



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS (GIUMA)

MÉTODO DIRECTO PARA DETERMINAR FÓSFORO DISPONIBLE EN FERTILIZANTES

Alcance y aplicación

Se describe el método para determinar el fósforo disponible en fertilizantes inorgánicos, utilizando en la determinación un método espectrofotométrico

Definiciones

El *fósforo disponible* es la cantidad de fósforo utilizable por las plantas, que se encuentra en un fertilizante y corresponde a fósforo soluble en agua más el fósforo soluble en citrato.

El *fósforo soluble en citrato*, corresponde a aquella fracción del fósforo total presente en un fertilizante, que no es soluble en agua, pero sí en soluciones de citrato amónico.

Si a la porción de fertilizante a ensayar no se le ha extraído previamente la fracción soluble en agua, el fósforo extraído con la solución de citrato de amonio, representa el fósforo disponible (soluble en agua, más soluble en citrato).

Si a la porción de fertilizante a ensayar se le ha extraído previamente la fracción soluble en agua, el fósforo disponible se calculará mediante la suma del fósforo soluble en agua, más la fracción soluble solamente en citrato.

Fundamento

El método se basa en la extracción de todos los compuestos de fósforo solubles en agua y en citrato de amonio neutro, cuando la muestra de fertilizante se hierve durante 10 minutos con una solución de ese reactivo. Luego, una porción del extracto se trata con una mezcla de soluciones ácidas de molibdato de amonio y metavanadato de amonio, formándose con el fósforo el complejo amarillo de ácido molibdovanadofosfórico. La intensidad del color producido es proporcional a la concentración de fósforo y la cuantificación se lleva a cabo por espectrofotometría visible a 400 nm.

Reactivos

1. Fosfato diácido de potasio (KH_2PO_4) estándar primario
2. Ácido Cítrico
3. Hidróxido de Amonio 25 %
4. Molibdato de Amonio
5. Metavanadato de Amonio
6. Ácido Nítrico
7. Carbón activado libre de fósforo.

Solución patrón de fosfato (200 mg P₂O₅ /L). Esta solución se prepara con fosfato diácido de potasio (KH₂PO₄), estándar primario. Antes de pesar el reactivo, debe secarse (aproximadamente 1 g) en estufa a 105° C por 2 horas y dejar enfriar en un desecador. Es necesario calcular previamente el peso de KH₂PO₄ a utilizar de acuerdo a su pureza. Esto debe hacerse de la siguiente forma: se divide 0,3835 (que sería el peso en g de KH₂PO₄ si fuera 100% puro) entre el porcentaje de pureza del reactivo que se va a emplear y se multiplica por 100. Pesarse la cantidad calculada de KH₂PO₄ en balanza analítica, con apreciación de 0,1 mg y transferirla cuantitativamente a un balón volumétrico de 1000 mL. Diluir hasta el cuello, mezclar y enrasar con agua destilada. Un mL de esta solución equivale a 200 µg de P₂O₅.

Solución de trabajo de fosfato (100 mg. P₂O₅/L). Medir cuantitativamente 50 mL de la solución patrón de fosfato y transferirla a un balón aforado de 100 mL. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar. Un mL de esta solución contiene 100 µg de P₂O₅.

Solución de Citrato de Amonio Neutro (CAN). Disolver 370 g de ácido cítrico en 1500 mL de agua destilada. Añadir 350 mL de hidróxido de amonio (28-29%), dejar enfriar. Ajustar a pH 7,0 con NH₄OH (1+4) o con ácido cítrico al 10 %.

Solución de CAN diluida 1+9. En un balón aforado de 100 mL vierta 10 mL de la solución de CAN. Enrase con agua destilada.

Solución vanadomolibdica

Solución A: Disolver 20 g de molibdato de amonio en 200 mL de agua caliente. Dejar enfriar. Añadir 180 mL de ácido nítrico. Dejar enfriar nuevamente.

Solución B: En otro beaker, disolver 1g de metavanadato de amonio en 120 mL de agua caliente.

Agregar en pequeñas porciones y agitando cada vez, la solución “A” a la solución “B” Transferir a un balón aforado de 1000 mL. Enrasar con agua destilada.

Equipos

Espectrofotómetro que opere en la banda ultravioleta visible.

Balanza analítica con precisión de ± 0,1 mg

Materiales

Balones de 1000 mL, 250 mL, 100 mL, 50 mL

Beaker de 250 mL

Pipetas de 5 mL, 10 mL, 15 mL

Papel Whatman # 42

Procedimiento

Preparación de la curva de calibración

1. Medir cuantitativamente volúmenes de 0; 5; 7,5; 10 y 15 mL de la solución de trabajo de fosfato (100 mg/l P₂O₅) y transferirlo a balones de 100 mL para preparar una serie de patrones de 0; 5; 7,5; 10 y 15 mg/l de P₂O₅.

2. Añadir a cada balón 10 mL de la solución vanadomolibdica y adicionar 5 mL de la solución de citrato de amonio (1+9).
3. Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar fuertemente. Dejar en reposo por 10 minutos
4. Medir la absorbancia de cada patrón en el espectrofotómetro uv visible a 400 nm utilizando como referencia el patrón de 0 mg. de P_2O_5 . Elaborar la curva de calibración "Absorbancia vs concentración de P_2O_5 ".

Preparación de la muestra

Extracción

1. Pesar $0,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$ de la muestra problema en un beaker de 100 mL, añadir 25 mL de la solución de CAN y hervir lentamente durante 10 minutos.
2. Dejar enfriar y transferir a un balón volumétrico de 250 mL, enrasar con agua destilada. Este extracto debe ser agitado antes de usarlo.
3. Preparar simultáneamente un blanco, que contiene todos los reactivos, menos la muestra problema.
4. En un balón aforado de 50 mL agregar 0,2 g de carbón activado libre de fósforo.
5. Añadir el extracto obtenido previamente hasta el enrase, agitar y colocar en baño de Maria a 60°C por un tiempo de 20 minutos.
6. Transcurrido el tiempo dejar enfriar y enrasar con agua destilada si es necesario.
7. Filtrar una porción suficiente con el objeto de tomar la alícuota para la determinación del fósforo.

Determinación

1. Tomar las alícuotas según la siguiente tabla.

Rango de P_2O_5 (%)	Volumen de la alícuota (mL)
0-9	5
10-15	2
16-29	1
>29	Diluir 25 mL del extracto en 100 mL de agua destilada y tomar un volumen de 2 mL (F = 4).

2. Transferir la alícuota a un balón aforado de 100 mL (tratar el blanco igual que las muestras).
3. Agregar 25 mL de agua destilada y un volumen complementario de la solución de citrato de amonio 1+9 para completar un volumen de 5 mL de la alícuota, si ésta corresponde a 5 mL no se coloca este volumen complementario.
4. Añadir 10 mL de solución vanadomolibdica, enrasar con agua destilada y agitar.
5. Esperar 10 minutos y leer la absorbancia en el espectrofotómetro uv visible a 400 nm empleando el patrón # 1 (0 mg de P_2O_5 / L) para calibrar el aparato en cero.

6. Entrar con las absorbancias obtenidas en la ecuación de regresión y obtener las concentraciones en mg de P₂O₅/L.
7. Calcular el contenido de P₂O₅ en porcentaje mediante la siguiente ecuación

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 = \frac{(C_m - C_b) \times V_t \times F}{100 \times V_a \times G}$$

Donde:

C_m = mg/L de P₂O₅ en la alícuota analizada, obtenidos mediante la curva de calibración Absorbancia vs. Concentración.

C_b = mg/L de P₂O₅ en el blanco

V_t = Volumen total del extracto (mL)

V_a = Volumen de la alícuota (mL)

G = Peso de la muestra (g)

F = Factor de dilución (en el caso de que se use una alícuota de una solución diluida).

Observaciones al Procedimiento:

- Los extractos obtenidos no son estables. Se recomienda utilizarlos el mismo día de su preparación.
- En casos excepcionales pueden obtenerse extractos con mucho material en suspensión. Si esto ocurre, se recomienda filtrar alrededor de 60 mL del extracto, antes de hacer el tratamiento con carbón activado.

Bibliografía

- Carrillo de C., C. E., M. Ruíz, L. M. Aular, R. Mora, L. Castillo, R. Noguera, M. Tovar, Tirso Díaz, Isabel E. Arrieche, S. Fernández, Carmen Silva y O. Gamboa.** 2012. Método directo para determinar fósforo disponible en fertilizantes. VENESUELOS, 20 (1): 5-11.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUARIA EMBRAPA, SOLOS,** 1999. Manual de análisis químicos de solos, plantas e fertilizantes, pp: 242-246.