



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-275-1985

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-FERTILIZANTES
DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL-METODO DEL
FOSFOVANADOMOLIBDATO**

*PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-FERTILIZERS-TOTAL
PHOPHORUSFOSFOVANADOMOLIBDATE 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 Distritos y Unidades de Temporal. Laboratorio.
- SERVICIOS AGRICOLAS BANRURAL.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- CONFEDERACION NACIONAL CAMPESINA.
- ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO, S.A.
Gerencia de almacenamiento y Conservación.

Norma Cancelada

PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO-FERTILIZANTES
DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL-METODO DEL
FOSFOVANADOMOLIBDATO

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE-FERTILIZERS-TOTAL
PHOPHORUSFOSFOVANADOMOLIBDATE METHOD

1 OBJETIVO

Esta norma establece un método clorimétrico para la determinación de fósforo total en fertilizantes.

2 CAMPO DE APLICACION

Este método es aplicable en un ámbito de concentración de 7 a 50% de P_2O_5 y no es aplicable a productos que forman disoluciones coloridas como son los del tipo denominado escorias básicas. Los citratos interfieren evitando el desarrollo máximo del color.

3 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NOM-Y-035 Método de muestreo para fertilizantes líquidos en polvo y en gránulos

4 PRINCIPIO

El método se basa en disolver y transformar, por tratamiento ácido, los compuestos fosforados a ortofosfatos, los cuales se hacen reaccionar con vanadomolibdato para formar el complejo de fosfovanadomolibdato, cuya intensidad de color se cuantifica fotométricamente a 400 nm.

5 REACTIVOS Y MATERIAL

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 Acido nítrico (HNO_3), 69-71 %.

5.2 Acido perclórico ($HClO_4$), 70-72 %.

5.3 Acido clorhídrico (HCl), 36.5-38 %.

5.4 Disolución de vanadomolibdato

5.4.1 Disolver 40 g de molibdato de amonio (NH₄)₆MO₇O₂₄·4H₂O en 400 cm³ de agua caliente y dejar enfriar.

5.4.2 Disolver 2 g de metavanadato de amonio (NH₄)VO₃ en 250 cm³ de agua caliente, dejar enfriar y agregar 450 cm³ de ácido perclórico (5.2).

NOTA: Los 450 cm³ de ácido perclórico pueden sustituirse por 329 cm³ de ácido nítrico (5.1) o por 439 cm³ de ácido clorhídrico (5.3).

5.4.3 Verter lentamente y con agitación la disolución 5.4.1 sobre la disolución 5.4.2 y diluir a 200 cm³. Guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz.

5.5 Disolución patrón de 0.1 mg P₂O₅/ cm³.

5.5.1 Pesar, al 0.0001 g, 9.5876 g de fosfato de potasio monobásico (KH₂PO₄), secado previamente en estufa eléctrica a 378 K (105 °C) durante 2 horas. Transferir a un matraz volumétrico de 500 cm³, agregar agua hasta disolución completa, llevar a la marca con agua y homogeneizar. Esta disolución contiene 10 mg de P₂O₅/ cm³.

5.5.2 Medir 10 cm³ de la disolución, obtenida en 5.5.1, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm³, llevar a la marca con agua y homogeneizar. Esta disolución contiene 0.1 mg de P₂O₅/ cm³.

NOTA: A fin de asegurarse de la pureza del KH₂PO₄, se recomienda recrystalizar el agua y secar hasta masa constante en estufa eléctrica a 378 K (105 °C).

5.6 Papel filtro Whatman N. 5 o similar.

6 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y :

6.1 Balanza analítica capaz de pesar 0.0001 g.

6.2 Placa de calentamiento.

6.3 Espectrofotómetro o fotocolorímetro con filtro adecuado para operar a una longitud de onda de 400 nm, y celdas de 10-15 mm de paso de luz.

NOTA: Si se usa el fotocolorímetro Klett-Summerson, el filtro que debe emplearse es el número 42 (color verde).

7 MUESTREO Y MUESTRAS

Extraer la porción de análisis, de la muestra obtenida de acuerdo a la Norma NOM-Y-035.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Precauciones de seguridad

DEBE TENERSE PRECAUCION CON EL MANEJO DE LOS ACIDOS PARA EVITAR QUEMADURAS. SE RECOMIENDA EMPLEAR GUANTES DE HULE, LATEX U OTRO MATERIAL RESISTENTE A LOS ACIDOS Y GAFAS PROTECTORAS DE AJUSTE HERMETICO A LA CARA.

8.2 Porción de análisis

Pesar, al 0.0001 g, aproximadamente 1 g de la muestra de análisis.

8.3 Determinación

8.3.1 Preparación de la disolución de fósforo

Transferir la porción de análisis a un vaso de precipitados de 250 cm³, y tratar por cualquiera de las siguientes formas:

8.3.1.1 Con ácidos nítrico-perclórico. Agregar 30 cm³ de ácido nítrico (5.1), cubrir con un vidrio de reloj, hervir en la placa de calentamiento (6.2) durante 30-45 minutos. Dejar enfriar y agregar 20 cm³ de ácido perclórico (5.2), hervir suavemente hasta la desaparición de vapores nitrosos. Agregar 50 cm³ de agua y hervir 5 minutos, filtrar a través de papel filtro (5.5) y recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 250 cm³. Lavar dos veces con agua caliente, enfriar y llevar a la marca con agua y homogeneizar.

8.3.1.2 Con ácidos nítrico- clorhídrico. Agregar 30 cm³ de ácido nítrico (5.1) y 5 cm³ de ácido clorhídrico (5.3), cubrir con un vidrio de reloj y llevar a ebullición hasta la eliminación de vapores nitrosos. Filtrar a través de papel filtro (5.6) y recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 250 cm³. Lavar dos veces con agua caliente, enfriar, llevar a la marca con agua y homogeneizar.

8.3.2 Tomar una alícuota que contenga de 2.5 a 4.5 mg de P₂O₅, como se indica en la tabla 1 y transferir a un matraz volumétrico de 100 cm³.

Tabla 1.- Alícuotas y diluciones para determinación de P₂O₅

% P2O5 esperado	Alícuotas (V2)	Dilución (V3)	Alícuota para la determinación	Mg de P2O5 en la alícuota para la eteterminación
7-10	50	100	20	2.8-4.0
10-15	25	100	25	2.5-3.8
15-25	20	100	20	2.4-4.0
25-35	20	100	15	3.0-4.2
35-50	20	100	10	2.8-4.0

* Para muestras con un contenido de P₂O₅ menor de 7 % deben ajustarse las diluciones, de manera que la alícuota para la determinación contenga de 2.5 a 4.5 mg de P₂O₅ y sea de un volumen de 50 cm³ como máximo.

8.3.3 Ajustar con agua a un volumen aproximado de 50 cm³ y tomando un tiempo no mayor de 5 minutos para toda la serie de determinaciones, agregar 20 cm³ de disolución de vanadomolibdato (5.4), llevar a la marca con agua, homogeneizar y dejar reposar 10 minutos.

8.3.4 Ajustar el espectrofotómetro o fotocolorímetro (6.3) a lectura cero de absorbancia con la disolución patrón de 2 mg de P₂O₅, a una longitud de onda de 400 nm. Utilizando las mismas condiciones, leer y anotar las lecturas de absorbancia correspondientes.

8.4 Curva de calibración

De la disolución patrón de 0.1 mg de P₂O₅/ cm³ (5.5) medir alícuotas de 20, 25, 30, 35, 40, 45 y 50 cm³, transferir a sendos matraces volumétricos de 1000 cm³ y proseguir como se indica en 8.3.3 y 8.3.4. Elaborar una gráfica colocando, como ordenadas, las lecturas de absorbancia y, como abscisas, los mg de P₂O₅ correspondientes. (Estas disoluciones contiene 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0 4.5 y 5.0 mg de P₂O₅, respectivamente).

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de P₂O₅ en la muestra, como porcentaje en masa, se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 = \frac{m_1 \times V_1 \times V_3}{m_o \times V_2 \times V_4} \times 100$$

en donde:

m_o = Es la masa, en miligramos, de la porción de análisis (8.2).

m₁ = Es la masa, en miligramos de P₂O₅, leídos en la curva de calibración para la porción de análisis.

V₁ = Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución de la porción de análisis (8.3.1).

V₂ = Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la alícuota para la disolución (Tabla 1).

V₃ = Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la disolución de V2 (Tabla 1).

V₄ = Es el volumen, en centímetros cúbicos, de la alícuota para la determinación (Tabla 1).

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre valores de dos determinaciones efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor de 1.6 unidades de por ciento de P_2O_5 .

10 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.
 - 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.

11 BIBLIOGRAFIA

11.1 Horwitz, W. Editor, Official Methods of Analysis. the Association of Official Analytical Chemists, 13th ed. Washington, D.C. 1980. p 10.

11.2 N.P.F.I. Analytical Methods. 2nd ed. National Plant Food Institute, Washington, D.C. 1963. p. 95

11.3 T.V.A. Laboratory Manual General Analytical Laboratory, Tennessee Valley Authority. Muscle Shoals, Alabama. 1976. p. 30-39.

México, D.F., Noviembre 4, 1985

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS



LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO