



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-025-1981

**FERTILIZANTES - DETERMINACION DE FOSFORO SOLUBLE
EN AGUA - METODO DEL FOSFOMOLIBDATO DE QUINOLINA**

*FERTILIZERS - DETERMINATION OF WATER SOLUBLE
PHOSPHORUS - QUINOLINIUM MOLIBDO - PHOSPHATE 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 SOLUBLE EN AGUA -
METODO DEL FOSFOMOLIBDATO DE QUINOLINA

FERTILIZERS - DETERMINATION OF WATER SOLUBLE
PHOSPHORUS - QUINOLINIUM MOLIBDO - PHOSPHATE METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

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

2 REFERENCIAS

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

NOM-Y-035 Líquidos, polvos y gránulos - Procedimiento de muestreo.

3 PRINCIPIO

El método se basa en disolver con agua los ortofosfatos, mismos que se precipitan como fosfomolibdato de quinolina, el cual se cuantifica gravimétrica 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 Disolución de ácido cítrico-molibdico

a) Disolver 54 g de trióxido de molibdeno (MoO₃) y 12 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 400 cm³ de agua caliente y dejar enfriar.

b) Disolver 60 g de ácido cítrico (H₃C₆H₅O₇.H₂O) en una mezcla de 140 cm³ de ácido clorhídrico (HCl) y 200 cm³ de agua y dejar enfriar.

c) Agregar lentamente y con agitación, la disolución (a) a la disolución (b), enfriar, filtrar y diluir a 1000 cm³. 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.

5.2 Disolución de quinolina

Disolver lentamente y con agitación, 50 cm³ de quinolina sintética (C₉H₇N) en una mezcla de 60 cm³ de ácido clorhídrico (HCl) y 300 cm³ de agua, enfriar, diluir a 1000 cm³, filtrar y guardar en frasco de polietileno.

5.3 Reactivo "quimociac "

a) Disolver 70 g de molibdato de sodio (Na₂MoO₄·2H₂O) en 150 cm³ de agua.

b) Disolver 60 g de ácido cítrico (H₃C₆H₅O₇·H₂O) en una mezcla de 85 cm³ de ácido nítrico (HNO₃) y 150 cm³ de agua y enfriar.

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

d) Disolver 5 cm³ de quinolina sintética (C₉H₇N) en una mezcla de 35 cm³ de ácido nítrico (HNO₃) y 100 cm³ de agua.

e) Transferir lentamente y con agitación la disolución (d) a la disolución (c), mezclar perfectamente, dejar reposar 24 horas, filtrar, agregar 280 cm³ de acetona (CH₃COCH₃), diluir a 1000 cm³, homogeneizar y guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz.

5.4 Disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH) 0.3663 N.

5.5 Disolución valorada de ácido nítrico (HNO₃), 0.3663 N.

5.6 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 Estufa eléctrica con regulador de temperatura, capaz de mantener 473 ± 1 K ($200 \pm 1^\circ\text{C}$).
- 6.3 Asbesto (fibra media) o pulpa de papel
- 6.4 Papel filtro Whatman No. 5 ó equivalente de 11 cm de diámetro
- 6.5 Papel filtro Whatman No. 7 ó equivalente de 11 cm de diámetro

7 MUESTREO Y MUESTRAS

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

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Porción de análisis

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

8.2 Determinación

8.2.1 Transferir la porción de análisis a un embudo de filtración rápida, preparado con papel filtro (6.4). Lavar con pequeñas porciones de agua de tal manera que se cubra toda la muestra, dejando pasar completamente el agua antes de añadir la siguiente porción. Recibir el filtrado en un matrazaforado de 250 cm^3 y coleccionar 200 cm^3 . Enjuagar el embudo y aforar.

8.2.2 De la disolución de fósforo obtenida en 8.2.1, medir una alícuota que contenga como máximo 25 mg de P_2O_5 , esto con el fin de facilitar la posterior separación del precipitado y además, en el caso de la cuantificación gravimétrica, el secado del mismo. Transferir la alícuota a un matraz Erlenmeyer de 500 cm^3 y diluir con agua a 100 cm^3 aproximadamente.

8.2.3 Para la operación de precipitación se pueden seguir dos procedimientos.

8.2.3.1 Con disolución cítrico molíbdico

Agregar 30 cm³ de disolución de ácido cítrico molíbdico (5.1) 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 (5.2) por medio de una bureta o pipeta, agregando gota a gota los primeros 4 cm³ y el resto en forma continua.

8.2.3.2 Con reactivo "quimociac"

Agregar 50 cm³ de reactivo "quimociac" (5.3), cubrir con vidrio de reloj y llevar a ebullición por 1 minuto en la placa de calentamiento.

8.2.4 Enfriar la disolución con el precipitado obtenido en 8.2.3 a temperatura ambiente agitado 3 ó 4 veces durante este lapso. La cuantificación del precipitado puede realizarse por dos métodos:

8.2.4.1 Gravimétrico

Filtrar con ayuda de vacío, la disolución, ya sea por medio de un crisol de vidrio o bien con un crisol Gooch previamente preparado con una capa de asbesto (6.3) de espesor adecuado para una buena filtración. Los crisoles utilizados deben estar previamente secados en la estufa (6.2) a 473 K (200°C) y enfriados hasta masa constante, anotando la misma. Transferir todo el precipitado al crisol y lavar 5 veces con porciones de 25 cm³ de agua, dejando que pase el agua de cada lavado antes de agregar la siguiente porción. Secar el crisol y su contenido en la estufa (6.2) a 473 K (200°C) por 45 minutos, enfriar en desecador hasta masa constante y anotar la masa.

8.2.4.2 Volumétrico

Filtrar la disolución con ayuda de un embudo de porcelana de doble pared y al vacío, preparado con papel filtro (6.5) y fibra de asbesto (6.3). 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 (5.6) en presencia de una gota de disolución de hidróxido de sodio (5.4). Transferir el papel filtro y su contenido al matraz donde se hizo la precipitación, añadir aproximadamente 20 cm³ de agua y macerar el papel con ayuda de un agitador de vidrio y diluir aproximadamente a 100 cm³ con agua. Titular con disolución de hidróxido de sodio (5.4) hasta disolución completa del precipitado y añadir de 3 - 4 cm³ de exceso. Inmediatamente después agregar 1 cm³ de mezcla de indicadores (5.6) y titular el exceso con disolución de ácido nítrico (5.5) hasta vire azul-gris y anotar las lecturas.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de fósforo soluble en agua en la muestra, se expresa como porcentaje en masa de P₂O₅ ó P, por medio de 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:

m_1 = es la masa, en gramos, del precipitado de fosfomolibdato de quinolina

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_1 = es el factor gravimétrico para convertir a $\text{P}_2\text{O}_5 = 0.03208$ y para $\text{P} = 0.014$

9.1.2 Para el procedimiento volumétrico

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

En donde:

V_3 = es el volumen, en cm^3 de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.4)

N_3 = es la normalidad de la disolución valorada de hidróxido de sodio (5.4)

V_4 = es el volumen, en cm^3 , de la disolución valorada de ácido nítrico (5.5) gastado en la titulación.

N_4 = es la normalidad de la disolución valorada de ácido nítrico (5.5)

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 analistas 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 P₂O₅ se determina de la siguiente forma:

$$\begin{aligned} \text{Factor gravimétrico para P}_2\text{O}_5 &= \frac{\text{Peso equivalente P}_2\text{O}_5}{2 \text{ peso equivalente (C}_9\text{H}_7\text{N)}_3\text{H}_3(\text{PMo}_{12}\text{O}_{40})} = \\ & \text{Fosfomolibdato de quinolina} \\ & \frac{141.95}{2(2212.25)} = 0.03208 \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Factor gravimétrico para P} &= \frac{\text{Peso equivalente P}}{\text{peso equivalente (C}_9\text{H}_7\text{N)}_3\text{H}_3(\text{PMo}_{12}\text{O}_{40})} = \\ & \text{Fosfomolibdato de quinolina} \\ & \frac{30.97}{2212.25} = 0.014 \end{aligned}$$

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. 12ava. ed. AOAC. Washington, D.C. Sec. 2.026 - 2.032.
- 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., Mayo 28, 1981

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a long horizontal stroke that loops back to the right.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.N6

Fecha de aprobación y publicación: Junio 19, 1981

Esta Norma cancela a la: NOM-Y-025-1969