



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-148-1986

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES -
ROCA FOSFORICA - DETERMINACION DE CARBONATOS
METODO GASOMETRICO**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - FERTILIZERS -
PHOSPHORIC ROCK - CARBONATES DETERMINATION
GASOMETRIC METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON
- CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACION, CERTIFICACION Y CAPACITACION
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS
Dirección General de Política y Desarrollo Agropecuario y Forestal Laboratorio de Fertilizantes
- SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- CONFEDERACION NACIONAL CAMPESINA
- ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO Gerencia de Almacenamiento y Conservación

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - FERTILIZANTES -
ROCA FOSFORICA - DETERMINACION DE CARBONATOS
METODO GASOMETRICO

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - FERTILIZERS - PHOSPHORIC ROCK -
CARBONATES DETERMINATION GASOMETRIC METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece un método gasométrico para la determinación de carbonatos en roca fosfórica para uso agrícola. El método es aplicable en un ámbito de concentración de 0.20 a 10.0 % de CO₂.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-Y-035 Método de muestreo para fertilizantes líquidos, polvos y en gránulos.

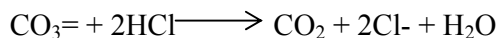
3 PRINCIPIO

El método se basa en la liberación del anhídrido carbónico (CO₂) de los carbonatos, por tratamiento con un ácido fuerte y en la cuantificación indirecta del CO₂ por absorción en disolución de hidróxido de potasio.

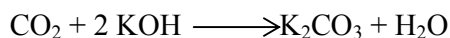
4 REACCIONES

Las reacciones que se llevan a cabo son:

a) En el ataque ácido a la roca:



b) En la absorción:



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 clorhídrico (HCl), 1 + 1.
- 5.2 Disolución de hidróxido de potasio (KOH), al 35%
- 5.3 Disolución confinadora. Agregar a 1000 cm³ de agua; 362.5 g de cloruro de sodio (NaCl), 50 g de ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado al 98% y 25 mg de indicador de anaranjado de metilo.

6 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y

- 6.1 Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g
- 6.2 Barómetro de mercurio
- 6.3 Cuerpos reguladores de ebullición, tales como perlas de vidrio, discos de porcelana, etc.
- 6.4 Aparatos para determinación de anhídrido carbónico (Ver figura 1) constituido por:
 - 6.4.1 Bureta para medición de gases de 100 cm³ de capacidad
 - 6.4.2 Chaqueta de enfriamiento por agua para la bureta de medición
 - 6.4.3 Frasco de nivelación hidrostática de 250 cm³ de capacidad
 - 6.4.4 Pipeta de absorción
 - 6.4.5 Válvula capilar de tres vías
 - 6.4.6 Embudo de separación cilíndrico de 125 cm³ de capacidad
 - 6.4.7 Condensador recto de 200 mm de longitud

7 MUESTREO Y MUESTRAS

Extraer las porciones de análisis de la muestra representativa obtenida de acuerdo a la norma NMX-Y-034 vigente.

8 PROCEDIMIENTO

- 8.1 Porción de análisis

De acuerdo al contenido de CO₂ esperado, pesar al 0.0001 g la cantidad de muestra para análisis que se indica en la Tabla 1.

8.2 Ajuste del aparato

TABLA 1 PORCIONES DE ANALISIS SEGUN EL CONTENIDO DE CO₂ ESPERADO.

CO ₂ esperado (%) - Porción de análisis (g)	CO ₂ esperado (%) - Porción de análisis (g)
≤ 1	1.0
1 - 2	0.8
2 - 3	0.6
3 - 4	0.5
4 - 5	0.4

8.2.1 Ensamble y preparación del aparato

8.2.1.1 Ensamblar el aparato de acuerdo a la figura 1, procurando que todas las uniones de las partes de vidrio sean a tope y que el tubo de hule sea únicamente el indispensable para sellarlas.

8.2.1.2 Llenar con agua la chaqueta de enfriamiento (6.4.2) de la bureta para medición (D) y asegurar que el bulbo del termómetro (E) quede sumergido en el líquido.- Adicionar al frasco de nivel (G) 150 - 175 cm³ de disolución confinadora (5.3).

8.2.1.3 Adicionar a la pipeta de absorción (F) disolución confinadora (5.3) en cantidad suficiente para llevar el nivel de sus bulbos aproximadamente 1 cm arriba de la mitad. Adicionar a la pipeta de absorción (H) disolución de hidróxido de potasio (5.2) en cantidad suficiente para llevar el nivel de sus bulbos aproximadamente 1 cm arriba de la mitad. Cerrar todas las válvulas del aparato.

8.2.2 Ajuste a cero de la bureta de medición

8.2.2.1 Abrir las válvulas B1, B2, B3 y B4 que comunican la bureta de medición con la atmósfera y elevar gradualmente el frasco de nivelación hidrostática de modo tal que por efecto de vasos comunicantes vaya ascendiendo lentamente la columna del líquido de la bureta.

8.2.2.2 En el momento en que se equilibren el nivel de la columna y el nivel del frasco de nivelación en la marca de cero de la bureta, cerrar las cuatro válvulas que comunican la bureta con la atmósfera.

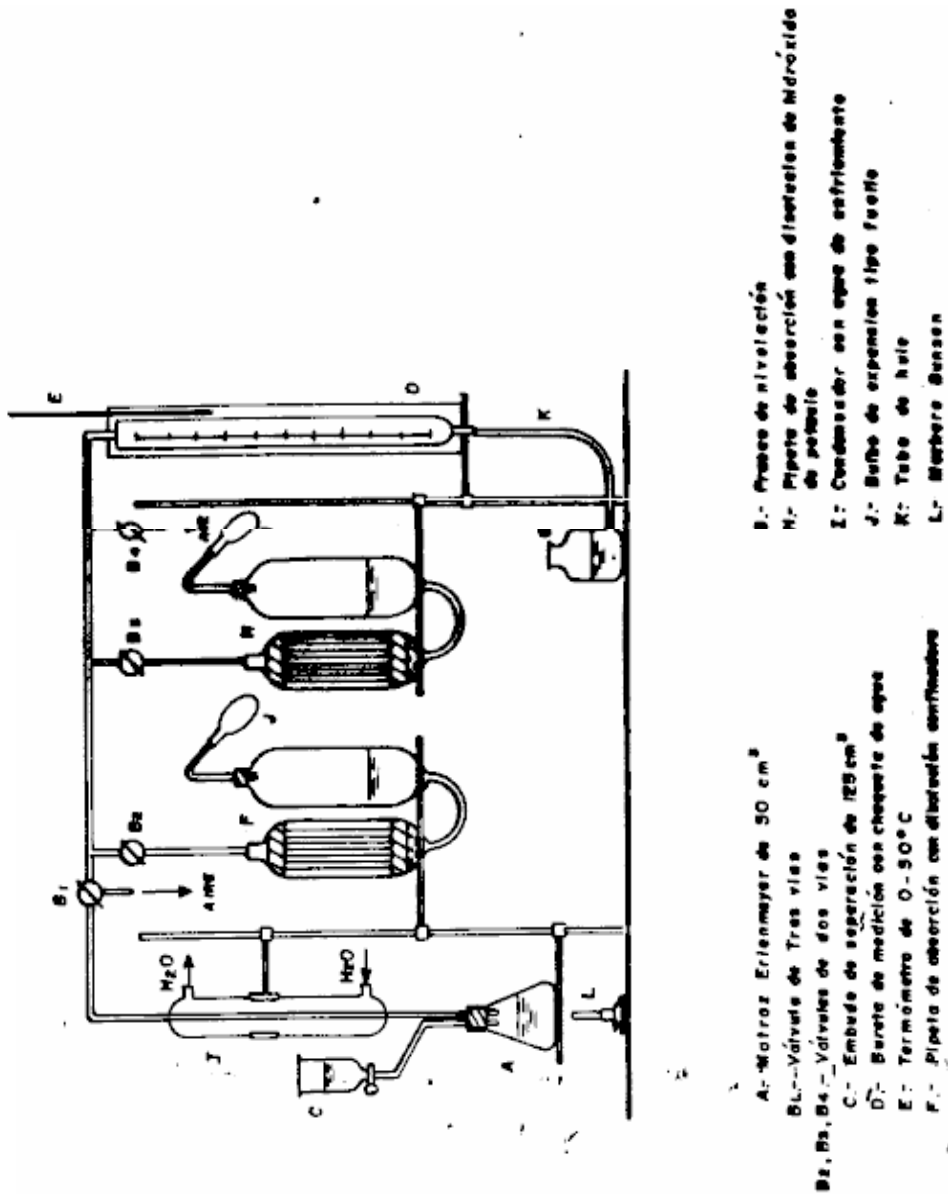
8.3.2 Ajuste de las pipetas de absorción

8.2.3.1 Accionar la válvula B2 para comunicar la pipeta de absorción (F) con la bureta de medición (D). Bajar gradualmente el frasco de nivelación hidrostática (G) de modo tal que, por efecto de vasos comunicantes, se produzca en la bureta de medición (D) del vacío necesario para hacer ascender lentamente la columna de disolución confinadora (5.3) del bulbo de la pipeta conectado a la válvula B2, En el momento en que la columna llegue a la marca del capilar de la pipeta de absorción, cerrar la válvula B2 y colocar el bulbo de expansión desinflado (J).

8.2.3.2 Ajustar nuevamente a cero la bureta de medición (D) como se indica en 8.2.2

8.2.3.3 Llevar el nivel de la columna de disolución de la pipeta de absorción de hidróxido de potasio (5.2) (H) a la marca del capilar como se indica en 8.2.3.1, accionando la válvula B3 manteniendo cerrada la B2.

8.2.3.4 Ajustar nuevamente a cero la bureta de medición (D) como se indica en 8.2.2



8.3 Determinación

8.3.1 Colocar la porción de análisis (8.1) en el matraz Erlenmeyer de 125 cm³ (A), añadir 2 ó 3 cuerpos reguladores de ebullición (6.3) y 70 cm³ de agua, conectar el matraz al aparato y hacer circular agua a través del condensador (I).

8.3.2 Comunicar la bureta de medición (D) con el matraz abriendo la válvula B1 Bajar el frasco de nivelación para desplazar el aire del matraz Erlenmeyer hacia la bureta de medición (D), cerrar la válvula B1, a la atmósfera y a la línea, subir el frasco de nivelación a la posición anterior y abrir la válvula B4 para obtener nuevamente el cero de la bureta de medición. Una vez obtenido el cero cerrar la válvula B4, bajar el frasco de nivelación y abrir la válvula B1 a la línea.

8.3.3 Agregar a través del embudo de separación (C) 30 cm³ de la disolución de ácido clorhídrico (5.1), calentar suavemente, con un mechero Bunsen y mantener en ebullición durante 5 minutos. Dejar enfriar el matraz hasta que el volumen en la bureta de medición sea estable.

NOTAS:

1.- Tener cuidado de dejar un poco de ácido en el embudo (C) para garantizar que no habrá fuga de gases por esa vía.

2.- Para alcanzar rápidamente un volumen estable en la bureta de medición, se recomienda enfriar el matraz con una manta impregnada de agua helada después de 10 minutos de enfriamiento a temperatura ambiente.

8.3.4 A través del embudo de separación, agregar lentamente agua en cantidad necesaria para desplazar hacia la bureta de medición (D) el volumen gaseoso tanto del matraz de reacción como de la línea, hasta la válvula B1 y cerrarla al sistema y a la atmósfera.

8.3.5 Abrir la válvula B2, comunicar la bureta de medición (D) con la pipeta de absorción (F), que contiene la disolución confinadora. Aprovechando el efecto de los vasos comunicantes e impulsando la muestra gaseosa con el frasco nivelador (G), pasar la muestra gaseosa por la pipeta de absorción (F) y retornarla nuevamente a ésta; repetir esta operación 5 ocasiones. Ajustar el nivel de la disolución confinadora de la pipeta hasta la marca del capilar y cerrar la válvula B2, que la conecta con la bureta (D) (Ver 10.1).

8.3.6 Elevar el frasco de nivelación (G) hasta que se equilibre su nivel con el de la bureta de medición (D) y anotar la lectura del volumen inicial (V_1), la temperatura en ese momento de la chaqueta de enfriamiento y la presión atmosférica que registre el barómetro (6.2).

8.3.7 Efectuar la misma operación que en 8.3.5 con la pipeta de absorción (H), que contiene la disolución de hidróxido de potasio y medir el volumen final de la muestra gaseosa (V_2) tal como se indicó en 8.3.6.

Para este paso se debe accionar la válvula B3.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de carbonatos, expresados como CO₂, es dado como porcentaje en masa por la siguiente ecuación:

$$\% \text{CO}_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.3592 \times \frac{P}{273 + t} \times 1.9769}{m} \times 100$$

en donde:

V₁ = es el volumen inicial, en centímetros cúbicos, de la muestra gaseosa

V₂ = es el volumen final, en centímetros cúbicos, de la muestra gaseosa m = es la masa, en miligramos, de la porción de análisis

P = es la presión atmosférica, en milímetros de mercurio

t = es la temperatura, en grados centígrados, de la chaqueta de enfriamiento

1.9769 = es la densidad en mg/cm³ del anhídrido carbónico a condiciones normales, 0 C y 760 m de Hg.

2730.3592 = es el valor de la simplificación de $\frac{273}{760}$

273 = factor de conversión a temperatura absoluta

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor del 5% del valor promedio de ambas determinaciones.

10 NOTA AL PROCEDIMIENTO

El uso de la pipeta de absorción con disolución confinadora (F), tiene por objeto prevenir la condensación del vapor de agua formado durante la reacción en la pipeta (H) que contiene la disolución de hidróxido de potasio. Por otra parte, sirve para llevar a la masa gaseosa, antes de la lectura del volumen inicial, a una temperatura más próxima a la que tendrá cuando se efectúe la lectura del volumen final.

11 INFORME DE RESULTADOS

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

- a) Datos relacionados con la muestra, como:
 - Identificación y/o descripción
 - Datos sobre la toma de la misma
 - Fecha de recepción de la muestra
 - Fecha de terminación del análisis
- b) Referencia del método empleado
- c) Resultados y forma de expresión usada
- 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 Horwitz W. Editor. Official Methods of Analysis 12th Edition Association of Official Analytical Chemists (AOAC). 1975 Método 1.010. Página 3
- 12.2 Methods used and adopted by the Association of Florida Phosphate Chemists (1960) No. 7. Página 36
- 12.3 Burrel Manual for Gas Analysts. Catalog. 81 Burrel Co
- 12.4 Snell F.D. y Etre L. S. Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis. Interscience Publishers, Vol. II General Techniques (1972)
- 12.5 Clarence J. Wets. International Critical Tables of Numerical Data. Physics, Chemistry and Technology. Mc Graw Hill Book Company, Inc. NewYork and London. Vol. III, Pág. 3.

México, D.F., Julio 14, 1986
 LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS



LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO

Esta Norma cancela a la: NMX-Y-148-1977