

DETERMINACION DEL NITROGENO

Por el profesor Ing. Químico MANUEL CARRANZA MARQUEZ en colaboración con el Dr. GUILLERMO ALLIOTTA y de las ayudantes Srtas. Alba Domenech y Elma Paniagua

El presente método elaborado con el objeto de simplificar el de Kjeldahl da, como se verá por la comparación analítica que se indica a continuación, resultados más exactos y más rápidos que el anterior, con la ventaja de que los reactivos que se emplean son menos costosos.

La observación hecha de que las sustancias carbonizadas con el ácido sulfúrico son rápidamente oxidadas y reducidas por el persulfato de sodio y el peróxido de hidrógeno los que transforman al nitrógeno orgánico en nitrógeno amoniacal, indujo a los autores a probar este método sobre su utilización cuantitativa.

Después de muchos ensayos se llegó a la conclusión que podía operarse con menores cantidades que las indicadas por el método de Kjeldahl, por lo que hace que este método sirva también para la determinación del nitrógeno en el microanálisis.

Para comprobar la exactitud del procedimiento se han hecho análisis comparativos con el método Kjeldahl, obteniéndose por el presente método resultados más exactos. Por los ensayos hechos hasta ahora, sirve para los mismos cuerpos químicos que el método de Kjeldahl.

En las determinaciones hechas con núcleos nitrogenados, nitro y diazo cuerpo falla, como lo hace el método anterior. Sin embargo, deja la posibilidad de que, buscando una manera de romper los núcleos con sustancias que no descompongan al peróxido, pueda llegarse a la determinación del nitrógeno.

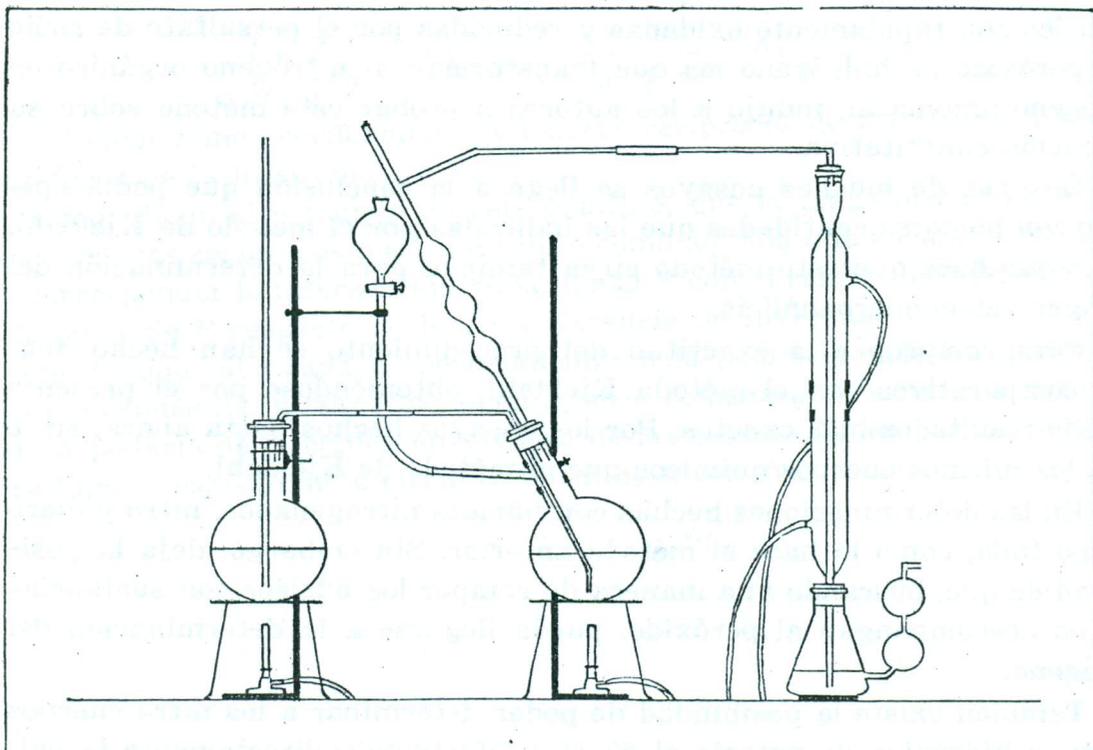
También existe la posibilidad de poder determinar a los nitro cuerpos tomando hidróxido de potasio al 60 % y efectuando directamente la oxidación y reducción con peróxido de sodio y peróxido de hidrógeno, y recogiendo inmediatamente el amoníaco que se forma desde el primer momento.

El procedimiento varía según las sustancias, pues para aquellas que carbonizan con mucha facilidad, como la leche, harina, carne y otros cuerpos albuminoideos, como heces de animales, aves (guano), se debe primero agregar el peróxido de hidrógeno agitándolo para formar una masa

homogénea, y después, ácido sulfúrico, tal como se indica a continuación para cada caso.

A la sustancia se agregan 20 c.c. de ácido sulfúrico concentrado y 7 g. de persulfato de potasio, con lo que se carboniza; después se agregan 20 c.c. de peróxido de hidrógeno, 20 volúmenes % se calienta débilmente primero y en seguida con toda la llama; diez minutos más tarde se agregan otros 20 c.c. de peróxido de hidrógeno y otros 2 gramos de persulfato de sodio, calentando siempre, notándose que el líquido se va poniendo transparente hasta que se vuelve claro del todo: lo que dura aproximadamente de 20 a 30 minutos, tiempo suficiente para que el nitrógeno se transforme en nitrógeno amoniacal.

Se enfría en el caño de agua y se agrega agua destilada, y se alcaliniza la solución agregándole 150 c.c. de hidróxido de sodio.



Se arma el aparato según el esquema: en él se puede observar que lleva una columna de destilación de tres bolas para asegurar que pase solamente el amoníaco. Se deja caer por el embudo de separación 150 c.c. de hidróxido de sodio al 35 % que contiene unas gotas de fenolftaleína y se procede a desalojar el amoníaco (en corriente de vapor) recibiendo en un Erlenmeyer que contiene 100 c.c. de ácido sulfúrico N/10.

Si la sustancia no es proteica se toman 0,14 gramos, y si es proteica, el producto obtenido de multiplicar 0,14 por el factor 6,37 o por el indicado en cada caso.

Entonces los c.c. de hidróxido de sodio N/10 gastados indican directamente la cantidad de nitrógeno porcentual de la respectiva sustancia.

Leche en polvo: El producto tomado es un producto comercial que indicaba un contenido de nitrógeno proteico de 28 %.

Se tomaron, como se indicaba anteriormente 0,8918 g. ($6,3 \times 0,14$); se agregaron 20 c.c. de agua oxigenada y después, siguiendo el método descrito se obtuvo el dato indicado por la fábrica. Mientras que el método de Kjeldahl daba un porcentaje de 24.07.

Leche condensada: Indicaba 8 %. El resultado obtenido por este método fué de 8,2 % y por el método de Kjeldahl 7,7 %.

La leche condensada fué puesta en un balón Engler sin tomar la cantidad indicada anteriormente, por la dificultad que ofrece para medir cantidades exactas: se pesó primeramente una cantidad cualquiera en un vaso de precipitado y se dejó caer parte en el balón; por diferencias de pesadas se determinó la cantidad exacta. Se agregó después agua oxigenada siguiendo el procedimiento conocido.

De muestras de harina se tomaron 8,75 g. ($6,25 \times 0,14$), obteniendo valores correspondientes en relación con el gluten aumentado en el porcentaje que indican los libros de Eromatología (0,5 a 1 %).

Se hicieron mezclas con sustancias libres de nitrógeno obteniendo siempre resultados exactos.

Benzidina: Esta sustancia fué tratada de la siguiente manera: como es una diamina secundaria se le agregó primero el ácido sulfúrico y después el agua oxigenada y el persulfato en la forma indicada anteriormente, obteniéndose el siguiente resultado: 13.87 % de N.

Cistina: Se tomaron 0,56 de sustancia ($0,14 \times 4$) y se le agregó ácido sulfúrico siguiendo el método conocido. Los resultados obtenidos dieron un promedio de 11,8.

El valor teórico es 12.

Indigo: Se efectuaron las mismas operaciones que con las sustancias anteriores que no son proteicas.

Se obtuvo el resultado teórico.

Estricnina: Se procedió de idéntica forma obteniendo un valor de 7,5, muy aproximado al porcentaje teórico.

Urea: Dió también idéntico resultado.

De los resultados anteriores se puede ver claro la ventaja de la modificación propuesta, ya que no solamente juega papel importante el fac-

tor tiempo, por la rapidez de la disgregación, sino que también se obtiene una mayor exactitud.

Determinación del guano: Se determinó agregándole primero peróxido de hidrógeno, 20 ml. de ácido sulfúrico concentrado y después 7 g. de peróxido de sodio y 20 ml. más de peróxido de hidrógeno. Se obtuvieron, comparándolo con el método Kjeldahl:

Método modificado: 14.2 %.

Método Kjeldahl: 13,2 %.

Resumen: La modificación propuesta consiste en tomar la sustancia orgánica que se desea analizar en un balón Engler con columna de destilación de tres bolas y agregarle, si no es sustancia proteica, conjuntamente 20 ml. de ácido sulfúrico, 20 ml. de peróxido de hidrógeno al 20 % y 7 g. de peróxido de sodio; después de 15 minutos se agregan al líquido oscuro 20 ml. más de peróxido de hidrógeno. Se calienta fuertemente hasta la decoloración; se basifica con hidróxido de sodio al 35 % y se destila con arrastre de vapor.

Si la sustancia es proteica se trata primero con 20 c.c. de peróxido de hidrógeno al 20 % y después con ácido sulfúrico, calentando 2 ó 3 minutos; se agrega el persulfato y se procede como anteriormente.

Los valores son idénticos o mejores que con el método Kjeldahl.

Se indica también una posibilidad para poder determinar los diazocuerpos y neutro cuerpos y núcleos azóicos siguiendo un método especial en presencia del persulfato de sodio.