

SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-027-1979

**“FERTILIZANTES - DETERMINACION DE POTASIO-METODO
VOLUMETRICO”**

*“FERTILIZERS - DETERMINATION OF POTASSIUM – VOLUMETRIC
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 EXTENSION AGRICOLA.

DEPARTAMENTO DE SUELOS Y LABORATORIOS.

ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO, S.A.

SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL.

FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

“FERTILIZANTES - DETERMINACION DE POTASIO-METODO VOLUMETRICO”

“FERTILIZERS - DETERMINATION OF POTASSIUM – VOLUMETRIC METHOD”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método volumétrico para la determinación de potasio contenido en fertilizantes.

2 REFERENCIAS

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

NMX-Y-035 Fertilizantes.- Método de muestreo de líquidos, polvos y gránulos.

3 PRINCIPIO

El método se basa en la reacción del potasio con un volumen conocido de disolución de tetrafenilborato de sodio, cuyo exceso se cuantifica volumétricamente con una disolución de sal cuaternaria de amonio.

4 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.

4.1 Formaldehído (HCHO), 37 - 39%

4.2 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH), 20%

4.3 Disolución de oxalato de amonio $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, 4%

4.4 Disolución de hidróxido de amonio (NH_4OH), 1 + 1

4.5 Disolución de bromuro de hexadeciltrimetil - amonio

4.5.1 Preparación

Pesar al 0.01 g, 6.40 g de bromuro de hexadeciltrimetil-amonio $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm^3 disolver con 600 cm^3 de agua, llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

4.5.2 Valoración

4.5.2.1 Tomar 5 cm^3 (V_1) de disolución de tetrafenil borato de sodio, transferir a un matraz Erlenmeyer de 125 cm^3 , agregar 25 cm^3 de agua destilada, 1 cm^3 de disolución de hidróxido de sodio (4.2) 2.5 cm^3 de disolución de formaldehído (4.1), 1.5 cm^3 de disolución de oxalato de amonio (4.3) y 8 gotas de disolución indicadora de amarillo Clayton (4.9).

4.5.2.2 Usando microbureta, titular con disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio (4.5.1), a ser valorada hasta el vire a un color rosa y anotar el volumen gastado (V_0).

4.5.2.3 Calcular la equivalencia de la disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio con respecto a la disolución de tetrafenilborato de sodio con la ecuación establecida de 8.1.1 Si es diferente de 2 agregar el agua o reactivo suficiente y proceder como en 4.5.2.1 a 4.5.2.3 hasta obtener $E = 2$ o un valor muy cercano.

NOTA: Normalmente este reactivo se conoce como cetavión o alquildimetilbencilamonio.

4.6 Disolución de tetrafenilborato de sodio

4.6.1 Preparación

4.6.1.1 Pasar al 0.1 g, 12.0 g de tetrafenilborato de sodio, disolver en 800 cm^3 de agua, agregar 25 g de hidróxido de aluminio [$\text{Al}(\text{OH})_3$] y agitar durante 5 minutos.

Filtrar a través de papel filtro Whatman No. 42 ó similar, recibiendo el filtrado a un matraz aforado de 1000 cm^3 , agregar al filtrado 2 cm^3 de disolución de hidróxido de sodio (4.2), llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

4.6.1.2 Colocar la disolución en un frasco de polietileno y dejar reposar dos días antes de efectuar su valoración.

4.6.2 Valoración

4.6.2.1 Tomar una alícuota de 15 cm^3 de la disolución de fosfato monopotásico (4.7), transferir a un matraz aforado de 100 cm^3 agregar 2 cm^3 de disolución de hidróxido de sodio (4.2), 5 cm^3 de disolución de formaldehído (4.1) y 43 cm^3 de disolución de tetrafenilborato de sodio (4.6.1.2), a ser valorada, llevar cuidadosamente hasta la marca con agua y homogeneizar.

4.6.2.2 Filtrar a través del papel filtro Whatman seco No. 5 ó similar, recibiendo el filtrado en un matraz Erlenmeyer de 125 cm^3 seco. Tomar una alícuota de 50 cm^3 y transferir a un matraz Erlenmeyer de 125 cm^3 .

4.6.2.3 Agregar 8 gotas de disolución indicadora de amarillo Clayton (4.9) y usado microbureta, titular el exceso de tetrafenilborato de sodio con disolución de bromuro de hexadeciltrimetil - amonio (4.5) valorada, hasta el vire a color rosa y anotar el volumen (V₂) gastado.

4.6.2.4 Calcular el factor de esta disolución usando la ecuación establecida en 8.1.2.

NOTA: La intensidad de la coloración rosa tomada en 4.6.2.3 debe ser la misma que en 4.5.2.2.

4.7 Disolución de fosfato de potasio monobásico

Pesar al 0.000 1 g, 2.5000 g de fosfato de potasio monobásico, transferir a un matraz aforado de 250 cm³, disolver con 150 cm³ de agua, agregar 50 cm³ de disolución de oxalato de amonio (4.3), llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

4.8 Disolución indicadora de bromocresol púrpura

Pesar al 0.001 g, 0.100 g de bromocresol púrpura transferir a un matraz aforado de 100 cm³, disolver con 20 cm³ de alcohol etílico (C₂H₅OH), llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

4.9 Disolución indicadora de amarillo Clayton

Pesar al 0.001, 40 mg de amarillo Clayton, transferir a un matraz aforado de 100 cm³, disolver con 50 cm³ de agua, llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

5 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y:

5.1 Balanza analítica precisa al 0.0001 g

5.2 Balanza granataria precisa al 0.1 g

5.3 Placa de calentamiento capaz de mantener 423 K ± 10 (150 ± 10°C).

5.4 Microbureta de 10 cm³, con divisiones cada 0.01 cm³

5.5 Papel filtro Whatman No. 2 o similar

5.6 Papel filtro Whatman No. 40 o similar

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

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Porción de análisis

Pesar al 0.0001 g, 2.5000 g de la muestra de análisis si el contenido de potasio (como K_2O) es menor o igual a 50 % y 1.2500 g para mayores concentraciones.

7.2 Determinación

7.2.1 Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados, agregar 125 cm³ de agua, 50 cm³ de disolución de oxalato de amonio (4.3), llevar a ebullición durante 30 minutos y dejar enfriar.

7.2.2 Agregar 3 gotas de disolución indicadora de bromocresol púrpura (4.8) y disolución de hidróxido de amonio (4.4) suficiente para que el indicador vire a color púrpura.

7.2.3 Filtrar a través de papel filtro (5.5), lavar el procedimiento con 2 porciones de 25 cm³ de agua, recibiendo el filtrado y lavado en un matraz aforado de 250 cm³, llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

7.2.4 Tomar una alícuota de 15 cm³, transferir a un matraz aforado de 100 cm³, agregar 2 cm³ de disolución de hidróxido de sodio (4.2) y 5 cm³ de disolución de formaldehído (4.1).

7.2.5 Agregar 1 cm³ de disolución de tetrafenilborato de sodio (4.6) por cada unidad de por ciento de K_2O que se suponga contiene la muestra, más un exceso adicional de 8 cm³ (V_3), llevar hasta la marca con agua, homogeneizar y dejar reposar 10 minutos (Ver 9.1).

7.2.6 Filtrar a través de papel filtro seco (5.6), recibiendo el filtrado en un matraz Erlenmeyer de 125 cm³. Tomar una alícuota de 50 cm³ y transferir a un matraz Erlenmeyer de 125 cm³.

7.2.7 Agregar 8 gotas de disolución indicadora de amarillo Clayton (4.9), usando microbureta, titular el exceso de disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio (4.5) hasta el vire a color rosa (Ver 9.2) y anotar el volumen (V_4) gastado.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 Método de cálculo y fórmulas

8.1.1 El cálculo de la equivalencia de las disoluciones de tetrafenilborato de sodio y bromuro de hexadeciltrimetil amonio se efectúa por la siguiente ecuación:

$$E = \frac{V_0}{V_1}$$

en donde:

V_0 es el volumen de la disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio gastado en 4.5.2.2, en cm^3

V_1 Es el volumen de disolución de tetrafenilborato de sodio tomado para la valoración en 4.5.2.1, en cm^3

8.1.2 El cálculo del factor de la disolución de tetrafenilborato de sodio se efectúa por la siguiente ecuación:

$$f = \frac{34.61}{43.0 - V_2}$$

en donde:

V_2 es el volumen de la disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio gastado en 4.6.2.3, en cm^3

43.0 es el volumen de disolución de tetrafenilborato de sodio medido en 4.6.2.1, en cm^3

8.1.3 El contenido de potasio es dado como porcentaje en masa de K_2O y se calcula que por las siguientes ecuaciones:

a) Para 2.5000 g de porción de análisis

$$\% \text{K}_2\text{O} = (V_3 - V_4) \times f$$

b) Para 1.2500 g de porción de análisis

$$\% \text{K}_2\text{O} = (V_3 - V_4) \times 2f$$

en donde:

V_3 es el volumen de disolución de tetrafenilborato de sodio, incluyendo los 8 cm^3 de exceso, agregados en 7.2.5, en cm^3

V_4 Es el volumen de disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio gastado en la filtración, en 7.2.7, en cm^3

f es el factor de la disolución de tetrafenilborato de sodio, calculado en 8.1.2

8.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un analista, no debe ser mayor de 0.6 % del valor promedio de ambas determinaciones.

8.3 Reproducibilidad

La diferencial 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 exceder de 1.0 % de dicho promedio.

9 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

9.1 Se agrega un exceso de disolución de tetrafenilborato de sodio para disminuir la solubilidad de la sal de potasio precipitada. En la práctica se han obtenido los mejores resultados con 8 cm^3 , un mayor exceso dificulta la apreciación del punto final de la titulación.

9.2 Si el volumen gastado de disolución de bromuro de hexadeciltrimetil amonio es muy poco, por ejemplo menos de 5 cm^3 , se recomienda repetir la determinación agregado más disolución de tetrafenilborato de sodio.

10 INFORME DE RESULTADOS

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

- a) Datos relacionados con la muestra como:
 - Identificación y/o descripción,
 - Datos sobre toma de la muestra,
 - Fecha de recepción,
 - Fecha de terminación del análisis;
- b) Indicar cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.
- c) Resultados y método de expresión usados.

11 BIBLIOGRAFIA

11.1 Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemist, 10a. edición, 1965.

11.2 Standard Methods of Chemical Analysis. Volumen II-B, 6a edición, 1963.

México, D.F., Noviembre 6, 1979

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a vertical line and a horizontal stroke, all enclosed within a faint rectangular border.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Noviembre 13, 1979