

7.2. Muestra para análisis.

Poner algunos trozos de porcelana o perlas de vidrio para controlar la ebullición en el matraz kjeldahl; después añadir aproximadamente 15 gramos de sulfato de potasio anhidro y 0,5 gramos de sulfato de cobre.

Pesar aproximadamente 2 gramos de muestra preparada con una precisión de 0,001 gramos sobre un pedazo de papel sulfurado.

Introducir el papel y la muestra para análisis en el matraz kjeldahl.

7.3. Determinación.

Añadir en el matraz kjeldahl 25 ml. de ácido sulfúrico. Mezclar suavemente la solución por rotación. Puede ser introducido un tapón piriforme de vidrio en el cuello del matraz, con el extremo afilado hacia el fondo.

Situar el matraz en posición inclinada (inclinación de aproximadamente 40° de la vertical) sobre el dispositivo de calefacción. El calor debe ser suave hasta que cese la formación de espuma y el contenido esté completamente licuado. Después atacar vigorosamente y haciendo girar periódicamente al matraz, hasta que el líquido sea completamente transparente y con un matiz azul verdoso, mantener al líquido en ebullición durante una hora y media.

La totalidad del ataque se debe efectuar en un mínimo de dos horas.

Tener cuidado para que el líquido condensado no escurra sobre la pared exterior del matraz. Evitar que se escape demasiado ácido sulfúrico por un calentamiento excesivo durante el ataque; esto puede traer consigo pérdidas de nitrógeno.

Dejar enfriar hasta aproximadamente 40° C. y añadir con prudencia 50 ml. de agua, mezclar y dejar enfriar. Poner 50 ml. de solución de ácido bórico en un erlenmeyer de 50 ml. mediante una probeta graduada, poner cuatro gotas de solución de indicador, mezclar y situar el matraz bajo el refrigerante del aparato de destilación, de forma que la extremidad de la alargadera quede sumergida en el líquido.

Operar sobre el contenido del matraz kjeldahl según una de las técnicas, siguientes:

a) En caso de destilación por vapor.

Trasvasar el contenido del matraz kjeldahl al aparato de destilación y aclarar el matraz con 50 ml. de agua aproximadamente. Añadir 100 ml. de hidróxido sódico mediante una probeta graduada y verterlo con cuidado a lo largo del cuello inclinado del matraz, con el fin de que las dos capas no se mezclen en el matraz. Acoplar en seguida al matraz la cabeza de destilación. Calentar el líquido alcalino pasando vapor a su través hasta ebullición, y mantenerlo así durante veinte minutos. Calentar al principio totalmente, con el fin de reducir la formación de espuma. El volumen de destilación recogida debe ser al menos de 150 ml.

b) En caso de destilación ordinaria.

Diluir con precaución el contenido del matraz kjeldahl con 300 ml. de agua y agitar por rotación.

Trasvasar, si es necesario, a un matraz de litro. Después de aproximadamente quince minutos, añadir 100 ml. de solución de Na OH por medio de una probeta graduada y verterlo con cuidado a lo largo del cuello inclinado del matraz, con el fin de que las capas no se mezclen en el matraz. Acoplar inmediatamente la cabeza de destilación al matraz.

Destilar al menos 150 ml. de líquido, igual si la mezcla presenta sobresaltos irregulares. Continuar la destilación hasta que la mezcla comienza a presentar fuerte barboteo, hasta la obtención de 250 ml. de destilado. Asegurarse de que el destilado está efectivamente frío y evitar que la solución de ácido bórico no se caliente.

En los dos casos justos antes del final de la destilación descender el erlenmeyer, con el fin de que la extremidad de la alargadera esté por debajo del nivel del líquido. Lavar la extremidad de la alargadera (por el interior y por el exterior) con un poco de agua.

Asegurarse que la destilación del amoníaco se ha realizado por completo por medio de un papel de tornasol rojo humedecido con agua destilada; su color no debe ser modificado por el líquido procedente del refrigerante. Retirar el calor. Si la destilación demuestra ser incompleta, efectuar una destilación nueva, ajustándose cuidadosamente a las indicaciones.

Valorar el contenido del Erlenmeyer con la solución de clorhídrico. Anotar el número de ml. de solución de clorhídrico necesaria con una precisión de 0,02 ml. Efectuar dos determinaciones sobre la misma muestra preparada.

7.4. Prueba en blanco.

Efectuar siempre un ensayo en blanco (en duplicado) cuando utilicemos nuevos lotes de reactivos o nueva solución. Se recomienda efectuar una prueba en blanco periódicamente para los reactivos y soluciones que han dejado de ser utilizados durante algún tiempo.

Efectuar esta prueba en blanco, según el párrafo 7.3, utilizando solamente el papel sulfurado.

7.5. Advertencias.

Es igualmente posible efectuar la valoración sobre una parte alícuota del contenido del matraz kjeldahl. En estas condiciones, las modificaciones apropiadas deben ser adaptadas al aparato y a la norma de trabajo (cantidades y título de los reactivos, tiempo de destilación, volumen de líquido destilado). Estas modificaciones deben ser mencionadas en el proceso verbal.

8. Cálculo.

8.1. Sistema de cálculo y fórmula.

El porcentaje en masa de nitrógeno de la muestra es igual a:

$$\% N = \frac{F_{ClH} N_{ClH} 0,014 (V_{ClH} - V_0)}{M} \times 100$$

V_0 : Es el volumen en ml. de solución de ácido clorhídrico 0,1 N utilizado para la prueba en blanco.

V_{ClH} : Es el volumen en ml. de solución de ácido clorhídrico 0,1 N utilizado para la muestra.

M : Es la masa en gramos de la muestra.

N_{ClH} : Es la normalidad del ClH .

F_{ClH} : Es el factor.

Nota.—Si la solución titulada utilizada no tiene exactamente el título indicado en el párrafo 4.6, debe ser utilizado un factor apropiado para el cálculo de resultados.

Tomar como resultado la media aritmética de dos determinaciones si las condiciones de reproductividad son buenas. Dar el contenido en nitrógeno en tanto por ciento en masa, con una precisión de 0,01 gramos de nitrógeno por 100 gramos de muestra.

8.2. Reproductividad.

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultánea o rápidamente, la una después de la otra por el mismo proceso, no debe exceder de 0,10 gramos de nitrógeno por 100 gramos de muestra.

9. Advertencias.

9.1. La determinación debe ser efectuada en una habitación exenta de vapor de amoníaco.

9.2. El nitrógeno procedente de compuestos orgánicos no proteicos son incluidos en la determinación y, por tanto, los resultados del contenido en proteínas serán inexactos si éste es calculado a partir del contenido en nitrógeno.

Si del contenido en nitrógeno se quiere expresar el contenido en proteínas, hay que indicar el coeficiente utilizado.

10. Referencias.

1. Norma internacional ISO R 937.

MINISTERIO DE ASUNTOS EXTERIORES

19981

CORRECCION de error del Instrumento de Ratificación del Convenio Internacional sobre Transporte de Mercancías por Ferrocarril (CIM), hecho en Berna el 7 de febrero de 1970. (Conclusión.) «Boletín Oficial del Estado» número 197, de 18 de agosto de 1975.

En las figuras 6A, 6B, 6C y 6D de las etiquetas de peligro debe sustituirse la palabra «radioactivo» por la palabra «radiactivo».

Lo que se hace público para conocimiento general.

Madrid, 11 de septiembre de 1975.—El Secretario general Técnico, Enrique Thomas de Carranza.