

# La Micro Destilación del Amoníaco en el Método de Kjeldahl

Q.I. SIMÓN DITTRICH y JUAN X. DE VRIES

*Instituto de Química — Facultad de Química y Farmacia*

## S U M M A R Y

The ammonia produced through the breaking down of an organic material by Kjeldahl's method can be distilled in micro-analytical amounts with extreme efficiency.

The advantages of this method-carried out on a few milligrams of material are so many that its detailed description has been considered convenient in order to promote its spreading.

El amoníaco resultante de la destrucción de la sustancia orgánica por el método de Kjeldahl <sup>(1, 2, 3)</sup> puede destilarse en la escala micro-analítica con una eficiencia extraordinaria.

Son tantas las ventajas de esta operación, realizada con miligramos de material, que consideramos interesante su descripción detallada para favorecer su difusión.

### *Generalidades*

En la microdestilación se emplea el aparato clásico compuesto del matraz de destilación, tubo en chicana y el refrigerante; la solución que contiene el amoníaco fijado como sulfato se alcaliniza y se destila recogiendo sobre un exceso de ácido valorado.

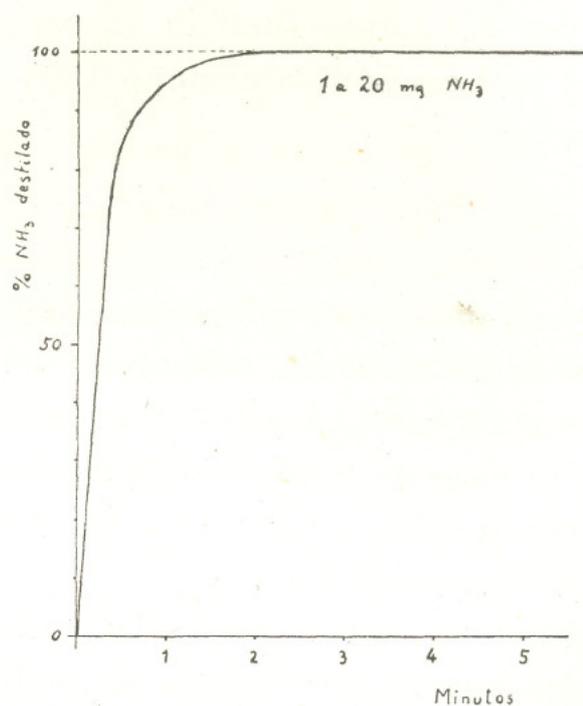
Para la microdestilación se emplea el aparato que describiremos más adelante. La operación se acelera grandemente, ya que el amoníaco

liberado al alcalinizar es arrastrado inmediatamente por una corriente de vapor o de aire<sup>(6)</sup>, el condensado se recoge sobre una solución ácida.

### *Eficiencia de la microdestilación*

Se realizaron ensayos destilando diferentes cantidades de amoníaco (1-20 mg.), variando el tiempo de destilación.

La curva obtenida es sensiblemente igual para las distintas cantidades de amoníaco. Se observa que al cabo de un minuto ya ha pasado a la solución ácida la mayor parte (aproximadamente un 95 %). A los dos minutos todo el amoníaco presente ha pasado al matraz receptor.



En la técnica que se describe más adelante se destila durante un tiempo total de cuatro minutos, asegurando un amplio margen de seguridad.

### *Valoración del amoníaco destilado*

Se puede adaptar a la microescala el método clásico, recogiendo sobre ácido valorado y determinando el exceso con álcali. Tiene el inconveniente de necesitar dos soluciones valoradas.

Para uso general hemos adoptado en nuestro Laboratorio el método de Winkler<sup>(2)</sup>. Se recoge el destilado sobre ácido bórico cuya

acidez basta para fijar el amoníaco pero no hace virar los indicadores empleados, por lo tanto el amoníaco se titula directamente con ácido valorado. Se consigue excelente precisión en el punto final empleando indicadores mixtos cuya zona de viraje coincide con el punto equivalente de la valoración. En la parte de reactivos se detallan los indicadores usados.

Para cantidades de nitrógeno muy pequeñas (menos de 1 mg.) puede emplearse el método iodométrico, determinando el exceso de ácido iodométricamente mediante la conocida reacción



La notable nitidez del punto final de la valoración del iodo con tiosulfato permite el trabajo con soluciones 0,005 N sin que la precisión se vea afectada.

### *Parte experimental*

#### REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser puros para análisis.

*Solución de hidróxido de sodio.* Disolver 100 g. de hidróxido sódico en agua, llevar a 200 ml. (A esta solución agregar 10 g. de tiosulfato de sodio, en el caso de haber empleado mercurio como catalizador en la kjeldalización).

*Solución de ácido bórico al 4 %.*

*Acido clorhídrico 0,02 - 0,1 N* según la cantidad de amoníaco a determinar. Se valora contra tetraborato de sodio o destilando una porción alícuota de una solución tipo de cloruro de amonio.

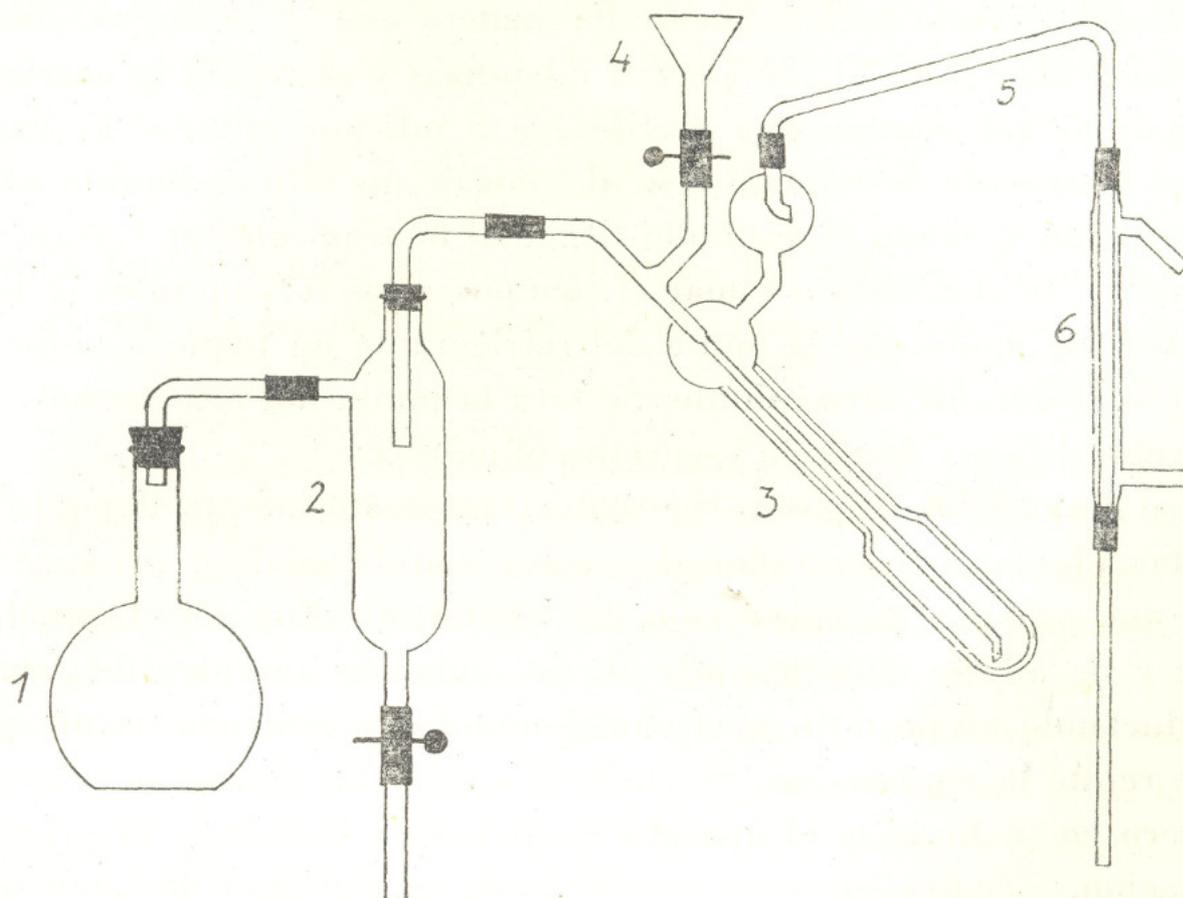
*Indicador mixto.* a) 5 volúmenes de solución de verde de bromocresol se mezclan con 1 volumen de rojo de metilo. Ambas soluciones son al 0,2 % en alcohol 96°. b) 2 volúmenes de solución de rojo de metilo se mezclan con 1 volumen de solución de azul de metileno. Las concentraciones y el solvente son los mismos que para a). Conservar en frasco oscuro. (Cualquiera de los dos indicadores da resultados satisfactorios; se prefiere el a) por su mayor estabilidad y nitidez en el viraje).

#### APARATOS

*Buretas.* Lo mejor es usar buretas de 10 ml. con apreciación de 0,01 ml.

*Aparato de microdestilación Kjeldahl.* El que se describe a continuación es el modelo clásico de Parnas - Wagner (3, 4, 5). Otros modelos están descritos en (5, 6, 7, 8, 9, 10, 11).

1 es el generador de vapor y consiste de un matraz de 1 litro lleno hasta la mitad de agua desilada acidulada con un poco de ácido sulfúrico, y con algunos trozos de piedra pómez para regularizar la ebullición. Está unido a 2, que es la trampa de vapor, con un drenaje en



su parte inferior. A 2 le sigue el matraz de destilación propiamente dicho con doble pared formando una camisa de vacío, y un embudo 4 por donde se introduce la muestra y el álcali. A las dos chicanas del matraz de destilación, le sigue un tubo de vidrio Pyrex o Jena con la camisa 6. La punta del tubo está sumergida en el líquido contenido en el matraz colector. Todo el aparato puede ser convenientemente montado en un solo soporte. Las dimensiones se pueden ver en (4, 10).

Si el aparato se usa por primera vez o no ha sido usado por largo tiempo, conviene lavarlo con una corriente de vapor durante una hora.

### *Destilación*

Esta se efectúa por arrastre del amoníaco de la solución alcalini-

zada contenida en 3, con el vapor de agua producido en 1.

En un matraz de 100 ml. se agrega 5,0 ml. de la solución de ácido bórico (Nota 1), 5 gotas de indicador, y se sumerge la punta del refrigerante en la solución. Con el agua del matraz generador de vapor en suave ebullición, la pinza 2 abierta y agua circulando por el refrigerante, se introduce la solución a destilar por el embudo 4, seguido de un cuidadoso lavado del mismo; se introduce por éste 5 ml. de la lejía alcalina (Nota 2) lentamente de manera que no se mezcle con la solución ácida (Nota 3). Se cierran las pinzas y se regula la corriente de vapor de tal manera que destile 4 a 5 ml. por minuto. El vapor pasa al matraz de destilación 3, y al cabo de un rato el líquido entra en ebullición. Cuando el destilado llegue al matraz colector (viraje del indicador), se comienza a tomar el tiempo; a los tres minutos se baja el matraz de modo que la punta del refrigerante no toque la solución y se destila durante otro minuto. Se lava la punta del refrigerante con unas gotas de agua destilada y se retira el matraz.

La limpieza del aparato se realiza automáticamente dejando de calentar el matraz generador de vapor, con lo cual se produce un vacío que provoca la reabsorción del líquido alcalino a la trampa de vapor y de allí se elimina abriendo la pinza. Se completa el lavado introduciendo un poco de agua por el embudo, y cerrando las dos pinzas se repite la reabsorción. Se vuelven a abrir las pinzas, se coloca el mechero en su lugar, y el aparato se encuentra listo para la próxima destilación.

### *Notas*

1) 5 ml. de ácido bórico 4 % pueden retener hasta 50 mg. de nitrógeno.

2) Se debe emplear 5 ml. de la lejía alcalina por cada ml. de ácido sulfúrico en la toma.

3) La cantidad total de líquido en el matraz de destilación debe ser de unos 30 ml.

### *Valoración*

El contenido del matraz se valora con la solución de ácido clorhídrico tipo. El viraje del indicador no presenta ninguna dificultad con

soluciones de normalidad mayor de 0,05. Con ácidos más diluídos es recomendable determinar el pequeño exceso de ácido necesario para virar el indicador en una prueba en blanco con ácido bórico y agua destilada.

Se pueden realizar de cuatro a seis destilaciones con sus correspondientes valoraciones en una hora.

Los autores están dispuestos a dar información complementaria y demostraciones en el Laboratorio de Análisis Orgánico del Instituto de Química de la Facultad.

## BIBLIOGRAFIA

- 1) Kjeldahl. — Z. Anal. Chem. 22 366 (1883).
- 2) Kolthoff-Stenger. — "Volumetric Analysis".
- 3) Pregl-Roth. — "Quantitative Organische Mikroanalyse". 4.<sup>a</sup> Ed.  
Pregl-Roth-Daw. — "Quantitative Organic Microanalysis". 3.<sup>a</sup> Ed.
- 4) Steyermark. — "Quantitative Organic Microanalysis".
- 5) Niederl-Niederl. — "Micromethods of Quantitative Organic Analysis".
- 6) Pregl-Roth. — "Quantitative Organische Mikroanalyse". 6.<sup>a</sup> Ed.
- 7) Kirk. — Mikrochemie 16 13 (1934).  
Kirk. — Anal. Ed. 8 223 (1936).
- 8) Fife. — Anal. Ed. 8 316 (1936).
- 9) Brant-Sievers. — Anal. Ed. 13 133 (1941).
- 10) Steyermark y otros. — Aanal. Chem. 23 523 (1951).
- 11) Scandrett. — Analyst 78 734 (1953).