



Analizado con los equipos de **VELP Scientifica**:
Unidad digestión Kjeldahl automática **DKL 20**
Analizador Kjeldahl automático **UDK 159**
Analizador Nitrógeno Dumas **NDA 701**

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO TOTAL EN FERTILIZANTES LÍQUIDOS

Comparativa métodos Dumas y Kjeldahl

Kjeldahl: AOAC 955.04 Nitrógeno total en fertilizantes
Dumas: AOAC 993.13 Nitrógeno total en fertilizante

RÁPIDO

AUTOMÁTICO

EFICIENTE

ECOLÓGICO

**COSTE POR
ANÁLISIS
REDUCIDO**

Nuestro departamento de aplicaciones está a su servicio. Consúltenos para demostraciones, cursos de formación y webinars

Aplicación: F&F-K-D-006-2018/A1

INTRODUCCIÓN

Un fertilizante es una sustancia orgánica o inorgánica que contienen nutrientes, macro elementos o micro elementos, en forma asimilable por las plantas, para mantener o mejorar el contenido de estos elementos en los suelos, mejorar la calidad del sustrato y su nivel nutricional, estimular el crecimiento vegetativo de las plantas etc.

Uno de los elementos macro más importante para las plantas es el nitrógeno.

La determinación según el método Kjeldahl es común para la determinación del contenido de nitrógeno basado en química húmeda. Una alternativa a este método Kjeldahl es el método de combustión flash Dumas, innovador química seca fácil y de elevada exactitud.

Ambas técnicas están aprobadas y normadas para el contenido de Nitrógeno en fertilizantes.

DETERMINACIÓN DE NITRÓGENO EN FERTILIZANTES

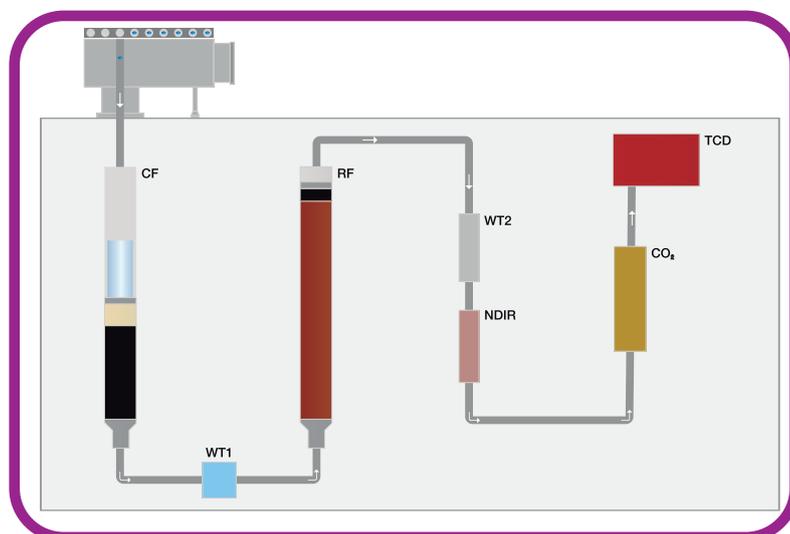
Esta nota aplicada compara la determinación de Nitrógeno en diferentes muestras de fertilizantes utilizando el Analizador de Nitrógeno DUMAS modelo NDA 701 Dumas y el Analizador Kjeldahl automático modelo UDK 159.

MÉTODO KJELDAHL

El método Kjeldahl consta de un procedimiento de mineralización soportado catalíticamente de la materia orgánica en una mezcla llevada a ebullición de ácido sulfúrico y sulfato a temperaturas de digestión superiores a 400°C. Durante el proceso el nitrógeno enlazado se convierte a sulfato amónico. La adición de una base sobre el digerido, libera el amonio el cual es destilado cuantitativamente en corriente de vapor y determinado mediante valoración.

MÉTODO DUMAS

El método Dumas se inicia con una combustión en el horno de combustión (CF) para la combustión de la muestra y la obtención de sus componentes elementales.



El agua desarrollada se elimina por la trampa física (WT1 - DriStep™), dispuesta tras la combustión, y una segunda trampa química (WT2). Antes de esta segunda trampa las sustancias atraviesan un horno de reducción (RF).

Los absorbentes de CO₂ auto regeneradores (CO₂) dejan pasar solo el nitrógeno elemental que es detectado por el innovador detector de conductividad térmica LoGas™ (TCD) que no precisa gas de referencia. NDA 701 se controla vía PC mediante el software DUMASoft™.

MUESTRAS

Cuatro fertilizantes líquidos con diferentes contenidos de nitrógeno se analizan por ambos métodos.

Muestra	Contenido de Nitrógeno esperado
Fertilizante 1	3.24 %
Fertilizante 2	1.24 %
Fertilizante 3	30.60 %
Fertilizante 4	2.49 %

ANÁLISIS KJELDAHL

Digestión de muestra

Peso de entre 0,5/1 gramo de muestra en un recipiente libre de nitrógeno (ref CM0486000) es transferido al recipiente de digestión.

En cada tubo se dispone:

- 1 tableta de catalizador KjTabs VCT (Ref. A00000276) (5g K₂SO₄+ 0,15g CuSO₄ x 5 H₂O + 0,15g TiO₂)
- 20 ml de ácido sulfúrico concentrado (96-98%) conteniendo 1gr de ácido salicílico

Agitar la mezcla y dejarla reposar con agitación adicional durante al menos 30 minutos.

Preparará algunos blancos con todos los reactivos sin muestra.

Conectar la unidad de digestión a una bomba de aspiración adecuada (JP ref, F30620198) y un sistema de neutralizado de humos (SMS Scrubber ref F307C0199) para neutralizar los gases generados en la fase de digestión.

Digerir las muestras durante 90 minutos a 420 °C, selecciona un método en el DKL 20 según "AOAC Official Method 955.04".

Destilación y valoración

Dejar enfriar los tubos a 50-60 °C.

Acondiciona la unidad UDK 159 ejecutando "Automatic Check up" en el menú del sistema y un "Wash down". Destilar las muestras disponiendo los siguientes parámetros en el método de usuario del UDK 159.

- H₂O (agua dilución): 50 ml
- H₂SO₄ (0.1 N) como valorante
- Vreceiver™ (A00000316): 30 ml
- NaOH (32%): 70 ml
- Potencia vapor: 50%

El tiempo de destilación y valoración es de 4 minutos por análisis.

UDK 159



ANÁLISIS DUMAS

NDA 701 Preliminar (diario)

Inicia manualmente la unidad NDA 701 y comprueba que los siguientes parámetros están programados:

Temperatura reactor combustión (Ref. A00000158): 1030 °C

Temperatura reactor reducción (Ref. A00000226): 650 °C

Flujo MFC1 He: 190 ml/min

Flujo MFC2 He: 220 ml/min

Acondiciona el sistema con 2 patrones EDTA (Ref. A00000149) y 3 a 5 láminas de estaño vacías (Ref. A00000153) como activación "Check up". Verifica la curva de calibrado con uno o más análisis de patrón utilizado en la generación de la curva de calibrado.

Preparación de muestra (NDA 701)

Pesar entre 50-200 mg de muestra dependiendo del contenido esperado de nitrógeno sobre la lámina de estaño directamente en la balanza, añadir 50-125 mg de polvo súper absorbente (Ref. A00000317).

Cierra la lámina de estaño obteniendo una cápsula.

Dispón la cápsula en el automuestreador.

Procedimiento (NDA 701)

Rellenar los campos del software DumaSoft™: "Sample name", "Weight", "Method", "Sample type", "Calibration number".

Seleccionar un método personalizado con los siguientes parámetros:

- Protein factor: 0
- O₂ flow rate: 200 ml/min
- O₂ factor: 1.0 ml/mg

Pulsar  para iniciar el análisis.

Tiempo de análisis: desde 3 minutos para un análisis.

Los resultados se obtienen interpolados en la curva: rango 0 - 7mg N con 7 medidas de patrón EDTA (%N = 9.59) (Ref. A00000149).

Los datos obtenidos están incluidos en la tolerancia admitida por el certificado EDTA.



NDA 701

RESULTADOS DE FERTILIZANTES LÍQUIDOS

La tabla inferior muestra resultados de Nitrógeno obtenidos con la unidad NDA701 Dumas y el sistema Velp Kjeldahl.

Dumas		Kjeldahl	
Fertilizante 1 (mg)	Nitrógeno %	Fertilizante 1 (mg)	Nitrógeno %
109.1	3.280	533.7	3.219
116.0	3.232	519.9	3.228
101.9	3.237	509.9	3.226
133.2	3.238	538.9	3.252
Media ± SD%	3.246 ± 0.022	3.231 ± 0.014	
RSD% *	0.688%	0.444%	
Fertilizante 2 (mg)	Nitrógeno %	Fertilizante 2 (mg)	Nitrógeno %
224.5	1.233	1074.2	1.233
212.1	1.235	1007.6	1.241
215.0	1.249	997.1	1.235
208.8	1.245	1230.4	1.259
Media ± SD%	1.241 ± 0.008	1.242 ± 0.012	
RSD% *	0.623%	0.953%	
Fertilizante 3 (mg)	Nitrógeno %	Fertilizante 3 (mg)	Nitrógeno %
26.6	30.522	151.3	30.449
14.6	30.460	171.2	30.029
46.8	30.081	155.9	30.506
24.5	30.451	151.8	30.270
Media ± SD%	30.379 ± 0.201	30.314 ± 0.215	
RSD% *	0.661%	0.709%	
Fertilizante 4 (mg)	Nitrógeno %	Fertilizante 4 (mg)	Nitrógeno %
147.6	2.495	1048.0	2.492
150.2	2.510	1010.0	2.509
109.1	2.493	991.8	2.485
163.2	2.484	970.7	2.502
Media ± SD%	2.495 ± 0.011	2.497 ± 0.011	
RSD% *	0.432%	0.428%	

CONCLUSIÓN

VELP es una compañía líder en el diseño de instrumentos para la determinación de Nitrógeno por la vía tradicional Kjeldahl y por el innovador método de combustión Dumas.

La obtención de valores dentro del rango de nitrógeno esperado, demuestran la elevada funcionalidad operativa de los analizadores VELP, Kjeldahl y Dumas NDA 701.

Excelente repetitividad de ambas técnicas, demuestra los bajos valores de RSD obtenidos.

El equipo de combustión NDA 701 Dumas dispone asociado la elevada productividad y trabajo sin paradas que es ideal para laboratorios con elevada cantidad de muestras ya que solo precisa 3-4 minutos por análisis.

El sistema VELP Kjeldahl utiliza las tabletas de catalizador KJTabs™, que es una robusta solución que ofrece versatilidad y ajusta cada paso del proceso.

En conclusión ambas técnicas son eficientes y adecuadas para la determinación de Nitrógeno en fertilizantes líquidos con elevada precisión y repetitividad.

VELP dispone de un amplio rango de soluciones para la determinación de Nitrógeno que pueden ajustarse a sus necesidades exactas.



DKL 20



NDA 701



UDK 159





Copyright © Velp Scientifica

Rafer INNOVACIÓN
TECNOLÓGICA
PARA LABORATORIO

www.rafer.es

Barcelona	Bilbao	La Coruña	Madrid	Málaga	Sevilla	Valencia	Zaragoza	Lisboa
93 645 50 28 barcelona@rafer.es	94 499 85 80 bilbao@rafer.es	981 93 89 26 galicia@rafer.es	91 365 15 70 madrid@rafer.es	639 359 792 malaga@rafer.es	954 369 334 sevilla@rafer.es	96 340 48 00 levante@rafer.es	976 23 74 00 rafer@rafer.es	21 154 19 98 lisboa@rafer.es