



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-149-1977

**DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL EN ROCA FOSFORICA
(METODO DEL FOSFOMOLIBDATO DE AMONIO)**

*TOTAL PHOSPHORUS DETERMINATION IN PHOSPHATE ROCK
(AMONIUM PHOSPHOMOLIBDATE METHOD)*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma, participaron los siguientes Organismos:

DEPARTAMENTO DE CONTROL DE MEDICAMENTOS DE LA
SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.

UNION DE PRODUCTORES DE FOSFORITA.

FERTILIZANTES FOSFATADOS DE MEXICO.

UNION NACIONAL DE PRODUCTORES DE AZUCAR, S.A.

GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.

UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON.

BANCO DE CREDITO RURAL.

DIRECCION GENERAL DE EXTENSION AGRICOLA. DEPARTAMENTO DE
SUELOS Y LABORATORIOS.

DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL EN ROCA FOSFORICA (METODO DEL FOSFOMOLIBDATO DE AMONIO)

TOTAL PHOSPHORUS DETERMINATION IN PHOSPHATE ROCK (AMONIUM PHOSPHOMOLIBDATE METHOD)

1 OBJETIVO

Esta Norma establece el método volumétrico para la determinación de fósforo total en roca fosfórica.

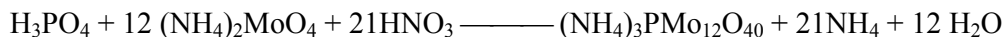
2 CAMPO DE APLICACION

El método descrito en la presente norma es aplicable tanto en la roca de aplicación directa al suelo como en la roca para producción de fertilizantes, esto es, cubre un ámbito de concentración de 20 a 36 % de P₂O₅.

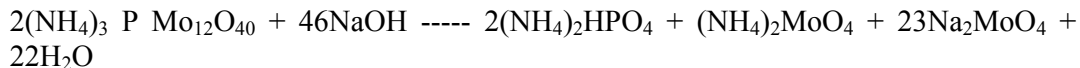
3 PRINCIPIO O FUNDAMENTO

El método se basa en disolver por ataque ácido los ortofosfatos existentes en la roca, los cuales posteriormente se precipitan como fosfomolibdato de amonio y se cuantifican volumétricamente. Verificándose las siguientes reacciones:

a) En la precipitación:



b) En la disolución del fosfomolibdato 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.

Acido nítrico (HNO₃) 69-71 %

Acido clorhídrico (HCl) 36.5 - 38 %

Hidróxido de amonio (NH₄OH), 27 - 29 % NH₃

Disolución de nitrato de amonio (NH_4NO_3) al 20 %

Disolución (1 + 3) de ácido nítrico (HNO_3)

Disolución de molibdato de amonio

a) Mezclar 489 cm^3 de ácido nítrico con 1148 cm^3 de agua y enfriar.

b) Disolver 100 g de trióxido de molibdeno (MoO_3) en una mezcla de 144 cm^3 de hidróxido de amonio y 271 cm^3 de agua y enfriar.

c) Verter la disolución (b) a la disolución (a) lentamente y con agitación. Dejar reposar 48 horas o hasta que no se deposite precipitado amarillo a una temperatura de 40°C . Filtrar antes de usarla.

Disolución acidulada de molibdato de amonio.

Tomar 100 cm^3 de la disolución de molibdato de amonio y añadirle 5 cm^3 de ácido nítrico.

Disolución valorada de hidróxido de sodio (NaOH) 0.324 N.

Disolución valorada de ácido nítrico (HNO_3) 0.324 N.

Disolución indicadora de anaranjado de metilo al 0.1 %.

Disolución indicadora de fenolftaleína al 0.1 % en alcohol etílico neutro de 95 %.

5 APARATOS Y EQUIPO

Aparatos y equipo usuales de laboratorio y:

Placa de calentamiento con regulador de temperatura.

Asbesto fibra media.

Embudo de porcelana de doble pared.

Papel filtro Whatman No. 5 ó similar.

Papel filtro Whatman No. 7 ó similar.

6 PREPARACION DE LA MUESTRA

Se obtiene una muestra representativa de acuerdo a la Norma Mexicana NOM-Y-035 en vigor.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Pesar al 0.0001 g, la cantidad de muestra de análisis de acuerdo a la tabla 1, según el contenido esperado de P₂O₅.

TABLA 1 Porciones de análisis según el contenido de P₂O₅

% de P ₂ O ₅ esperado	Porción de análisis, g
20.0 - 24.0	2.0
24.0 - 32.0	1.5
32.0 - 36.0	1.0

Transferirla a un vaso de precipitados de 250 cm³, añadir 30 cm³ de ácido nítrico concentrado y 5 cm³ de ácido clorhídrico. Cubrir con vidrio de reloj y hervir sobre placa de calentamiento hasta eliminación de vapores nitrosos.

7.2 Filtrar la disolución obtenida sobre papel filtro No. 5 y recibir el filtrado en un matraz aforado de 250 cm³, lavar el papel filtro con agua caliente, dejar enfriar hasta temperatura ambiente y llevar hasta la marca con agua.

7.3 Tomar una alícuota de 15 cm³ y transferirla a un vaso de precipitados de 250 cm³, añadir 20 cm³ de disolución de nitrato de amonio al 20 % y 2 ó 3 gotas de disolución indicadora de anaranjado de metilo, neutralizar agregando gota a gota hidróxido de amonio concentrado hasta el vire del indicador a amarillo o hasta que aparezca un precipitado. Agregar gota a gota disolución de ácido nítrico (1 + 3) hasta que el indicador vire nuevamente a rojo o se disuelva el precipitado.

7.4 Diluir con agua hasta 100 cm³ aproximadamente, ajustar la temperatura a 25 - 30 °C, añadir 50 cm³ de disolución de molibdato de amonio acidulada, previamente ajustada a 25 - 30°C y agitar durante 15 - 30 minutos a temperatura ambiente.

7.5 Dejar asentar el precipitado. Decantar, filtrando con ayuda de vacío en un embudo de doble pared preparado con papel filtro No. 7 y suspensión de asbesto o pulpa de papel filtro. Lavar el precipitado por decantación 2 veces, haciendo esta operación sobre el papel filtro. Transferir todo el precipitado al papel filtro y lavar perfectamente las paredes del vaso con agua. Lavar el precipitado con porciones de 20 cm³ de agua, permitiendo que pase completamente cada porción antes de agregar la siguiente; suspender el lavado hasta que 20 cm³ de las aguas de lavado no decoloren una gota de disolución indicadora de fenolftaleína en presencia de una gota de disolución de hidróxido de sodio 0.3241 N. Transferir el papel filtro y su contenido al mismo vaso donde se hizo la precipitación, añadir 20 cm³ de agua, macerar el papel con ayuda de un agitador de vidrio y diluir hasta 100 cm³ con agua.

NOTA: Se puede emplear cualquier sistema de filtración para separar el precipitado siempre y cuando sea un procedimiento sencillo que facilite la posterior disolución del mismo.

7.6 Agregar con bureta, suficiente disolución valorada de hidróxido de sodio 0.3241 N para disolver el precipitado de fosfomolibdato de amonio, lo cual se advierte por la desaparición del color amarillo, añadir un ligero exceso de 2 cm³ de la misma disolución de hidróxido de sodio y anotar el volumen gastado. Agregar inmediatamente 2 ó 3 gotas de disolución indicadora de fenolftaleína y titular el hidróxido de sodio que no reaccionó con una disolución valorada de ácido nítrico 0.3241 N hasta el vire del indicador, anotar el volumen gastado de ácido.

8 CALCULOS Y RESULTADOS

8.1 El contenido de fósforo total expresado como pentóxido de fósforo (P₂O₅) es dado como porcentaje en masa por las siguientes ecuaciones:

- a) En el caso de que las disoluciones de ácido nítrico e hidróxido de sodio no sean exactamente 0.3241 N:

$$\% P_2O_5 = \frac{(V_1N_1 - V_2N_2) V_3}{0.3241 \times m \times V_4} \times 100$$

- b) En el caso de que las disoluciones de ácido nítrico e hidróxido de sodio sean exactamente 0.3241 N y los volúmenes de aforo y alícuota hayan sido 250 cm³ y 15 cm³ respectivamente:

$$\% P_2O_5 = \frac{(V_1 - V_2)}{m} \times 1666.7$$

en donde:

V₁ es le volumen en cm³ de la disolución valorada de hidróxido de sodio gastados en la disolución del precipitado.

V₂ es el volumen en cm³ de la disolución valorada de ácido nítrico gastados en la neutralización del exceso de disolución de hidróxido de sodio.

N₁ es la normalidad de la disolución de hidróxido de sodio.

N₂ es la normalidad de la disolución de ácido nítrico.

V₃ es el volumen en cm³ de disolución de la porción de análisis.

V₄ es el volumen en cm³ de alícuota de disolución de la porción de análisis.

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

1666.7 es e valor de $V_3 / V_4 \times 100$ a las condiciones especificadas.

NOTA: 1 cm³ de disolución 0.3241 N de hidróxido de sodio equivale a 1 mg de P₂O₅.

8.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores extremos de una serie de determinaciones efectuadas por un mismo analista no debe ser mayor de 0.4 % del valor promedio de todas las determinaciones.

8.3 Reproducibilidad

La diferencia entre el valor obtenido por un laboratorio y el promedio de una serie de valores obtenidos por diferentes laboratorios para una misma muestra, no debe ser mayor de 0.6 % del valor promedio.

9 BIBLIOGRAFIA

- a) Horwitz W. Editor. Official Methods of Analysis Association of Official Analytical Chemists. (AOAC) 11^a Edition (1970 2.029 - 2.031. 13 - 14.
- b) Methods used and adopted by the Association of Florida. Phosphate Chemists. (1960) VIII-3. 27-29.
- c) Laboratory Manual. Tennessee Valley Authority (T.V.A.) Muscle Shoals Alabama. (1968).
- d) Fertilizer Samplig and Analytical Methods. The Fertilizer Institute (TFI) 3- Edición. (1974) método 206.
- e) Informes mensuales de resultados internos y de la International Minerals and Chemicals Corp. Programa de muestras patrón de roca fosfórica JUL. 75 - ABR. 76.

México, D.F., Noviembre 18, 1977

EL DIRECTOR DE NORMAS



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS

Fecha de Aprobación y Publicación: Diciembre 2, 1977