



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-300-1987

**FERTILIZANTES DETERMINACION DE FOSFORO ASIMILABLE -
METODO GRAVIMETRICO**

*FERTILIZERS - DETERMINATION OF ASSIMILABLE PHOSPHORUS -
GRAVIMETRIC METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

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

UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON.

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, S.A. DE C.V.
Gerencia de Almacenamiento y Conservación.
Centro Nacional de Investigación, Certificación y Capacitación.

FERTILIZANTES DETERMINACION DE FOSFORO ASIMILABLE - METODO GRAVIMETRICO

FERTILIZERS - DETERMINATION OF ASSIMILABLE PHOSPHORUS - GRAVIMETRIC METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece un método gravimétrico para la determinación directa del fósforo asimilable contenido en los fertilizantes.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

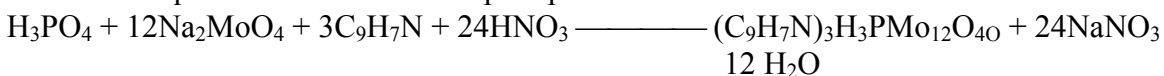
NMX-Y-035 Método de muestreo para fertilizantes líquidos, en polvos y en gránulos.

3 PRINCIPIO

El método se basa en disolver y transformar los compuestos fosforados, solubles en agua y en citrato de amonio, a ortofosfatos; los cuales precipitan como fosfomolibdato de quinolina que se cuantifica gravimétricamente.

4 REACCIONES

La reacción que se lleve a cabo en la precipitación es .



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 perclórico (HClO_4), 70 - 72 %

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

5.3 Acido nítrico (HNO_3), 69 - 71 %.

5.4 Acido nítrico (HNO_3), 1 + 1.

5.5 Mezcla de ácidos nítrico y perclórico

Mezclar, lentamente y con agitación, 300 cm^3 de ácido perclórico (HClO_4) al 70 % y 700 cm^3 de ácido nítrico (HNO_3) de 69 - 71 %.

5.6 Disolución de clorato de sodio (NaClO_3), al 20 %.

5.7 Disolución de citrato de amonio.

Disolver 370 g de ácido cítrico ($\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en 1500 cm^3 de agua destilada y neutralizar a pH de 7.0 con disolución concentrada de hidróxido de amonio (NH_4OH) al 28-29 %, usando un potenciómetro. La cantidad de disolución de hidróxido de amonio concentrado es de aproximadamente 345 cm^3 . Si no se dispone de disolución concentrada de hidróxido de amonio, añadir el volumen correspondiente, solamente que la cantidad de agua destilada, usada para disolver el ácido cítrico, será menor a 1500 cm^3 . Después de neutralizar, enfriar y verificar el pH. Si es necesario, diluir la disolución a una densidad relativa de 1.09 (6.6) a 293 K (20°C). Guardar la disolución en frascos con tapón y verificar el pH de vez en cuando; si el pH ha variado, reajustarlo ya sea con disolución de hidróxido de amonio o con ácido cítrico

5.8 Disolución de ácido cítrico-molibdico.

a) Disolver 54 g de trióxido de molibdeno (MoO_3) y 12 g de hidróxido de sodio (NaOH) en 400 cm^3 de agua caliente y dejar enfriar.

b) Disolver 60 g de ácido cítrico ($\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en una disolución de 140 cm^3 de ácido clorhídrico (HCl) de 36.5 - 38 % y 200 cm^3 de agua y dejar enfriar

c) Agregar lentamente y con agitación, la disolución (a) a la disolución (b), enfriar, filtrar y diluir a 1000 cm^3 . Guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz. Esta disolución puede ser verde o azul y este color depende de la exposición a la luz. En el caso de que el color sea intenso, agregar, gota a gota, disolución de bromato de potasio (KBrO_3) al 0.5% hasta verde pálido.

5.9 Disolución de quinolina.

Disolver lentamente y con agitación, 50 cm^3 de quinolina sintética ($\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$) en una disolución de 60 cm^3 de ácido clorhídrico (HCl) de 36.5 - 38 % y 300 cm^3 de agua, enfriar, diluir con agua a 1000 cm^3 , filtrar y guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz.

5.10 Reactivo quimociac.

a) Disolver 70 g de molibdato de sodio ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 150 cm^3 de agua.

b) Disolver 60 g de ácido cítrico ($\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)₃ en una disolución de 85 cm³ de ácido nítrico (HNO_3) de 69 - 71 % y 150 cm³ de agua y enfriar.

c) Agregar, lentamente y con agitación, la disolución (a) a la disolución (b).

d) Disolver 5 cm³ de quinolina sintética ($\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$)₃ en una disolución de 35 cm³ de ácido nítrico (HNO_3) de 69 - 71 % y 100 cm³ de agua.

e) Transferir, lentamente y con agitación la disolución (d) a la disolución (c), homogeneizar perfectamente y dejar reposar 24 horas. Filtrar, agregar 280 cm³ de acetona ($\text{CH}_3\text{CO}\cdot\text{CH}_3$), diluir con agua a 1000 cm³, homogeneizar y guardar en frasco de polietileno al abrigo de la luz.

5.11 Asbesto fibra media.

5.12 Papel filtro Whatman No. 5 ó similar.

6 APARATOS

Aparatos usuales de laboratorio y:

6.1 Balanza analítica, con sensibilidad de 0.0001 g.

6.2 Estufa eléctrica con regulador de temperatura, capaz de mantener 473 ± 1 K ($200 \pm 1^\circ\text{C}$).

6.3 Baño de agua, con agitación, capaz de mantener la temperatura a 338 ± 1 K ($65 \pm 1^\circ\text{C}$)

6.4 Placa eléctrica de calentamiento con regulador de temperatura.

6.5 Potenciómetro capaz de medir 0.1 unidades de pH.

6.6 Hidrómetro con ámbito de 1.000 a 1.200.

6.7 Bomba de vacío.

7 MUESTREO Y MUESTRAS

Extraer las porciones de análisis de la muestra representativa reducida, obtenida de acuerdo a la norma NMX-Y-035 vigente.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Precauciones de seguridad

DEBE TENERSE ESPECIAL PRECAUCION CON EL MANEJO DEL ACIDO PERCLORICO PARA EVITAR REACCIONES VIOLENTAS EN COMBUSTION HUMEDA CON ESTE ACIDO.

8.2 Porción de análisis

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

8.3 Determinación

8.3.1 Disolución de la muestra.

8.3.1.1 Transferir la porción de análisis a un embudo de filtración rápida, preparado con papel filtro (5.12). Lavar, con pequeñas porciones de agua, de tal manera que se cubra toda la muestra; dejando pasar completamente en agua antes de añadir la siguiente porción. Recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 500 cm³ hasta coleccionar 250 cm³, lavar el embudo.

8.3.1.2 Transferir filtro y residuo a un matraz Erlenmeyer de 250 cm³ y añadir 100 cm³ de disolución de citrato de amonio (5.7) previamente calentada a 338 K (65°C). Tapar el matraz y agitar vigorosamente hasta que el papel se reduzca a pulpa. Cuidadosamente, destapar el matraz para relevar la presión interna. Colocar el matraz Erlenmeyer en baño de agua (6.3) a 338 K (65°C). La acción del baño de agua y de la agitación de la muestra, debe ser de tal, que la disposición de ésta, en la disolución de citrato de amonio, sea continua y que el matraz con la disolución esté sumergido continuamente en el baño de agua. Agitar exactamente durante una hora.

8.3.1.3 Transferir el contenido del matraz Erlenmeyer, al matraz que contiene la fracción soluble en agua. Enfriar a temperatura ambiente, llevar a la marca con agua, mezclar completamente y dejar reposar por un período mínimo de 2 horas.

8.3.1.4 Transferir una alícuota que contenga como máximo 25 mg de P₂O₅ y 10 cm³ de la disolución original de citrato de amonio, a un matraz Erlenmeyer de 500 cm³. Continuar como en 8.3.1.5 ó 8.3.1.6 dependiendo del tipo de muestra.

8.3.1.5 Muestras que contengan fósforo orgánico. Diluir con agua a 50 cm³, añadir 10 cm³ de ácido nítrico (5.4) y hervir 10 minutos suavemente sobre placa de calentamiento (6.4). Enfriar a temperatura ambiente y diluir con agua a 150 cm³.

8.3.1.6 Muestras que contengan fósforo orgánico. Añadir 10 cm³ de disolución de clorato de sodio (5.6) y 10 cm³ de mezcla de ácido nítrico y ácido perclórico (5.5). Hervir vigorosamente sobre placa de calentamiento (6.4) hasta la desaparición de color amarillo-verdoso (usualmente 30 minutos). Enfriar y añadir 2 cm³ de ácido clorhídrico (5.2).

Cuando cese la reacción vigorosa, evaporar hasta aparición de humos blancos, continuar con el calentamiento durante 5 minutos, retirar y enfriar a temperatura ambiente.

8.3.2 Precipitación

Se puede seguir dos procedimientos:

8.3.2.1 Con disolución cítrico-molibdico

Agregar 30 cm³ de disolución de ácido cítrico-molibdico (5.8), momento en el cual no debe haber precipitado, y llevar a ebullición por 3 minutos en la placa de calentamiento. Retirar, agitar suavemente y agregar inmediatamente y con agitación continua 10 cm³ de disolución de quinolina(5.9) por medio de una bureta o pipeta, siendo agregados los primeros 4 cm³ gota a gota y, el resto, en forma continua.

8.3.2.2 Con reactivo quimociac

Agregar 50 cm³ de reactivo quimociac (5.10), cubrir con vidrio de reloj y llevar a ebullición por 1 minuto en la placa de calentamiento.

8.3.3 Enfriar, a temperatura ambiente, la disolución con el precipitado obtenido, agitando 3 ó 4 veces durante ese lapso.

8.3.4 Filtrar con ayuda de vacío la disolución, ya sea por medio de un crisol de vidrio o bien, con un crisol Gooch previamente preparado con una capa de asbesto (5.11) de espesor adecuado para una buena filtración. Los crisoles utilizados, deben estar previamente secados en la estufa (6.2) a 473 K (200°C) y enfriados hasta masa constante, anotando la misma. Transferir todo el precipitado al crisol y lavar 5 veces con porciones de 25 cm³ de agua, dejando que pase el agua de cada lavado antes de agregar la siguiente porción. Secar el crisol y su contenido en la estufa (6.2) a 473 K (200°C) por 45 minutos, enfriar en desecador hasta masa constante y anotar la masa.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmula

El contenido de fósforo asimilable en la muestra, expresada como porcentaje en masa de P₂O₅ ó P, se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 \text{ o } \% \text{ P} = \frac{m_1 \times V_1 \times F_1}{V_2 \times m_0} \times 100$$

En donde:

m_1 es la masa del precipitado de fosfomolibdato de quinolina, en gramos.

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

V_2 es el volumen de la alícuota de la disolución de la porción de análisis, en centímetros cúbicos.

m_0 es la masa de la porción de análisis, en gramos.

F_1 es el factor gravimétrico para convertir a $P_2O_5 = 0.03208$ y a $P = 0.014$.

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de dos determinaciones, efectuadas por un mismo analista, no debe ser mayor de 0.19 unidades de por ciento de P_2O_5 .

9.3 Reproducibilidad

La diferencia entre valores extremos de una serie de determinaciones, efectuadas por diferentes laboratorios, no debe ser mayor de 0.35 unidades de por ciento de P_2O_5 .

10 NOTAS AL PROCEDIMIENTO

10.1 El factor 0.03208 para P_2O_5 se determina de la siguiente forma

Factor gravimétrico para $P_2O_5 =$

$$\frac{\text{Peso equivalente } P_2O_5}{\text{Peso equivalente } (C_9H_7N)_3H_3(PMo_{12}O_4O)} = \frac{141.95}{2215.25} = 0.03208$$

Fosfomolibdato de quinolina

10.2 El factor 0.014 para P se determina de la siguiente forma:

Factor gravimétrico para P =

$$\frac{\text{peso equivalente P}}{\text{peso equivalente } (C_9H_7N)_3H_3(PMo_{12}O_4O)} = \frac{30.97}{2215.25} = 0.014$$

Fosfomolibdato de quinolina

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

b) Resultados y método de expresión usado.

c) Indicar cualquier modificación hecha al presente método, así como la causa de la misma.

d) Aspectos irregulares observados durante la prueba.

12 BIBLIOGRAFIA

a) Horwitz W. Editor. Official Methods of Analysis, AOAC, 13a ed. Washington, D.C. 1980. Secciones 2.026, 2.028, 2.049, 2.050 y 2.054. Pag. 10, 11, 13 y 14.

b) The Fertilizer Institute. Fertilizer Sampling and Analytical Methods. 3a ed. Muscle Shoals, Alabama. 1979. Método 250, 252 y 264. Pag. 119-112 y 137-138.

c) Tennessee Valley Authority. Laboratory Manual. Muscle Shoals, Alabama 1971, Pags. 36-39.

México, D.F., Septiembre 28, 1987

LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Consuelo Saez Pueyo', written in a cursive style.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO

Fecha de aprobación y publicación: Septiembre 28, 1987