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 NMX-AA-94-1985.

PROTECCION AL AMBIENTE - CONTAMINACION DEL SUELO - RESIDUOS SOLIDOS MUNICIPALES - DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes organismos:

- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA
Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL
Dirección General de Estudios Prospectivos.
Comisión de Ecología.

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana especifica un método de prueba para determinar el fósforo total contenido en los Residuos Sólidos Municipales y no es aplicable a productos que generan soluciones coloridas como son las del tipo denominado escorias básicas.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

- NMX-AA-91 Protección al ambiente - Contaminación del suelo - Residuos Sólidos - Terminología.
- NMX-AA-52 Protección al ambiente - Contaminación del suelo - Residuos sólidos municipales
Preparación de muestras en laboratorio para su análisis.

3.- DEFINICIONES

Para los efectos de esta norma las definiciones son las que se establecen en la Norma Mexicana NMX-AA-91 además de:

3.1 Fósforo total

Fósforo disponible o aprovechable en todas sus formas, más fósforo orgánico.

4.- FUNDAMENTO

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

5.- APARATOS Y EQUIPO

Equipo usual de laboratorio además de:

- 5.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.
- 5.2 Espectrofotómetro o Colorímetro con celdas.
- 5.3 Parrilla de calentamiento con control de temperatura y agitación magnética.

6.- MATERIALES Y REACTIVOS

6.1 Materiales.

6.1.1 Piedras de ebullición

6.1.2 Papel filtro Wathman (N° 5 o similar) de 11 cm de diámetro

6.2 Reactivos.

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico; cuando se hable de agua, debe entenderse por agua destilada o desmineralizada.

6.2.1 Acido nítrico, (HNO₃) 69 a 71 %

6.2.2 Acido perclórico, (HClO₄) 70 A 72 %

6.2.3 Solución de Vanadomolibdato

6.2.3.1 Disolver 40 ± 0.01 g de heptamolibdato de amonio tetrahidratado: $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7 \text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 400 ± 1.0 cm³ de agua caliente a 323 K (50 C) y dejar enfriar a temperatura ambiente. Filtrar en caso de que la solución sea turbia. Diluir hasta 500 ± 1.0 cm³ con agua y homogeneizar. Almacenar en un frasco de vidrio color ámbar. Preparar una solución fresca cada dos meses.

6.2.3.2 En un matraz Erlenmeyer de 1000 cm³ disolver 2 ± 0.01 g de metavanadato de amonio (NH₄ VO₃) en 200 ± 1.0 cm³ de agua caliente a 323 K (50 C) y dejar enfriar a temperatura ambiente. Por medio de una bureta adicionar gota a gota 450 cm³ de ácido perclórico, (HClO₄) empleando agitación magnética. Almacenar esta solución en un frasco de vidrio color ámbar.

6.2.3.3 Verter lentamente y con agitación (6.2.3.2) y diluir con agua a 2000 ± 2 cm³.

6.2.4 Patrón primario de pentóxido de fósforo.

6.2.4.1 Pesar 9.5876 g de fosfato de potasio monobásico (KH₂ PO₄) secado previamente a 378 K (105 C) por un mínimo de dos horas y disolver en aproximadamente 100 cm³ de agua en un matraz aforado de 500 cm³ y llenar hasta la marca con agua. Esta solución contiene 10 mg de P₂ O₅ por cm³ almacenar esta solución en un frasco de vidrio de color ámbar por no más de dos semanas.

NOTA: A fin de asegurar la pureza del fosfato de potasio monobásico se recomienda recrystalizar en agua y secar hasta peso constante a una temperatura de 378 K (105 C).

6.2.4.2 Solución de trabajo de pentóxido de fósforo. Diluir 10 ± 0.1 cm³ de solución patrón primario de pentóxido de fósforo (6.2.4) en un matraz aforado de 1000 cm³ y llevar hasta la marca en agua. Esta solución contiene 0.1 mg de P₂ O₅ por cm³

NOTA: Esta solución debe ser preparada diariamente.

7.- OBTENCION DE LA MUESTRA

La muestra se obtiene según la NOM-AA-52 y en cantidad suficiente para efectuar la determinación por duplicado.

8.- PROCEDIMIENTO

8.1 Recomendaciones de seguridad.

Tener cuidado con el manejo del ácido nítrico para destruir la materia orgánica fácilmente oxidable, pero no llevar a sequedad. Trabajar con protección facial y bajo la campana. La ceniza de tabaco, el sudor y el polvo contienen cantidades apreciables de fosfatos, por lo tanto deben quedar excluidos del área de trabajo.

8.2 Determinación

8.2.1 Preparación de la solución de fósforo.

8.2.1.1 Transferir la muestra de análisis (10 g) a un vaso de precipitados de 250 cm³; agregar de 20 a 30 cm³ de ácido nítrico, así como piedras de ebullición. Cubrir con un vidrio de reloj y llevar a ebullición en la parrilla de calentamiento de 30 a 45 minutos.

8.2.1.2. Dejar enfriar hasta temperatura ambiente, agregar de 10 a 20 cm³ de ácido perclórico y calentar suavemente hasta que desaparezcan los vapores nitrosos. Si es necesario agregar porciones de 10 cm³ de ácido nítrico tantas veces como se requiera para decolorar la solución.

8.2.1.3 Enfriar hasta temperatura ambiente y agregar 50 cm³ de agua, llevar a ebullición durante 5 minutos. Filtrar y recibir el producto en un matraz aforado de 250 cm³. Lavar dos veces los residuos del papel filtro con agua caliente, enfriar hasta temperatura ambiente y llevar a la marca con agua.

8.2.2 Desarrollo de color.

8.2.2.1 Medir de la solución de trabajo una alícuota que contenga de 3 a 4 mg de P₂O₅, y transferir a un matraz aforado de 100 cm³.

NOTA: Para muestras con un contenido de P₂O₅ 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 P₂O₅.

8.2.2.2 Blanco de prueba.

8.2.2.2.1 Simultáneamente (con 8.2.2.1) se miden 20 cm³ de la solución de trabajo de 0.1 mg de P₂O₅ por cm³ (6.2.4.2) y se transfieren a un matraz aforado de 100 cm³. Se ajusta con agua a un volumen aproximado de 50 cm³ y tomando un tiempo no mayor de 5 minutos para toda la serie de determinaciones se agrega con bureta o pipeta 20 cm³ 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 El color se desarrolla rápidamente, pero usualmente se lee una vez que han transcurrido 10 minutos, con el fin de asegurar que alcance la máxima intensidad.

8.2.3.2 Transferir la solución de trabajo que contiene 2 mg de P₂O₅ por cm³ (blanco de prueba), así como la solución de la muestra (8.2.1.3) a las celdas.

8.2.3.3 Conducir un blanco de prueba paralelo a la determinación, con el fin de ajustar el espectrofotómetro o colorímetro. A lectura "cero" de absorbancia o 100% de transmitancia con una longitud de onda de 400 nm.

8.2.3.4 Se mide la absorbancia o transmitancia de la muestra y se anota la lectura.

NOTA: En caso de que se utilice un colorímetro, se emplea el filtro No. 42 que tiene un intervalo espectral de 400 a 465 nm.

8.3 Curva de calibración.

8.3.1 De la solución de trabajo de P₂O₅(6.2.4.2) se miden alícuotas como se indica en la Tabla No. 1, se transfieren a matraces de 100 cm³ y se prosigue como se indica en la determinación a partir de 8.2.2 al 8.2.3 inclusive.

Se elabora una gráfica tomando como ordenadas los mg de P₂O₅ y como abscisas las lecturas de absorbancia o transmitancia.

NOTA: Elaborar nueva curva de calibración cada vez que se prepare el patrón primario de P₂O₅(6.2.4.2).

TABLA I

SOLUCION DE TRABAJO (cm ³)	CONCENTRACION DE P ₂ O ₅ (mg)
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 está dado como:

$$\% P_2 O_5 = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot V_2}{m_0 \cdot A_1 \cdot A_2} \cdot 100$$

En donde:

m_1 = masa en mg de P₂ O₅ leídos en la curva de calibración para la muestra problema.

V_1 = Volumen en cm³ de la solución de la porción de análisis.

V_2 = Volumen en cm³ de la dilución igual a 100.

m_0 = masa en cm³ de la porción de análisis.

A_1 = Volumen en cm³ de la alícuota de la muestra.

A_2 = Volumen en cm³ de la alícuota de la solución de trabajo.

9.2 Repetibilidad

La diferencia entre resultados obtenidos para diferentes porciones de muestras, así como de sus análisis, no debe exceder de 0.1%, en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

10.- BIBLIOGRAFIA

- Official Methods of Analysis

1a. ed. A.O.A.C. (Association of Official Agricultural Chemists).
Washington, D.C.

1970

Sec. 2, 17-22.

- Analytical Methods

2da. ed. (National Plant Food Institute).
Washington, D.C.

1968

Met. 3.630

- LABORATORY MANUAL.

Tennessee Valley Authority.
Muscel Shoals, Alabama.
P 30-39

- JACKSON, M.L.

Análisis Químico de Suelos.

Ediciones Omega.

Barcelona, España.

1970