



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS (GIUMA)

DETERMINACIÓN DE AZUFRE EN FERTILIZANTES POR EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO

Adaptación del método AOAC, Official Method 980.02 (1997)

Alcance y aplicación

Este método es aplicable a fertilizantes inorgánicos que contengan el azufre en forma de sulfato. No se recomienda su aplicación en muestras que contengan el ión amonio.

Principio del método

El método se basa en la precipitación del azufre que se encuentra en forma de sulfato (SO_4^{2-}) en el fertilizante, mediante la adición de cloruro de bario, para formar sulfato de bario. El precipitado que se forma se seca y se pesa. Se calcula el contenido de S- SO_4^{2-} a partir de ese peso.

Reactivos

Ácido Clorhídrico concentrado

Solución de Cloruro de bario (BaCl_2) al 10% p/v: Pesar 25 g de BaCl_2 . Transferirlo cuantitativamente a un balón aforado de 250 mL. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar.

Equipos

Balanza analítica.
Plancha eléctrica
Baño de vapor (opcional)
Mufla o estufa que alcance 250°C

Materiales

Balones de 250 mL y 500 mL
Beaker de 400 mL
Crisoles Gooch
Papel de filtro Whatman (o equivalente)

Papel de fibra de vidrio
Cilindro graduado de 25 mL
Desecador
Kitazato

Procedimiento

Extracción

1. En un beaker de 400 mL, pesar $1 \pm 0,0001$ g de muestra, si el producto a analizar contiene más de 10% de $S-SO_4^-$. En caso de que el producto a evaluar contenga menos de 10% de $S-SO_4^-$, pesar $2 \pm 0,0001$ g de muestra. Antes de pesar la muestra, la misma debe haber sido triturada. Si no es posible pesar el beaker de 400 mL en la balanza analítica, porque su peso es mayor que el valor máximo que la balanza puede registrar, debe utilizarse un beaker más pequeño (de 50 ó 100 mL), y luego transferir la muestra cuantitativamente al beaker de 400 mL con agua destilada.
2. Añadir 200 mL de agua, 15 mL de HCl concentrado y calentar hasta ebullición. Hervir durante 10 minutos en plancha eléctrica bajo campana extractora de gases. (Tomar en cuenta todas las medidas de seguridad en el uso de ácidos concentrados).

Nota: En caso de que haya quedado residuo en el extracto, filtrar con papel de filtro Whatman (o equivalente), lavar varias veces el residuo con agua destilada, recogiendo las aguas de lavado en el mismo recipiente donde se encuentra el filtrado. Transferir cuantitativamente el filtrado al beaker original y calentar hasta cerca del punto de ebullición.

Precipitación

1. Añadir lentamente, con agitación constante, 15 mL de Solución de Cloruro de Bario al 10 % p/v.
2. Digerir a baja temperatura en plancha eléctrica, de manera que la solución no hierva o colocar en baño de vapor durante una hora.
3. Dejar en reposo a temperatura ambiente durante la noche.

Determinación

1. Preparación del crisol Gooch: Colocar un disco de fibra de vidrio en el fondo de un crisol Gooch y calentarlo por 1 hora a 250°C. Dejar enfriar por 20 minutos en un desecador y pesar. Registrar este peso como P_1 .

2. Filtrar a través de un crisol Gooch que contenga papel de fibra de vidrio y que haya sido previamente calentado a 250°C, enfriado y pesado (P_1). Para el proceso de filtración debe colocarse el crisol Gooch (con su porta crisol de goma) sobre un kitazato, de modo que sea posible aplicar succión para acelerar la operación. Lavar con 10 porciones de agua de 10 mL cada una.
3. Secar el crisol y su contenido durante una hora a 250°C. Dejar enfriar por 20 minutos en un desecador y pesar. Registrar este peso como P_2 .

NOTA: Para obtener los pesos P_1 y P_2 debe utilizarse una balanza analítica con precisión de 0,0001 g.

Cálculos

$$\text{g de BaSO}_4 = P_2 - P_1$$

Donde:

g de BaSO₄ = Peso del precipitado de sulfato de bario (en gramos)

P_1 = peso del crisol Gooch que contiene papel de fibra de vidrio y ha sido previamente calentado a 250°C y luego enfriado.

P_2 = peso del crisol Gooch que contiene papel de fibra de vidrio y el precipitado de sulfato de bario, después de haber sido secado a 250°C y luego enfriado.

$$\% \text{ S - SO}_4 = \frac{\text{g de BaSO}_4 \times 0,1374 \times 100}{G}$$

donde:

$\% \text{ S - SO}_4$ = Porcentaje de azufre en forma de sulfato en el fertilizante

g de BaSO₄ = Peso del precipitado de sulfato de bario (en gramos)

g de muestra = peso de la muestra en gramos

0,1374 = contenido de azufre en un gramo de BaSO₄

Observaciones al Procedimiento

- De acuerdo a la literatura (NFDC-TVA, 1979), al aplicar este método con fines de determinar el contenido de azufre en forma de sulfato en muestras que contienen iones amonio, se evidencia la existencia de una interferencia negativa, que hace que el resultado obtenido sea menor que el esperado. Carrillo de Cori et al. (2010) comprobaron el efecto de esta interferencia utilizando reactivos grado analítico y comparando los resultados con los de un método turbidimétrico.

- Deben tomarse precauciones en el manejo los discos de fibra de vidrio: es recomendable el uso de guantes.

Bibliografía

Carrillo de Cori, Carmen E., Magaly Ruiz, Linda M. Aular, Rosalba Mora, Luis Castillo, Isabel E. Arrieche, Tirso Díaz, Shirley Fernández, Rómulo Noguera, Ayuramy Martínez, María R. Tovar. 2010. Un método turbidimétrico para determinar azufre en fertilizantes inorgánicos. *VENESUELOS*, 18 (1): 6-15.

National Fertilizer Development Center-Tennessee Valley Authority (NFDC-TVA). 1979. Laboratory Manual. Muscle Shoals, Alabama. USA p. 155.

Official Methods of Analysis. 1997. 16th Ed. AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, method 980.02, Chapter 2, p.33