



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-004-1981

**“FERTILIZANTES - DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL -
METODO DEL FOSFOMOLIBDATO DE QUINOLINA”**

*“FERTILIZERS-DETERMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS
QUINOLINIUM MOLIBDOPHOSPHATE METHOD”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes Organismos:

UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON.

LABORATORIO BANCO DE CREDITO RURAL.

SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
DIRECCION GENERAL DE EXTENSIONES AGRICOLA.
DEPARTAMENTO DE SUELOS Y LABORATORIOS.

SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL.

FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

“FERTILIZANTES - DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL -
METODO DEL FOSFOMOLIBDATO DE QUINOLINA”

“FERTILIZERS-DETERMINATION OF TOTAL PHOSPHORUS
QUINOLINIUM MOLIBDOPHOSPHATE METHOD”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método gravimétrico y su variante volumétrico para la determinación del fósforo total contenido en fertilizantes.

2 REFERENCIAS

Para la aplicación correcta de esta norma es indispensable la consulta de la siguiente Norma Mexicana vigente:

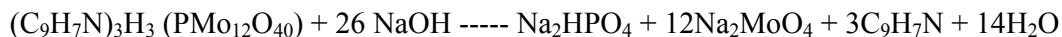
NMX-Y-035 Líquidos, Polvos y Gránulos - Procedimiento de muestreo.

3 PRINCIPIO

El método se basa en disolver y transformar los compuestos fosforados a tofosfatos, los cuales se precipitan como fosfomolibdato de quinolina el cual se cuantifica gravimétricamente o volumétricamente.

4 REACCIONES

La reacción de neutralización que se lleva a cabo es la siguiente:



5 REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

- 5.1 Acido nítrico (HNO₃), 69 - 71 %
- 5.2 Acido clorhídrico (HCl), 36.5 - 38 %
- 5.3 Acido sulfúrico (H₂SO₄), 95 - 98 %
- 5.4 Nitrato de sodio o de potasio (NaNO₃ ó KNO₃)

5.5 Acido perclórico (HClO_4), 70 - 72 %

5.6 Disolución de nitrato de magnesio al 9 %

5.7 Disolución de ácido cítrico - molibdico

a) Disolver 54 g de trióxido de molibdeno (MoO_3) y 12 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 400 cm^3 de agua caliente y dejar enfriar.

b) Disolver 60 g de ácido cítrico ($\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en una mezcla de 140 cm^3 de ácido clorhídrico (5.2) y 200 cm^3 de agua y dejar enfriar.

c) Agregar lentamente y con agitación; La disolución (a) a la disolución (b), enfriar, filtrar y diluir a 1000 cm^3 . Guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz. Esta disolución puede ser verde o azul y este color depende de la exposición a la luz, en el caso de que el color sea intenso, agregar gota a gota disolución de bromato de potasio al 1% hasta verde pálido.

5.8 Disolución de quinolina

Disolver lentamente y con agitación, 50 cm^3 de quinolina sintética ($\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$) en una mezcla de 60 cm^3 de ácido clorhídrico (5.2) y 300 cm^3 de agua, enfriar, diluir a 1000 cm^3 , filtrar y guardar en frasco de polietileno.

5.9 Reactivo "quimociac"

a) Disolver 70 g de molibdato de sodio ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 150 cm^3 de agua.

b) Disolver 60 g de ácido cítrico ($\text{H}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en una mezcla de 85 cm^3 de ácido nítrico (5.1) y 150 cm^3 de agua y enfriar.

c) Agregar lentamente y con agitación, la disolución (a) a la disolución (b).

d) Disolver 5 cm^3 de quinolina sintética ($\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$) en una mezcla de 35 cm^3 de ácido nítrico (5.1) y 100 cm^3 de agua.

e) Transferir lentamente y con agitación la disolución (d) a la disolución (c) mezclar perfectamente, dejar reposar 24 horas, filtrar, agregar 280 cm^3 de acetona (CH_3COCH_3), diluir con agua a 1000 cm^3 , homogeneizar y guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz.

5.10 Disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH), 0.3663 N

5.11 Disolución valorada de ácido nítrico (HNO_3), 0.3663 N

5.12 Mezcla de indicadores

- a) Disolución de azul de timol al 0.1 %. - Pesar 0.1 g de azul de timol y agregar 2.2 cm³ de disolución 0.1 N de hidróxido de sodio, disolver y llevar a 100 cm³ con disolución de metanol al 50 %.
- b) Disolución de fenolftaleína al 0.1 %. - Disolver 0.1 g de fenolftaleína en 100 cm³ de disolución de metanol al 50 %.
- C) Mezclar 3 volúmenes de (a) con 2 volúmenes de (b).

6 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y:

- 6.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g
- 6.2 Mufla eléctrica capaz de mantener 723 K (450°C)
- 6.3 Estufa eléctrica con regulador de temperatura capaz de mantener 473 ± 1 K ($200 \pm 1^\circ\text{C}$).
- 6.4 Asbesto (fibra media) o pulpa de papel.
- 6.5 Papel filtro Whatman No. 5 ó similar de 11 cm de diámetro
- 6.6 Papel filtro Whatman No. 7 ó similar de 11 cm de diámetro.

7 MUESTREO Y MUESTRAS

Las porciones para análisis se toman de la muestra representativa reducida obtenida de acuerdo a la Norma NMX-Y-035 vigente.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Precauciones de seguridad

SE DEBE TENER PRECAUCION CON EL MANEJO DEL ACIDO PERCLORICO, PARA EVITAR REACCIONES VIOLENTAS EN COMBUSTION HUMEDA CON ESTE ACIDO.

8.2 Porción de análisis

Pesar al 0.0001 g, aproximadamente 1 g de la muestra de análisis (véase 10.1).

8.3 Prueba testigo

Correr al mismo tiempo y usando el mismo procedimiento, una prueba testigo con la misma cantidad de todos los reactivos usados para la determinación.

8.4 Determinación

8.4.1 Preparación de la disolución de fósforo

Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados de 250 cm³ y tratar por cualquiera de las formas siguientes:

8.4.1.1 Compuestos fosforados con un contenido bajo de materia orgánica, por ejemplo: superfosfatos (simple y triple), fórmulas fertilizantes, fosfatos alcalinos, etc. Disolver la porción de análisis en 30 cm³ de ácido nítrico (5.1) y 3-5 cm³ de ácido clorhídrico (5.2), cubrir con vidrio de reloj y llevar a ebullición hasta la eliminación de vapores nitrosos (30 minutos para líquidos y suspensiones).

8.4.1.2 Compuestos fosforados con un contenido relativamente alto de fosfatos de hierro y aluminio y escorias básicas. Agregar a la porción de análisis 15-30 cm³ de ácido clorhídrico (5.2) y 3-10 cm³ de ácido nítrico (5.1) y llevar a ebullición hasta disolverla.

8.4.1.3 Compuesto fosforados con un alto contenido de materia orgánica, por ejemplo: pastas de oleaginosas, guanos, estiércol, etc. Se pueden seguir dos tratamientos:

8.4.1.3.1 Transferir la porción de análisis a una cápsula o crisol de porcelana, agregar 5 cm³ de disolución de nitrato de magnesio (5.6), evaporar a sequedad y calcinar en la mufla (6.2) a 723 K (450°C) hasta destruir la materia orgánica y disolver con ácido clorhídrico (5.2).

8.4.1.3.2 Agregar 5 cm³ de ácido nítrico (5.1) a la porción de análisis y 20-30 cm³ de ácido sulfúrico (5.3), mezclar, cubrir con vidrio de reloj y digerir en la placa de calentamiento hasta que cese la reacción violenta. Agregar nitrato de sodio o de potasio (5.4) en porciones de aproximadamente 0.5 g hasta que la disolución se decolore, dejar enfriar, agregar 150 cm³ de agua y llevar a ebullición, manteniendo así durante 5 minutos.

8.4.1.4 Todos los fertilizantes. Agregar 20 - 30 cm³ de ácido nítrico (5.1) a la porción de análisis, cubrir con vidrio de reloj, ebullición en la placa de calentamiento durante 30 - 45 minutos. Dejar enfriar y agrega 10 - 20 cm³ de ácido perclórico (5.5) llevando a ebullición suavemente hasta que desaparezcan vapores nitrosos. Si es necesario agregar porciones de 10 cm³ de ácido nítrico (5.1) tantas veces como se requiera para decolorar la disolución y enfriar. Agregar 50 cm³ de agua y llevar a ebullición durante 5 minutos.

8.4.2 Precipitación

Filtrar la disolución obtenida en 8.4.1 a través de papel filtro (6.5) y recibir el filtro en un matraz aforado de 250 cm³. Lavar dos veces con agua caliente, enfriar y llevar hasta la marca con agua. Medir una alícuota que contenga como máximo 25 mg de P₂O₅, esto con el fin de facilitar la posterior separación del precipitado y además, en el caso de la cuantificación gravimétrico, el secado del mismo. Transferir la alícuota a un matraz Erlenmeyer de 500 cm³ y diluir con agua a 100 cm³ aproximadamente. Para la operación de precipitación se puede seguir dos procedimientos.

8.4.2.1 Con disolución cítrico molibídico

Agregar 30 cm³ de disolución ácido cítrico - molibídico (5.7) momento en el cual no debe haber precipitados, y llevar a ebullición por 3 minutos en la placa de calentamiento. Retirar, agitar suavemente, agregar inmediatamente y con agitación continua 10 cm³ de disolución de quinolina (5.8) por medio de una bureta o pipeta, siendo agregados los primeros 4 cm³ gota a gota y el resto en forma continua.

8.4.2.2 Con reactivo "quimociac"

Agregar 50 cm³ de reactivo "quimociac" (5.9), cubrir con vidrio de reloj y llevar a ebullición por 1 minuto en la placa de calentamiento.

8.4.3 Cuantificación del precipitado

Enfriar la disolución con el precipitado obtenido en 8.4.2 a temperatura ambiente agitando 3 ó 4 veces durante este lapso. La cuantificación del precipitado puede realizarse por dos métodos:

8.4.3.1 Gravimétrico

Filtrar con ayuda de vacío la disolución, ya sea por medio de un crisol de vidrio o con un crisol Gooch previamente preparado con una capa de pulpa de papel (6.4) de espesor adecuado para una buena filtración. Los crisoles utilizados deben estar previamente secados en la estufa (6.3) a 473 K (200°C) y enfriar hasta masa constante, anotando la misma. Transferir todo el precipitado al crisol y lavar 5 veces con porciones de 25 cm³, dejando que pase el agua de cada lavado antes de agregar la siguiente porción. Secar el crisol y su contenido en la estufa a 473 K (200°C) por 45 minutos, enfriar en desecador hasta masa constante y anotar la masa.

8.4.3.2 Volumétrico

Filtrar la disolución con ayuda de un embudo de porcelana de doble pared y al vacío, preparado con papel filtro (6.6) y fibra de asbesto o pulpa de papel (6.4). Transferir todo el precipitado, lavar con porciones de 25 cm³ de agua, dejando que pase el agua de cada lavado antes de agregar la siguiente porción, hasta que con 20 cm³ de agua de lavado no vire una gota de la mezcla de indicadores (5.12) en presencia de una gota de disolución de hidróxido de sodio (5.10). Transferir el papel filtro y su contenido al matraz donde se hizo la precipitación, añadir aproximadamente 20 cm³ de agua, macerar el papel con ayuda de un agitador de vidrio y diluir aproximadamente a 100 cm³. Titular con disolución de hidróxido de sodio (5.10) hasta disolución completa del precipitado y añadir en un exceso de 4 cm³ aproximadamente. Inmediatamente después agregar 1 cm³ de mezcla de indicadores (5.12) y titular el exceso con disolución de ácido nítrico (5.11) hasta vire azul - gris y anotar las lecturas.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de fosfato total en la muestra, como porcentaje en masa de P₂O₅ ó P se calcula con las siguientes expresiones:

9.1.1 Para el procedimiento gravimétrico

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ ó P} = \frac{m_1 \times V_1 \times F_1}{V_2 \times m_0} \times 100$$

En donde:

m₁ es la masa del precipitado, en gramos, de fosfomolibdato de quinolina

V₁ es el volumen, en cm³, de la disolución de la porción de análisis

V₂ es el volumen, en cm³, de la alícuota de la disolución de la porción de análisis

m₀ es la masa, en gramos, de la porción de análisis

F₁ es el factor gravimétrico para convertir a P₂O₅ = 0.03208 y para P = 0.014

9.1.2 Para el procedimiento volumétrico

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ ó P} = \frac{(V_3N_3 - V_4N_4) V_1 \times F_2}{V_2 \times m_0} \times 100$$

V₃ es el volumen, en cm³, de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.10)

- N_3 es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.10)
- V_4 es el volumen, en cm^3 , de la disolución de ácido nítrico (5.11), gastado en la titulación
- N_4 es la normalidad de la disolución de ácido nítrico (5.11)
- V_1 es el volumen, en cm^3 , de la disolución de la porción de análisis
- V_2 es el volumen, en cm^3 , de la alícuota de la disolución de la porción de análisis
- m_0 es la masa, en gramos de la porción de análisis
- F_2 es el miliequivalente para $\text{P}_2\text{O}_5 = 0.14195$ y para $\text{P} = 0.03097$

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un mismo analista no debe ser mayor de 0.4 % del valor promedio de ambas determinaciones.

9.3 Reproducibilidad

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas por diferentes análisis en diferentes laboratorios, para una misma muestra, no debe ser mayor del 0.9 % de dicho promedio.

10 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

10.1 En el caso de que el contenido de fósforo sea menor de 5 % o mayor de 50 % se recomienda ajustar la masa de la porción de análisis, o bien el volumen de la disolución de la porción de análisis para medir alícuotas apropiadas.

10.2 El factor 0.03208 para P_2O_5 se determina de la siguiente forma:

$$\text{Factor gravimétrico para } \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{\text{Peso equivalente } \text{P}_2\text{O}_5 \quad 141.95}{2 \text{ peso equivalente } (\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_3\text{H}_3 (\text{PMO}_{12}\text{O}_{40}) \quad 2(2212.25)} = 0.03208$$

El factor 0.014 para P se determina de la siguiente forma:

$$\text{Factor gravimétrico para P} = \frac{\text{Peso equivalente P} \quad 30.97}{\text{peso equivalente } (\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_3\text{H}_3 (\text{PMO}_{12}\text{O}_{40}) \quad 2212.25} = 0.014$$

Fosfomolibdato de quinolina

11 INFORME DE RESULTADOS

El informe correspondiente a los resultados obtenidos para una muestra de laboratorio debe incluir las siguientes indicaciones:

- a) Datos relacionados con la muestra como:
 - Identificación y/o descripción
 - Datos sobre toma de la misma
 - Fecha de recepción de la muestra
 - Fecha de terminación del análisis
- b) Referencia al método empleado
- c) Resultados y métodos de expresión usados
- d) Aspectos irregulares observados durante la prueba
- e) Cualquier operación no incluida en esta norma o que fuese opcional y pudiera afectar los resultados.

12 BIBLIOGRAFIA

- 12.1 Official Methods of Analysis. 11ava. ed. AOAC. Washington, D. C. Sec. 2.017 - 2.028. 1970.
- 12.2 Analytical Methods. 2da. ed. N.P.F.I. Washington, D. C. Mét. 3.620,1968.
- 12.3 Laboratory Manual. T.V.A. Muscle Shoals, Alabama, p. 30-35.

México, D.F., Julio 22. 1981

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'S' shape with a horizontal line crossing it near the bottom.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Agosto 14, 1981