Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

NORMA MEXICANA DGN-AA-32-1976

"DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL EN DESECHOS SOLIDOS. (METODO DEL FOSFOVANADOMOLIBDATO).

1.- OBJETIVO

Esta Norma establece el método fotométrico para la determinación de fósforo total contenido en desechos sólidos.

2.- CAMPO DE APLICACION

Este método no es aplicable a productos que producen soluciones 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 Norma Mexicana "Muestreo de Desechos Sólidos Urbanos", DGN-AA-15-1975.

4.- PRINCIPIO

El método se basa en disolver y transformar los compuestos fosforados a ortofosfatos, los cuales se hacen reaccionar para formar el complejo de fosfovanadomolibdato, cuya densidad de color se mide fotométricamente.

5.- REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua se debe entender agua destilada o desmineralizada.

- Acido nítrico (HNO_3), 69 - 71%
- Acido perclórico ($HClO_4$), 70 - 72%
- Solución de vanadomolibdato.

a) Se disuelven 40 g de molibdato de amonio $(NH_4)Mo_7O_{24} \cdot 4H_20$, en 400 ml de agua caliente y se deja enfriar.

b) Se disuelve 2 g de metavanadato de amonio (NH_4VO_3), en 250 ml de agua caliente, se deja enfriar y se agregan 450 ml de ácido perclórico.

c) Se vierte lentamente y con agitación la solución a) a la solución b) y se diluye con agua a 2 litros.

Solución patrón de pentóxido de fósforo (P_2O_5). Se pesan 9.5876 g de fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4), secado previamente a peso constante en estufa a 105°C; se disuelven en agua, se transfiere a un matraz aforado de 500 ml y se lleva hasta la marca con agua. Esta solución contiene 10 mg de P_2O_5/ml. Se miden 10 ml de esta solución, se transfieren a un matraz aforado de 1,000 ml y se lleva con agua hasta la marca. Esta solución contiene 0.1 mg de P_2O_5/ml.

NOTA: A fin de asegurarse de la pureza del fosfato de potasio monobásico, se recomienda recristalizar y secar hasta peso constante en la estufa a 105°C.

5.2 Materiales

- Papel filtro (Whatman No. 5 o similar), de 11 cm de diámetro.

6.- APARATOS Y EQUIPO

- Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g

- Colorímetro o espectrofotómetro y celdas
- Placa de calentamiento
- Equipo usual de laboratorio

7.- PREPARACION DE LA MUESTRA

La muestra se extrae como se indica en la Norma Mexicana "Muestreo de Desechos Sólidos Urbanos". DGN-AA-15 en vigor y se pesan 10 g de muestra para la determinación.

8.- PROCEDIMIENTO

8.1 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

8.1.1 Se debe tener precaución con el manejo de ácido perclórico, para evitar reacciones violentas en combustión húmeda con este ácido. Se debe tratar la muestra previamente con ácido nítrico para destruir la materia orgánica fácilmente oxidable. No se debe llevar a sequedad. Se debe trabajar con protección facial y bajo campana de extracción.

8.2 Determinación

8.2.1 Preparación de la solución de fósforo

8.2.1.1 Se transfiere la muestra de análisis (10 g) a un vaso de precipitados de 250 ml. Se agregan 20-30 ml de ácido nítrico, se cubre con un vidrio de reloj y se hierve en la placa de calentamiento durante 30-45 minutos.

8.2.1.2 Se deja enfriar, se agregan 10-20 ml de ácido perclórico y se hierve suavemente hasta que desaparezcan los vapores nitrosos. Si es necesario se agregan porciones de 10 ml de ácido nítrico tantas veces como se requiera para decolorar la solución.

8.2.1.3 Se enfría, se agregan 50 ml de agua y se hierve durante 5 minutos. Se filtra a través de papel filtro y se recibe el filtrado en un matraz aforado de 250 ml. Se lava dos veces con agua caliente, se enfría y se lleva hasta la marca con agua.

8.2.2 Desarrollo de color

8.2.2.1 Se mide una alícuota que contenga de 3 a 4 mg de P_2O_5 como se indica en la Tabla I y se transfiere a un matraz aforado de 100 ml.

TABLA I

Contenido de P_2O_5 en la muestra %	Alícuota 1 para dilución (ml)	Dilución D de la Alícuota 1 (ml)	Alícuota 2 para desarrollo de color tomado de D1 (ml)	Contenido P_2O_5 en la Alícuota 2 (mg)
-	-	-	-	-
*0.5 - 1.0	50	100	25	2.5 - 5.00
1.0 - 1.5	25	100	25	2.5 - 3.75
1.5 - 2.0	25	100	20	3.0 - 4.00
2.0 - 2.5	20	100	20	3.2 - 4.00
2.5 - 3.0	20	100	15	3.0 - 3.60
3.0 - 3.5	15	100	15	2.7 - 3.10
3.5 - 4.0	15	100	15	3.1 - 3.60
4.0 - 4.5	15	100	15	3.6 - 4.00
4.5 - 5.0	15	100	15	4.0 - 4.50

*Para muestras con un contenido de P_2O_5 menor de 0.5% se deben ajustar las diluciones, de manera que la alícuota sobre la que se va a efectuar la determinación contenga de 3 a 4 mg de P_2O_5, y sea de un volumen de 50 ml como máximo.

8.2.2.2 Al mismo tiempo se miden 20 ml de la solución patrón de 0.1 mg de P_2O_5/ml y se transfieren a un matraz aforado de 100 ml. Se ajusta con agua a un volumen aproximado de 50 ml y tomando un tiempo no mayor de 5 minutos para toda la serie de determinaciones, se agregan con bureta o pipeta 20 ml de solución de vanadomolibdato. Se lleva hasta la marca con agua, se homogeneiza y se deja reposar 10 minutos.

8.2.3 Medición fotométrica

8.2.3.1 Transcurridos los 10 minutos, se transfieren la solución patrón conteniendo 2 mg de P_2O_5 y la muestra a las celdas.

8.2.3.2 Se ajusta el espectrofotómetro o colorímetro a lectura "cero" de absorbancia con la solución patrón de 2 mg de P_2O_5 y una longitud de onda de 400 nm.

8.2.3.3 Se mide la absorbancia de la muestra y se anota la lectura.

NOTA: En el caso de que se use un fotocolorímetro como el Klett-Summerson, se empleará el filtro No. 42 que tiene un intervalo espectral de 400-465 nm. La longitud de onda que se emplee debe estar en 400-460 nm y la selección debe basarse en las características específicas del colorímetro o espectrofotómetro que se emplee y deberá ser la que dé la máxima sensibilidad con dicho aparato.

8.3 Curva de calibración

De la solución patrón de 0.1 mg de P_2O_5/ml se miden alícuotas como se indica en la Tabla II, se transfieren a matraces aforados de 100-ml y se prosigue como se indica en DETERMINACION a partir de 8.2.2. al 8.2.3. inclusive. Se elabora una gráfica tomando como ordenadas los mg de P_2O_5 y como abscisas las lecturas de absorbencia.

TABLA II - Alícuotas de solución patrón

ml de solución patrón	mg de P_2O_5
20	2.0
25	2.5
30	3.0
35	3.5
40	4.0
45	4.5
50	5.0

9.- EXPRESION DE RESULTADOS

9.1 Método de cálculo y fórmulas

El contenido de fósforo total es dado como porcentaje en masa por la siguiente fórmula:

$$\% P_2O_5 = \frac{m1 \times V1 \times V2}{m0 \times A1 \times A2} \times 100$$

en donde:

m1 es la masa, en miligramos, de P_2O_5 leídos en la curva de calibración.

V1 es el volumen, en mililitros, de la solución de la porción de calibración.

V2 es el volumen, en mililitros, de la dilución D1 (véase Tabla I).

m0 es la masa en miligramos, de la porción de análisis.

A1 es el volumen, en mililitros, de la alícuota 1 (véase Tabla I).

A2 es el volumen, en mililitros, de la alícuota 2 (véase Tabla I).

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre resultados obtenidos para diferentes porciones de análisis, no deberá exceder de 0.1 por ciento, en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

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 de la muestra
- fecha de terminación de análisis

b) Referencia al método empleado,
c) Resultados y métodos de expresión usados (base seca o base húmeda),
d) Anomalías observadas durante la prueba,
e) Cualquier operación no incluida en esta norma o que fuese opcional y pudiera afectar los resultados.

11.- BIBLIOGRAFIA

a) "Official Methods of Analysis", 11a. ed., A.O.A.C. Association of Official Agricultural Chemists Washington, D.C., sec. 2.017-2.022, 1970.
b) "Analytical Methods", 2a. ed. (National Plant Food Institute Washington, D. C., Met.- 3.630, 1968.
c) "Laboratory Manual", Tennessee Vallery Authority Muscel Shoals, Alabama, P. 30.39.

12.- PARTICIPANTES

- Secretaría de Salubridad y Asistencia.
  - Consejo Técnico de la Secretaría de Mejoramiento del Ambiente.
- Departamento del Distrito Federal.
  - Planta Industrializadora de Desechos Sólidos.
- Secretaría de Agricultura y Ganadería.
  - Instituto de Investigaciones Forestales.
- Guanos y Fertilizantes de México, S.A.
  - Subgerencia de Investigación.
- Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.
  - Unidad de Normalización Básica y Control de Calidad.
- Instituto Mexicano del Petróleo.
- Secretaría de Recursos Hidráulicos.-
  Centro de Investigación y Entrenamiento para Control de la Calidad del Agua.