

**ESCOLA SUPERIOR DE AGRICULTURA "LUIZ DE QUEIROZ"**  
**DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS**  
**LCE 116 – QUÍMICA ANALÍTICA INORGÂNICA PRÁTICA**  
**AULA PRÁTICA 3 – 10 e 13/04/2023**

**DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO EM AMOSTRA DE FERTILIZANTE**

## **1 ETAPAS PREVIAMENTE REALIZADAS**

### **1.1 Preparo da solução aquosa de fertilizante**

**1.1.1** 80,25 g de uma mistura hidrossolúvel contendo uréia [ $\text{H}_2\text{N-CO-NH}_2$ ] e um material inerte foram transferidos para bquer de 500 mL e dissolvidos com o auxílio de um bastão de vidro em 350 mL de água deionizada. Em seguida, a solução foi transferida com o auxílio de um funil para balão volumétrico de 500 mL cujo volume foi completado com água deionizada.

## **2 ETAPAS A SEREM REALIZADAS NO LABORATÓRIO**

### **2.1 CONVERSÃO DE TODO O NITROGÊNIO À $\text{NH}_4$ (AMÔNIO)**

**2.1.1** Transferir, com o auxílio de pipetador e de pipeta volumétrica, **5 mL** da solução de fertilizante para frasco Kjeldahl;

**2.1.2** Com o auxílio de um dispensador adicionar 5 mL de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrado ao frasco Kjeldahl que contém a solução de fertilizantes;

**2.1.3** Colocar o frasco Kjeldahl em bloco aquecedor situado em capela de exaustão de gases e aquecer a mistura por 10 minutos;

**2.1.4** Aguardar o resfriamento da mistura;

**2.1.5** Com o auxílio de um funil transferir o material digerido para balão volumétrico de 100 mL;

**2.1.6** Completar o volume com água destilada e homogeneizar a solução (**EXTRATO**);

### **2.2 DESTILAÇÃO**

#### **2.2.1 Adicionar em frasco de Erlenmeyer de 250 mL:**

- 10 mL de solução de  $\text{H}_3\text{BO}_3$  2% (m/v) contendo mistura de indicadores (**DISPENSADOR**)
- $\pm$  100 mL de água destilada.

**OBS.** O frasco de Erlenmeyer será colocado no destilador de modo que o tubo de saída de vapor fique mergulhado na solução.

**2.2.2** Transferir, com auxílio de pipetador automático e de pipeta volumétrica, 10 mL do **EXTRATO** para tubo de vidro do destilador.

**2.2.3** Acoplar o tubo contendo o **EXTRATO** ao destilador e adicionar ao mesmo 20 mL de solução de NaOH  $2,5 \text{ mol L}^{-1}$ .

**2.2.4** Destilar por 3 minutos.

## **2.3 TITULAÇÃO**

**2.3.1** Transferir solução padronizada de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  $0,0500 \text{ mmol mL}^{-1}$  para bureta de 50 mL;

**2.3.2** Titular a solução contida no frasco de Erlenmeyer com solução padronizada de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $0,0500 \text{ mol L}^{-1}$ . A titulação será feita até a cor da solução contida no frasco de Erlenmeyer passar de **azul** para **salmão claro**. Anotar o volume (mL) de solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  consumido até o ponto final da titulação.

## **2.4 TESTE EM BRANCO**

O teste em branco é realizado para se quantificar nitrogênio eventualmente presente na análise como contaminante, ou seja, nitrogênio **não** proveniente da amostra. Basicamente, o teste em branco é feito juntamente com a análise e consiste na realização de **todos os procedimentos** analíticos descritos nos itens 2.2 e 2.3, **porém sem a adição da amostra**. O teste em branco foi realizado previamente pela técnica e o volume (mL) de solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  nele consumido foi de 0,1 mL.

## **3. CALCULAR O TEOR DE NITROGÊNIO PRESENTE NO FERTILIZANTE [% (m/m)]**