

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

Código: LB-ST-GPD-LQC-0045	Revisión: 09	
Emitido por: Laboratorio Químico Metalúrgico	Revisado por: Ximena Moreira	Aprobado por: Maritza Jofre
Fecha: 25-08-2008	Fecha : 20-09-2024	Fecha : 20-09-2024

Fecha de primera Edición: 25-08-2008			
Revisión	Fecha	Descripción del Cambio	Responsable
01	25-08-2008	Cambio de formato	Superintendente Control de Calidad
02	26-08-2008	Verificación de códigos por lista maestra	Superintendente Control de Calidad
03	07-08-2013	Revisión de descripción de actividad	Jefe de Laboratorio Químico Metalúrgico
04	22-05-2014	Revisión General	Jefe de Laboratorio Químico Metalúrgico
05	27-11-2015	Revisión General	Jefe de Laboratorio Químico Metalúrgico
06	13-11-2021	Revisión del contenido	Jefe de Laboratorio Químico Metalúrgico
07	04-03-2023	Revisión del contenido	Jefe de Laboratorio Químico Metalúrgico
08	29-06-2024	Cambio de Procedimiento	Jefe de Laboratorios
09	20-09-2024	Actualización de acuerdo con el control documental (sin vigencia)	Jefe de Laboratorio

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045 Aprobado por : Maritza Jofre C Revisión : 09 Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026	Última Revisión : 20-09-2024 	1 de 9
---	--	---------------

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

1. OBJETIVOS.

Establecer la metodología analítica para la determinación de Nitrato en soluciones acuosas por destilación y volumetría ácido-base.

2. RECURSOS MATERIALES.

- 2.1 Solución de hidróxido de sodio 50%P/V
- 2.2 Aleación Devarda.
- 2.3 Solución de ácido clorhídrico 0.01 N.
- 2.4 Solución de ácido bórico 0.6 M.
- 2.5 Indicador mixto 5 (para titulación amoniacal).
- 2.6 Equipo destilación Kjeldhal.
- 2.7 Solución sintética de 100 ppm NO_3 y 200 ppm NO_3 en matriz de cobre ácida.
- 2.8 Manto calefactor.
- 2.9 Material de laboratorio.
- 2.10 Agua destilada.

3. GENERALIDADES.

La Destilación es la separación por arrastre con vapor del amoníaco (NH_3) y posterior solubilización en una solución ácida de concentración conocida. En esta etapa se adiciona NaOH a la disolución de amonio obtenida previamente, generándose amoníaco (NH_3) y vapor de agua, que arrastra al mismo. La solubilización posterior en la solución ácida permite la conversión de amoníaco (NH_3) a catión amonio

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045	Última Revisión : 20-09-2024	2 de 9
Aprobado por : Maritza Jofre C		
Revisión : 09		
Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026		

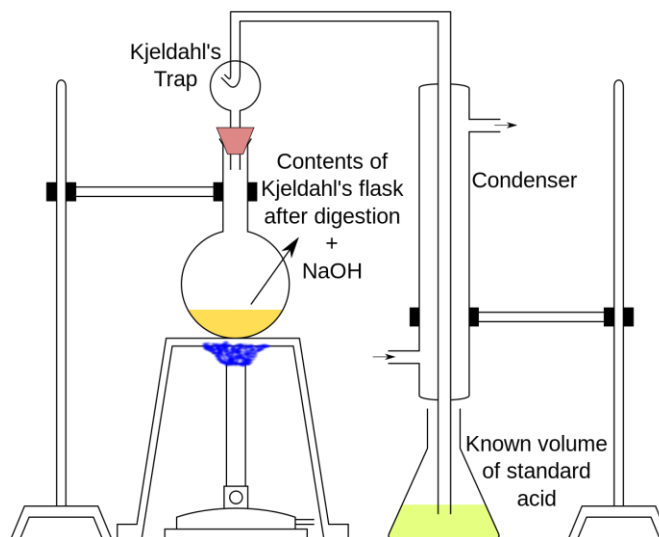
NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

(NH_4^+), el cual se encuentra junto con el exceso de solución ácida añadido. El amoníaco (NH_3) puede recogerse sobre dos medios: ácido fuerte en exceso de concentración conocida, o bien, ácido bórico en exceso no medido.

La Valoración es la medición de la cantidad de ácido neutralizado por el amoníaco disuelto, lo que indica la cantidad de Nitrógeno presente en la muestra inicial.

Según el medio de recogida en la destilación, el amonio se valora de dos formas:

- recogida sobre ácido fuerte en exceso medido: se emplea una base (álcali) y el indicador rojo de metilo.
- recogida sobre ácido bórico en exceso no medido: se emplea un ácido y el indicador rojo de metilo y verde de bromocresol como indicador (indicador mixto 5).



Esquema basico de un destilador Kjeldhal.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 09

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

3 de 9

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

4. DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD

4.1. Pretratamiento de la muestra

4.1.1. Tomar una alícuota de 50 ml de la muestra y trasvasiar a un vaso precipitado de 250ml.

4.1.2 Adicionar lentamente y en pequeñas cantidades la solución de hidróxido de sodio 50%P/V. (fig.)



4.1.3 Colocar el vaso precipitado de 250 en una bandeja metálica con agua y hielo (fig.)



Código : LB-ST-GPD-LQC-0045

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 09

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

4 de 9

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

4.1.4 Adicionar la solución de hidróxido de sodio 50%P/V a la muestra. hasta formar un coloide gelatinoso. Agitar en forma continua durante el proceso de adición de la solución hidróxido de sodio 50%P/V (fig.)



4.1.5 Posteriormente filtrar en embudo con papel filtro 413. Lavar el precipitado con 50 ml de agua destilada (fig.).



4.1.6 El filtrado es recuperado para su posterior destilación

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 09

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

5 de 9

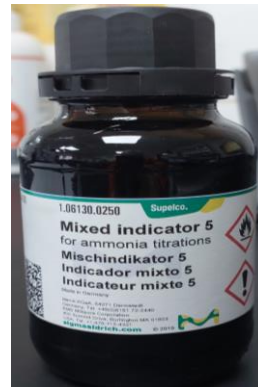
NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

4.2. Destilación de la muestra

4.2.1. Enjuagar meticulosamente el material a utilizar con agua destilada.

4.2.2. Tomar 50 ml de solución estandarizada de ácido bórico 0.6 M con pipeta, trasvasar a matraz Erlenmeyer de 250 mL.

4.2.3. Adicionar gotas de indicador mixto 5 y poner bajo la columna de destilación, asegurarse de que la cánula del refrigerante quede cubierta por la solución (fig.)



4.2.4. Tomar la totalidad de la muestra pretratada y depositar en el reactor de vidrio del equipo Kjeldhal.

4.2.5. Agregar 25 ml de solución hidróxido de sodio 50% P/V, 3 grs de devarda en el reactor de vidrio del equipo Kjeldhal. Colocar la unión de la columna de destilación (fig).

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 09

Última Revisión : 20-09-2024

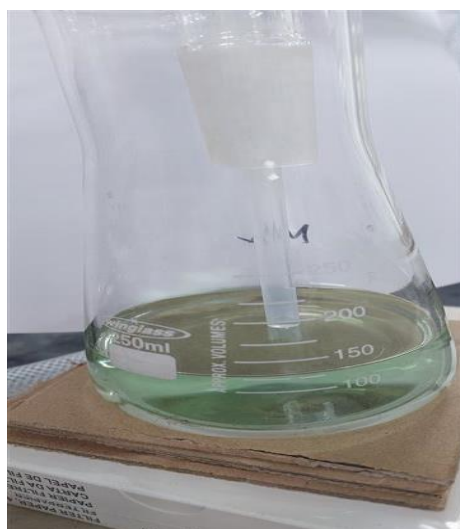
Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

6 de 9

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL



4.2.6. Calentar y destilar hasta 200 ml aproximadamente en matraz Erlenmeyer(fig.)



4.2.7. Valorar con solución de ácido clorhídrico 0.01 N hasta viraje del indicador (fig.)

Inicio titulación

Punto final de titulación

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 09

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

7 de 9

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL



4.2.8. La concentración de nitrato se obtiene como sigue:

$$\text{NO}_3^- \text{ g/L} = \frac{(V_{\text{HCl}} * C_{\text{HCl}} * 62.0049 \text{ g/mol})}{\text{Volumen de alícuota muestra}}$$

V_{HCl} Gasto de volume titulante ácido clorhídrico 0.01N

C_{HCl} Concentración del titulante ácido clorhídrico 0.01N

Peso molecular NO₃⁻: 62.0049 g/mol

Volumen de alícuota muestra: 50 ml

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 09

Última Revisión : 20-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026

8 de 9

NITRATO POR DESTILACION KJELDHAL

5. MEDIDAS DE PREVENCIÓN.

El equipo de protección personal es: Guantes de nitrilo, gafas de seguridad, tenida antiácida y zapatos de seguridad.

Código : LB-ST-GPD-LQC-0045	9 de 9
Aprobado por : Maritza Jofre C	
Última Revisión : 20-09-2024	
Revisión : 09	
Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 19/01/2026	