify the qualitative composition of the fertilizers in order to use the right method according to the sample characteristics.

**Key words:** Fertilizer, total N, Kjeldahl method, inter-laboratory studies

## INTRODUCCIÓN

El Grupo Interinstitucional para Uniformar Metodologías Analíticas (GIUMA, Coordinación y sede: UCV, Facultad de Agronomía, Instituto de Edafología, Maracay, estado Aragua, Apartado postal 4579. E-mail: edafo@telcel.net.ve.), viene desarrollando actividades ininterrumpidas relacionadas con los métodos para analizar fertilizantes, desde 1993; persigue como objetivo general establecer métodos únicos a ser utilizados en todo el país para el análisis de fertilizantes y enmiendas, y proponerlos ante los organismos competentes.

En relación con el nitrógeno, es necesario determinar no solamente la cantidad total sino las diferentes formas químicas. De ahí que se analiza nitrógeno amoniacal, nitrógeno nítrico más amoniacal y nitrógeno total, estando incluido en esta última fracción el nitrógeno orgánico.

Los métodos para analizar las formas de nitrógeno inorgánico, fueron establecidos en investigaciones previas (GIUMA, 1995).

Para determinar nitrógeno total se utilizan modalidades analíticas basadas principalmente en dos métodos: el método Kjeldahl, que consiste en una oxidación o combustión húmeda y el método Dumas, basado fundamentalmente en una técnica de combustión seca (Bremner y Mulvaney, 1982). Aunque esta última opción es más exacta, más rápida y menos riesgosa, las modalidades analíticas basadas en la combustión húmeda, son las más difundidas y factibles de aplicar en los laboratorios, ya que requieren equipos más comunes y sencillos (Tate, 1994).

En el método Dumas clásico, la muestra se somete a altas temperaturas con  $\text{CuO}$ , en una corriente de  $\text{CO}_2$  y los gases liberados se hacen pasar sobre cobre caliente para reducir los óxidos de nitrógeno (principalmente  $\text{N}_2\text{O}$ ) a  $\text{N}_2$  y luego sobre  $\text{CuO}$  para convertir el  $\text{CO}$  a  $\text{CO}_2$ . La mezcla  $\text{N}_2\text{-CO}_2$  se colecta en un nitrómetro que contiene álcali concentrado, en el cual se absorbe el  $\text{CO}_2$ , permitiendo así que se pueda medir el volumen de  $\text{N}_2$  (Bremner y Mulvaney, 1982).

En el método de Kjeldahl, todo el N orgánico presente en la muestra es convertido en N amoniacal mediante una digestión con ácido sulfúrico. Para aumentar el punto de ebullición en este proceso, se utilizan sales como sulfato de potasio o sulfato de sodio y para catalizar la oxidación de la materia orgánica se emplea mercurio, selenio o cobre (Bremner y Mulvaney, 1982). El N amoniacal formado, es liberado durante una destilación mediante la adición de un álcali. En el caso de ha-

ber utilizado mercurio como catalizador, se añade tiosulfato de sodio antes de agregar el álcali, para que el  $\text{Hg}^{+2}$  precipite como sulfuro de mercurio, evitando que forme complejos estables con el ión amonio. El amoníaco destilado se determina por medio de un análisis volumétrico. Cuando la muestra contiene nitratos, es necesario efectuar una predigestión con una sustancia reductora para transformar el N nítrico en N amoniacal. Una alternativa consiste en utilizar el ácido salicílico, que en medio ácido forma grupos nitro con los nitratos y éstos posteriormente se reducen a grupos amino mediante la adición de tiosulfato de sodio (Bremner y Mulvaney, 1982, Skoog *et al.*, 1995)

Los laboratorios donde se analizan fertilizantes en Venezuela, utilizan además de la normativa oficial contenida en la norma COVENIN 1138-77 (Ministerio de Fomento, 1977), otros métodos conocidos internacionalmente o la norma COVENIN con algunas modificaciones. En algunos casos existen marcadas diferencias en cuanto a precisión, exactitud, rapidez y necesidad de equipos para su realización y como consecuencia los resultados de los diferentes laboratorios no pueden ser comparables.

Por lo anteriormente planteado, se realizó la presente investigación con el objetivo de establecer un método único a ser utilizado en todos los laboratorios nacionales, para analizar nitrógeno total en fertilizantes.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Se hizo una compilación de los métodos aplicados por diferentes instituciones y organismos nacionales e internacionales (COVENIN, 1977; AOAC, 1990; MAC, 1990; PEQUIVEN, 1993). Se elaboró un cuadro comparativo que incluye los detalles más relevantes de nueve modalidades analíticas basadas en el método de Kjeldahl (Cuadro 1); donde se observa lo siguiente: a) Los pesos varían entre 0,2 g y 2,0 g, colocados en balones de Kjeldahl de 500 ml o de 800 ml, excepto PEQUIVEN que utiliza el equipo TECATOR y recipientes de 300 ml. b) En todos los casos, las instituciones contemplan una predigestión y el uso de un reactivo que actúa como reductor (aleación de Raney, cromo en polvo o ácido salicílico + tiosulfato de sodio) para muestras que contienen nitratos. c) En todos los casos la digestión se realiza utilizando  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, catalizadores y una sal, a excepción de los métodos 4 y 8 que no usan catalizadores. Los catalizadores usados son  $\text{HgO}$ ,  $\text{CuSO}_4$  y la mezcla selénica, siendo necesario la utilización de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  antes de la destilación cuando el catalizador contiene mercurio. d) Hay diferencias en la destilación en cuanto al re-

**Cuadro 1.** Compilación de métodos para el análisis de Nitrógeno total en fertilizantes.

Método	Peso	Capacidad	Reactivos			
			Digestión	Destilación	Titulación	
1. AOAC (1990-Raney) Todo tipo de fertilizante.	0,2 - 2,0	500-800	Predigestión: Aleación Raney H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HgO K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NaOH 45%	HCl NaOH Rojo de metilo
2. AOAC (1990) Sin nitratos.	0,7-2,2	500-800	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HgO K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Igual a 1
3. AOAC (1990) Con nitratos	0,7-2,2	500-800	Predigestión: H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , Ácido Salicílico, Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> o Zn	HgO K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Igual a 1
4. PEQUIVEN (1993) PQM-510	0,5-1,5	300 equipo TECATOR	Aleación Raney* H <sub>2</sub> O H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> * Si hay nitratos.		NaOH 50%	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Rojo de metilo + Azul de metileno
5. AOAC (1990) Método comprensivo (MC) para todo tipo de fertilizante.	0,2-2,0	500-800	Predigestión: Cr en polvo. H <sub>2</sub> O HCl	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> HgO H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Igual a 1
6. AOAC (1990) MC modificado para to- do tipo de fertilizante.	0,2-1,6	500-800	Predigestión: Cr en polvo. H <sub>2</sub> O HCl	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> CuSO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Igual a 1
7. COVENIN (1977) Norma N° 1138-77	1,0-2,0	800	Predigestión: H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Ácido Salicílico* Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> * * Si hay nitratos.	HgO K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		Igual a 1
8. MAC (1990) Para todo tipo de fertili- zante (incluye nitratos).	0,2-1,0	500	Predigestión: H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Ácido Salicílico Reposo 30' Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	NaOH 50%	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , NaOH Rojo de metilo
9. MAC (1990) (No incluye nitratos).	0,2-1,0	500		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Mezcla selénica.	NaOH 50% Zn en polvo.	Igual a 8

activo receptor, el indicador y el reactivo para titular. Los receptores usados son HCl valorado y H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, empleándose para titular en el primer caso un indicador simple y una base fuerte valorada y en el caso del H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, un indicador mixto y un ácido fuerte.

Para seleccionar los métodos que serían sometidos a la comparación experimental, se descartaron aquellos que incluían óxido de mercurio como catalizador, debido a los problemas de toxidez y contaminación que su uso puede ocasionar, siendo la tendencia el que estos compuestos sean eliminados o sustituidos (Swamy, 1989).

Para realizar la comparación experimental se seleccionaron los métodos 8 (M<sub>8</sub>) y 9 (M<sub>9</sub>) modificados, ya que en la

destilación se aplicó el procedimiento utilizado por los métodos GIUMA para determinar N amoniacal y N amoniacal + nítrico (GIUMA, 1995), aumentando la concentración y la cantidad de NaOH.

Para aplicar estas metodologías se escogieron cuatro fertilizantes comerciales: un producto a base de estiércol de pollo (EST), cuyo nitrógeno se encuentra principalmente en forma orgánica; un fertilizante líquido NPK tipo suspensión (NPK-L) con nitrógeno inorgánico, principalmente en forma amoniacal; un fertilizante NPK sólido del tipo nitrofosfato (NPK-S), que contiene sólo nitrógeno inorgánico, del cual alrededor del 4 % se encuentra en forma nítrica; y un fertilizante foliar NPK, con ácidos húmicos y extractos de algas marinas (NPK-F). Estos productos fueron seleccionados con el criterio de abarcar

todas las posibles formas de nitrógeno. Los análisis se hicieron en los laboratorios de cinco instituciones (EDAFOFINCA, FUSAGRI, MARNR, PEQUIVEN y UCV-Facultad de Agronomía), aplicando dos métodos y pesando 0,5 y 1,0 g de muestra para cada fertilizante. La decisión de incluir el peso de la muestra como variable, se tomó debido al amplio rango de pesada encontrado en los nueve métodos (0,2-2,2 g). El ensayo se estableció bajo un diseño experimental totalmente aleatorizado y arreglado como un factorial 5 x 2 x 2, es decir, cinco instituciones, dos métodos y dos pesos de muestra, resultando 20 análisis, que repetidos tres veces dio un total de 60 análisis para cada fertilizante y 240 en todo el ensayo.

Estos análisis fueron realizados por los técnicos de las instituciones participantes. En cada laboratorio se hicieron adaptaciones a los métodos de acuerdo al equipo disponible, ya que algunos por ejemplo, utilizaron un equipo tipo TECATOR y aunque en el resto de las instituciones se empleó el macro Kjeldahl clásico, una de las instituciones utilizó calentamiento a gas y las otras mediante resistencias eléctricas.

A los datos obtenidos se les realizó un análisis de varianza, utilizando el programa SAS (SAS, 1989). Para determinar la exactitud de los métodos, se utilizó la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA), previamente secado a 105 °C, analizando por cuadruplicado 1 g de esta sustancia por los métodos 8 y 9 con las modificaciones ya mencionadas. Este reactivo lo recomienda el International Fertilizer Development Center (Buresh *et al.*, 1982) para determinar la recuperación del N en análisis que exigen mucha exactitud. En esta etapa sólo intervinieron cuatro de las instituciones ya mencionadas. La recuperación del N se calculó según la fórmula:

$$R = \frac{N \times 100}{7,52}$$

Donde:

R= % recuperación del N

N= % N total determinado en el análisis

7,52= % de N total teórico en el EDTA

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de los análisis de N total obtenidos por las diferentes instituciones, se presentan en el cuadro 2 para el método 8 y en el cuadro 3 para el método 9. El análisis estadístico (Cuadro 4), reveló que a excepción del EST, no se encontraron diferencias significativas al 5 % al hacer los análisis pesando 0,5 g ó 1,0 g de los fertilizantes. En el caso del EST, esta diferencia puede ser atribuida a que el contenido de N total es muy bajo en comparación con el resto de las muestras.

Se observan diferencias significativas al 1 % entre los resultados obtenidos por las diferentes instituciones. Esta variabilidad es atribuible a las condiciones ampliamente variables que existen en cada laboratorio (operador, equipos, instrumentación, reactivos, adaptación del método a las condiciones de

cada laboratorio y manejo de las muestras), como lo contempla la Norma COVENIN 2972-92, relacionada con ensayos interlaboratorios para normalizar métodos (Ministerio de Fomento, 1992).

**Cuadro 2.** Contenido de N Total (%)<sup>a</sup> en cuatro fertilizantes, analizados por cinco Instituciones (I), utilizando el método 8 y dos pesos (P).

Institución	Peso	Fertilizante			
		EST	NPK-L	NPK-S	NPK-F
I <sub>1</sub>	P <sub>1</sub>	3,63	11,58	11,62	11,63
	P <sub>2</sub>	3,43	11,82	12,65	11,73
I <sub>2</sub>	P <sub>1</sub>	3,44	11,35	12,20	11,40
	P <sub>2</sub>	3,40	11,26	12,35	11,52
I <sub>3</sub>	P <sub>1</sub>	3,57	11,06	12,92	11,29
	P <sub>2</sub>	3,48	11,20	12,38	11,26
I <sub>4</sub>	P <sub>1</sub>	4,01	13,30	13,78	12,52
	P <sub>2</sub>	3,83	12,97	12,66	12,19
I <sub>5</sub>	P <sub>1</sub>	3,31	11,35	10,97	11,06
	P <sub>2</sub>	3,33	11,76	11,52	11,34
Promedio total	P <sub>1</sub>	3,59	11,73	12,30	11,58
	P <sub>2</sub>	3,49	11,80	12,32	11,61

<sup>a</sup>Promedio de tres (3) repeticiones; I<sub>1</sub>, I<sub>2</sub>, I<sub>3</sub>, I<sub>4</sub>, I<sub>5</sub>: Instituciones participantes; P<sub>1</sub>: 0,5 g, P<sub>2</sub>: 1,0 g.

**Cuadro 3.** Contenido de N Total (%)<sup>a</sup> en cuatro fertilizantes, analizados por cinco Instituciones (I), utilizando el método 9 y dos pesos (P).

Institución	Peso	Fertilizante			
		EST	NPK-L	NPK-S	NPK-F
I <sub>1</sub>	P <sub>1</sub>	3,31	10,63	4,21	9,98
	P <sub>2</sub>	3,36	10,43	4,26	9,45
I <sub>2</sub>	P <sub>1</sub>	3,44	10,71	5,25	8,84
	P <sub>2</sub>	3,36	10,70	5,29	9,85
I <sub>3</sub>	P <sub>1</sub>	3,61	10,50	4,17	7,93
	P <sub>2</sub>	3,56	10,37	4,21	7,82
I <sub>4</sub>	P <sub>1</sub>	3,78	9,85	6,25	9,27
	P <sub>2</sub>	3,36	8,73	5,34	8,59
I <sub>5</sub>	P <sub>1</sub>	3,34	10,28	4,45	8,59
	P <sub>2</sub>	3,56	10,14	4,86	8,94
Promedio total	P <sub>1</sub>	3,50	10,34	4,87	8,92
	P <sub>2</sub>	3,44	10,07	4,79	8,93

<sup>a</sup>Promedio de tres (3) repeticiones; I<sub>1</sub>, I<sub>2</sub>, I<sub>3</sub>, I<sub>4</sub>, I<sub>5</sub>: Instituciones participantes; P<sub>1</sub>: 0,5 g, P<sub>2</sub>: 1,0 g.

Llama la atención los bajos resultados que arroja el análisis del NPK-S por el método 9. Éste es un fertilizante del tipo de los nitrofosfatos, por lo que sólo contiene nitrógeno mineral (amoniaco y nítrico). En un estudio previo, el análisis de este producto arrojó un contenido de 7,51 % de N amoniaco y

12,58 % de N nítrico más amoniacal (promedio de 24 valores: 4 instituciones x 6 repeticiones). Cuando se analiza por el método 8 resultan promedios de 12,30 (P<sub>1</sub>) y 12,32 (P<sub>2</sub>) % de N total (Cuadro 2), pero al aplicar el método 9, con el cual se determina N total sin incluir las formas nítricas, se debería recuperar al menos el 7,51 % de N amoniacal, lo cual no ocurrió, ya que el promedio de todas las instituciones fue de 4,87 % de N para P<sub>1</sub> y 4,79 % de N para P<sub>2</sub> (Cuadro 3).

Estos resultados suponen una pérdida de N amoniacal durante la digestión, lo que probablemente ocurre al someter a una muestra que contiene N nítrico y amoniacal a una digestión (sin adición del reductor) que se aplica cuando el fertilizante contiene N orgánico. A este respecto, cabe señalar, que los analistas reportaron desprendimiento de vapores pardos al iniciarse la digestión del NPK-S. Sienko y Plane (1973), explican que algunas sales amónicas como el nitrato amónico (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) y el dicromato amónico [(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>], son inestables al calor por autooxidarse. El nitrato de amonio puede originar reacciones violentas cuando se calienta dando óxido nítrico según la siguiente reacción:



Por otra parte, el ión NO<sub>3</sub><sup>-</sup> es un buen oxidante en solución ácida y dependiendo de las condiciones del medio, originará una gama de compuestos de N con diferentes estados de oxidación (Sienko y Plane, 1973; Mahan y Myers, 1990), incluyendo entre ellos varios óxidos de N que se pierden durante la digestión.

**Cuadro 4.** Resumen del análisis de varianza de los factores considerados y sus interacciones para los resultados de N total en cuatro fertilizantes.

Fuente de Variación	Fertilizante			
	EST	NPK-L	NPK-S	NPK-F
Método (M)	*	**	**	**
Institución (I)	**	**	**	**
Peso (P)	*	NS	NS	NS
M x I	**	**	**	**
M x P	NS	**	NS	NS
I x P	**	**	**	**
M x I x P	NS	NS	NS	*

\*significativo al 5%, \*\*significativo al 1%, NS: no significativo.

Los resultados del análisis de N total en el EDTA (Cuadro 5), revelan que los métodos 8 y 9 son bastante exactos. El porcentaje de recuperación del N varió entre 100,25 % y 101,03 % para el M<sub>8</sub> y entre 100,26 y 101,03 % para el M<sub>9</sub>; en ambos casos la recuperación cumple con los criterios de aceptación establecidos por Buresh *et al.* (1982), según los cuales la recuperación del estándar debe estar en el rango de 100 % ± 3%.

**Cuadro 5.** Contenido de N total (%)<sup>a</sup> y porcentaje de recuperación del N en el EDTA analizado por cuatro instituciones (I) y dos métodos.

Instituciones	Método 8		Método 9	
	% N	% Recuperación	% N	% Recuperación
I <sub>1</sub>	7,6	100,5	7,6	100,77
I <sub>2</sub>	7,6	101,03	7,6	101,03
I <sub>3</sub>	7,5	100,25	7,6	100,26
I <sub>4</sub>	7,6	100,32	7,6	100,77

<sup>a</sup> promedio de cuatro repeticiones.

El EDTA es la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético y contiene N sólo en forma orgánica del tipo amino; por lo que pueden utilizarse con confianza estos métodos cuando los fertilizantes contengan N en forma de amina o amida, ya que la digestión en estos casos produce la conversión cuantitativa a ión amonio (Skoog *et al.*, 1995). Si las muestras contienen N mineral y N orgánico, pueden presentarse los problemas señalados al discutir los resultados del análisis del NPK-S. Esto conduce a su vez a la necesidad ya señalada (Carrillo de Cori, 1993) de que los fabricantes deben especificar no solamente el contenido de N total, sino las diferentes formas de N y en lo posible la fuente utilizada.

En base a los resultados de este trabajo, el método GIU-MA para determinar N total en fertilizantes, quedó definido con dos opciones, dependiendo de la presencia o no de nitratos:

Si la muestra contiene nitratos o si se desconoce su presencia: se pesa 1 g del fertilizante y se digiere con una mezcla de 30 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 1 g de ácido salicílico. Se deja en reposo alrededor de 30 minutos, se añaden 5 g de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O, se calienta la solución por unos cinco minutos y se deja enfriar.

Si la muestra no contiene nitratos, el fertilizante se trata sólo con 30 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

A partir de allí el procedimiento es igual para ambas opciones: se añaden 10 g de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro, se calienta suavemente hasta que cese la formación de espuma y se continúa incrementando la temperatura en forma gradual hasta que la solución esté clara. Se deja enfriar a temperatura ambiente, se agregan 200 ml de agua destilada (se sugiere hacerlo con el balón colocado en hielo picado) y se procede a la destilación, utilizando para ello 100 ml de NaOH al 50%, recibiendo el amoníaco desprendido en 100 ml de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> al 2% y titulando con HCl o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N en presencia de un indicador mixto (rojo de metilo + verde de bromocresol, o rojo de metilo + azul de metileno).

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Aunque la mayoría de los métodos para analizar N total en fertilizantes, implican el uso de catalizadores altamente con-

taminantes como mercurio y selenio, en esta investigación se demostró que es posible utilizar con éxito una alternativa menos riesgosa.

Las diferencias encontradas entre los resultados de las instituciones que participan en el proceso, son el reflejo de la diversidad de condiciones bajo las cuales se realizaron los análisis.

Los métodos para analizar N total comparados en forma experimental en este trabajo, son bastante exactos según los criterios utilizados en esta investigación.

La aplicación del método 9 para determinar N total en fertilizantes que contengan nitrógeno en forma nítrica y amoniacal, conduce a pérdidas de nitrógeno durante la digestión.

Es necesario conocer con bastante aproximación la composición cualitativa de los fertilizantes, para aplicar el método que mejor se adapte a la naturaleza de la muestra, evitando a la vez consumir reactivos en muchos casos innecesarios.

Deben uniformarse en lo posible las condiciones de trabajo en los laboratorios (equipos, operadores, reactivos, etc.), con el objeto de reducir al mínimo, las diferencias entre los resultados obtenidos por las instituciones que participan en este proceso.

#### LITERATURA CITADA

- Bremner, J. y C. 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.
- Buresh, R. E. Austin y E. Craswell.** 1982. Analytical methods in <sup>15</sup>N research. Fert. Res. 2:227-245.
- Carrillo de Cori, C.** 1993. Evaluación de metodologías utilizadas en Venezuela para el análisis de nitrógeno, fósforo y potasio en fertilizantes. Apuntes Técnicos Palmaven, Vol 1, N° 1. 78 p.
- Grupo Interinstitucional Para Uniformar Metodologías Analíticas (GIUMA).** 1995. Resúmenes y Programa del XIII Congreso Venezolano de la Ciencia del Suelo. Maracay. 39 p.
- Mahan, B. y R. Myers.** 1990. Química. Curso Universitario. 4° Edición. Addison Wesley Iberoamericana, Washington, Delaware, USA. 950 p.
- Ministerio de Agricultura y Cria.** 1990. Laboratorio de Fertilizantes y Plaguicidas. Inédito. 3 p.
- Ministerio de Fomento. Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN).** 1977. Determinación de nitrógeno total en fertilizantes. Norma venezolana N° 1138-77. 9 p.
- Ministerio de Fomento. Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN).** 1992. Norma venezolana. Precisión de los métodos de ensayo. Determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de ensayo normalizado mediante ensayos realizados por diferentes laboratorios. COVENIN 2972-92 (ISO-5725-86). 53 p.
- Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists AOAC.** 1990. 15<sup>th</sup>. Ed.. Arlington, Vi, USA. pp.17-20.
- Petroquímica de Venezuela (PEQUIVEN).** 1993. Métodos de ensayo. Determinación de N total en fertilizantes, PQM 510, 4 p.
- SAS Institute Inc/Stat T. M.** 1989 User's Guide. Release 6, 4° Edition. Cary Nc:Institute Inc. 1988. 1028 p.
- Sienko M. y R. Plane.** 1973. Química teórica y descriptiva. Aguilar. 710 p.
- Skoog, D., D. West y F. Holler.** 1995. Química Analítica. 6° Edición. Mc Graw Hill. 612 p.
- Swamy, L.** 1989. Estimation of total nitrogen in urea and 28-28-0 using manganese dioxide. Journal of the Institution of Chemists, Calcutta. 61(2):49-50.
- Tate, D.** 1994. Determination of nitrogen in fertilizer by combustion: Collaborativestudy. J. AOAC Int. 77 (4). pp.829-839.