



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-K-450-1978

**DETERMINACION DE ORTOFOSFATOS EN AGUAS PARA
CALDERAS**

WATER FOR BOILERS DETERMINATION OF ARTHO PHOSPHATES

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron los siguientes organismos.

LABORATORIO NACIONAL DE SALUBRIDAD.

LABORATORIO CENTRAL DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

SUBDIRECCION DE LA INDUSTRIA AZUCARERA DE LA SECRETARIA DE PATRIMONIO Y FOMENTO INDUSTRIAL.

DIRECCION GENERAL DE IMPUESTOS INTERIORES DE LA SECRETARIA DE HACIENDA Y CREDITO PUBLICO.

DIRECCION GENERAL DE CONTROL DE ALIMENTOS, BEBIDAS Y MEDICAMENTOS DE LA SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.

DETERMINACION DE ORTOFOSFATOS EN AGUAS PARA CALDERAS

WATER FOR BOILERS DETERMINATION OF ARTHO PHOSPHATES

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el procedimiento para determinar ortofosfatos en agua para calderas y se aplica a muestras que contienen 0.2 mg/l de fósforo o más en forma de ortofosfatos.

2 FUNDAMENTO

Con solución diluida de ortofosfatos, el molibdato de amonio en medio ácido forma el ácido molibdofosfórico, en presencia de vanadio se forma un compuesto amarillo de ácido de vanadomolibdofosfórico. La intensidad del color amarillo es proporcional a la concentración de ortofosfatos en la solución.

3 INTERFERENCIAS

Dan color amarillo también la sílice cuando se encuentra en cantidad mayor que el contenido de ortofosfato y los arseniatos.

Si hay fierro se compleja con fluoruro en presencia de ácido bórico, lo que a su vez evita la interferencia del fluoruro. Los reductores deben ser oxidados. La interferencia por sulfuros se elimina por oxidación con agua de bromo.

4 APARATOS

Espectrofotómetro de un rango entre 400 y 490 nm o colorímetro con filtro azul o violeta que corresponda a un máximo de transmitancia entre 400 y 700 nm.

5 REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser de grado analítico a menos que se indique otra cosa, cuando se mencione agua, se debe entender agua destilada.

5.1 Indicador fenoftaleína en solución.

5.2 Acido clorhídrico concentrado.

5.3 Carbón activado.

5.4 Reactivo molibdovanadato.

5.4.1 Solución "A"

Disolver 25 g de Molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 400 ml de agua.

5.4.2 Solución "B"

Disolver 1.25 g de metavanadato de amonio NH_4VO_3 en 300 ml de agua, calentar a ebullición, enfriar y agregar 330 ml de ácido clorhídrico concentrado, el cual puede ser substituido por H_2SO_4 , HClO_4 o HNO_3 . Enfriar la solución "B" y vaciar la solución "A" sobre la "B" y diluir a 1 litro.

5.5 Solución tipo de ortofosfato

Disolver en agua 219.5 mg de fosfato monopotásico anhidro KH_2PO_4 y diluir a 1000 ml. De esta solución 1 ml equivale a 50 μg de fósforo en forma de ortofosfatos.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Ajuste del pH

6.1.1 Si la muestra tiene un pH entre 4 y 10, no es necesario hacer el ajuste.

6.1.2 Si el pH es menor que 4, diluir 50 ml de muestra a 100 ml en un matraz volumétrico con agua y mezclar bien. Usar la muestra problema diluida.

6.1.3 Si el pH es superior de 10, agregar una gota de fenolftaleína a 50 ml de muestra problema y agregar HCl para desaparecer el color y completar a 100 ml con agua.

6.1.4 Estas diluciones son útiles si la concentración de fósforo como ortofosfato es de 15 mg/litro

6.1.5 Cuando se hacen diluciones, tomar para los cálculos el volumen de muestra no diluida correspondiente al de la muestra tomada para la reacción colorida

6.2 Eliminación del color de la muestra

Quitar color excesivo agitando 50 ml de la muestra con 200 mg de carbón activado en un matraz Erlenmeyer durante 5 minutos. Filtrar por papel Whatman 42 u otro equivalente, para eliminar el carbón. Verificarle el contenido de fosfato a cada dotación de carbón. Algunos tienen altos contenidos que aparecen en el blanco, tratado igual que el problema.

6.3 Desarrollo del color

6.3.1 Colocar 35 ml de la muestra problema o menos, que contenga de 50 a 1000 μg de fósforo en un matraz volumétrico de 50 ml, añadir 10 ml de reactivo vanadomolibdato y diluir hasta el aforo con agua.

6.3.2 Preparar un blanco que contenga 35 ml de agua en sustitución del volumen de la muestra. Después de 10 minutos o más de la adición del reactivo, leer la transmitancia contra el blanco a una longitud de onda entre 400 y 490 nm, según la sensibilidad deseada (véase tabla 1). El color es estable por varios días, no le afectan las variaciones de temperatura.

TABLA 1

RANGO mg/litro de p	LONGITUD DE ONDA nm
1.0 - 5.0	400
2.0 - 10.0	420
4.0 - 18.0	470

6.4 Preparación de la curva de calibración

Usar volúmenes conocidos de la solución tipo de fosfato y tratarlos igual que el problema según párrafo anterior.

7 CALCULOS

Se expresa el resultado en mg de fósforo o ppm de fósforo en forma de ortofosfatos.

$$\text{mg P/litro} = \frac{\text{mgP} \times 100}{\text{ml de muestra}}$$

8 REPRODUCIBILIDAD

Para juzgar los resultados del análisis se debe considerar la tabla 2. En caso de no quedar dentro de los límites fijados en la tabla se recomienda repetir la determinación.

TABLA 2

METODO	CONCENTRACION DE FOSFORO g/ litro de P	Número de Laboratorios	Desviación Estandar relativa %	Error relativo %
Vanadomolibdato	100	45	75.2	21.6
	600	43	19.6	10.8
	7.000	44	8.6	5.4

APENDICE "A"

A.1 Observaciones

Si las muestras van a conservarse largo tiempo, ponerlas en refrigeración (-10°C) y con conservador (HgCl₂) 40 mg/litro. Evitar el ácido o cloroformo.

No guardar en frascos de plástico muestras que contengan pocos fosfatos, éstos pueden absorberse en las paredes. Los recipientes de vidrio donde deben guardarse las muestras, se deben lavar con ácido clorhídrico diluido caliente y enjuagar varias veces con agua destilada.

Nunca usar detergentes comerciales que contiene fosfatos en la limpieza del material de vidrio usado en el análisis de fosfatos. Se recomienda reservar el material de vidrio exclusivamente para esta determinación; si no es posible, siempre lavar todo el material con ácido clorhídrico diluido caliente enjuagando bien con agua destilada; mejor todavía si se deja este material durante la noche con ácido sulfúrico concentrado.

9 BIBLIOGRAFIA

Standard Methods of Water & Waste Water.

ASTM Part. 23 1970.

México, D.F., Abril 12, 1978

P.A. DEL DIRECTOR GENERAL
EL SUBDIRECTOR OPERACION



ING. JOSE HERNANDEZ SALGADO

Fecha de aprobación y publicación: Abril 17, 1978