



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-147-1986

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-ROCA FOSFORICA-
DETERMINACION DE CALCIO-METODO DE PERMANGANATO**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-PHOSPHORIC ROCK-CALCIUM
DETERMINATION-PERMANGANATE METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

P R E F A C I O

En la elaboración de esta norma, participaron los siguientes organismos:

- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODÓN

- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACION, CERTIFICACION Y CAPACITACION.

- SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL

- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

- CONFEDERACION NACIONAL CAMPESINA.

- ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO, S. A.
Gerencia de Almacenamiento y Conservación.

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-ROCA FOSFORICA-DETERMINACION
DE CALCIO-METODO DE PERMANGANATO

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-PHOSPHORIC ROCK-CALCIUM
DETERMINATION-PERMANGANATE METHOD

1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta Norma Mexicana establece un método volumétrico para la determinación de calcio en roca fosfórica.

2. REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-Y-35 Método de muestreo para fertilizantes líquidos, en polvos y en gránulos.

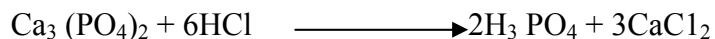
3. PRINCIPIO

El método se basa en la disolución y precipitación del calcio existente en la roca fosfórica como oxalato de calcio, el cual se disuelve con ácido sulfúrico, produciéndose ácido oxálico que se titula con disolución valorada de permanganato de potasio.

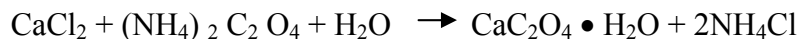
4. REACCIONES

Las reacciones que se verifican a lo largo del procedimiento son:

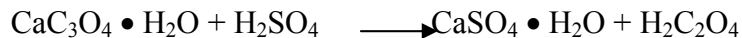
a) En el ataque ácido de la roca:



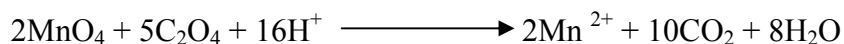
b) En la precipitación como oxalato:



c) En la disolución del precipitado:



d) En la titulación;



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 Suspensión de asbesto en agua
- 5.2 Disolución saturada de oxalato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.
- 5.3 Disolución al 20% de ácido cítrico $(\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)$.
- 5.4 Disolución (1 + 1) de ácido clorhídrico (HCl).
- 5.5 Disolución (1 + 1) de hidróxido de amonio (NH_4OH) .
- 5.6 Disolución (1 + 1) de ácido sulfúrico (H_2SO_4) .
- 5.7 Disolución 0.1 N de nitrato de plata (AgNO_3) .
- 5.8 Disolución 0.1 N de permanganato de potasio (KMnO_4) .

Se pesan aproximadamente 3.3 g de permanganato de potasio (KMnO_4) , se disuelven en un vaso de 2000 cm³ conteniendo 1000 cm³ de agua. Se hierve durante 20 minutos, se tapa, se deja enfriar y se filtra con lana de vidrio. El filtrado se recibe en un matraz aforado de 1000 cm³ y se lleva hasta la marca con agua fría recientemente hervida. La disolución obtenida se guarda en un frasco ámbar durante 24 horas. La valoración de esta disolución se hace con 0.2 ó 0.3 g de oxalato de sodio previamente secado a 378 K (105 C), el cual se disuelve con 70 cm³ de agua y se le agregan 20 cm³ de la disolución de ácido sulfúrico (5.6); se calienta hasta 358 K (85 C) y se titula hasta un vire permanente al color rosa. (ver nota 10.2).

- 5.9 Disolución indicadora de azul de bromofenol al 0.1 %

6. APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y

- 6.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g

6.2 Bureta de color ámbar de 50 cm de capacidad con divisiones de 0.1 cm³.

6.3 Baño de agua capaz de mantener 353 + 2 K (80 + 2 C).

6.4 Crisol Gooch.

6.5 Placa de calentamiento con regulador de temperatura.

7. MUESTREO Y MUESTRAS

Extraer las porciones de análisis de la muestra obtenida de acuerdo a la norma de muestreo NMX-Y-35.

8. PROCEDIMIENTO

8.1 Porción de análisis

Pesar al 0.0001 g, aproximadamente 2.5 g de la muestra de análisis.

8.2 Determinación.

8.2.1 Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados de 250 cm³ agregar 75 cm³ de ácido clorhídrico (5.4), y cuidadosamente digerir sobre una placa de calentamiento (6.5) evitando proyecciones o derrames. Dejar enfriar a la temperatura ambiente y transferir la disolución a un matraz volumétrico de 250 cm³. Llevar hasta la marca con agua y homogeneizar.

8.2.2 Tomar una alícuota de 25 cm³ y transferir a un vaso de precipitados de 600 cm³; añadir 125 cm³ de agua 10 cm³ de disolución de ácido cítrico (5.3) y 35 cm³ de disolución de oxalato de amonio (5.2). Calentar a 353 K (80 °C); añadir unas gotas de indicador azul de bromofenol (5.9) y agregar disolución de hidróxido de amonio (5.5) hasta el vire de color verde azulado (ver nota 10.1). Digerir en baño de agua (6.3) a 353 K (80 °C) durante una hora.

8.2.3 Filtrar en crisol Gooch (6.4) previamente preparado usando suspensión de asbesto (5.1) como medio filtrante. Lavar con agua hasta que las aguas de lavado no enturbien una gota de disolución de nitrato de plata (5.7).

8.2.4 Transferir el asbesto con el precipitado al mismo vaso de 600 cm³ usado en la precipitación y agregar 150 cm³ de agua y 10 cm³ de disolución de ácido sulfúrico (5.6). Calentar a 358 K (85 C) y titular con bureta (6.2) lo más rápidamente posible con disolución valorada de permanganato de potasio (5.8) hasta obtener una coloración ligeramente rosa y estable por 30 segundos (ver nota 10.2).

9. EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmulas.

El contenido de calcio se expresa como óxido de calcio (CaO), y su porcentaje en masa se obtiene mediante la siguiente ecuación

$$\%CaO = \frac{V_0 \times N \times 0.02804 \times V_1}{m \times V_2} \times 100$$

en donde:

V_0 es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución de permanganato de potasio gastado en la titulación.

N es la normalidad de la disolución de permanganato de potasio.

m es la masa en gramos de la porción de análisis.

V_1 es el volumen en centímetros cúbicos, de la disolución en porción de análisis.

V_2 es el volumen en centímetros cúbicos de la alícuota para lo determinación

0.02804 es el miliequivalente de CaO.

9.2 Repetibilidad.

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor del 0.7 unidades de por ciento.

10. NOTAS AL PROCEDIMIENTO

10.1 La precipitación del oxalato de calcio debe hacerse entre 3.0 y 4.4 de pH. si el pH es menor de 3.0, la precipitación es incompleta si es mayor de 4.4, el precipitado puede quedar contaminado. El vire es más bien al tono verde que al azul.

10.2 Si durante la titulación, la disolución dentro del matraz en vez de tomar un color rosa lo toma café, es indicio de que es necesario elevar la temperatura, la cual no debe bajar de 333 K (60 C), o bien que falta ácido.

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 la toma de muestra.
- Fecha de recepción.
- Fecha de terminación del análisis.

d) Referencia al método empleado

c) Resultados y formas de expresión usadas (base seca o base tal cual).

d) Aspectos irregulares observados durante la determinación

e) Cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.

12. BIBLIOGRAFIA

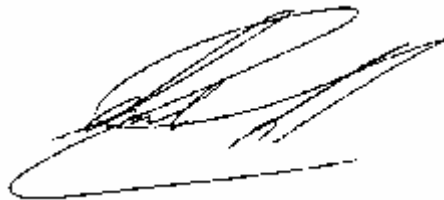
12.1 Methods used and adopted by the Association of Florida Phosphate Chemists (1960) método No. 6-C, 34

12.2 Horwitz W. Editor Official Methods of Analysis 12a Ed. Association of Official Analytical Chemists (AOAC) (1975) 2.108, 24

12.3 Orozco D. F. Análisis Químico Cuantitativo, 5a. Ed. Editorial Porrúa S.A. (1967) 309, 311, 323 y 324.

México, D. F., a 14 AGOSTO 1986

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS



LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO.