



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

DETERMINACIÓN DE POTASIO EN FERTILIZANTES. MÉTODO VOLUMÉTRICO

Alcance y Aplicación: Se describe el método para determinar potasio en fertilizantes inorgánicos sólidos y líquidos, utilizando una técnica volumétrica.

Fundamento

El método se basa en la extracción del potasio con una solución de oxalato de amonio y su posterior determinación, precipitándolo con tetrafenil borato de sodio (TFBS) en medio alcalino y en presencia de formaldehído para acomplejar el ion amonio. Después de separar por filtración el precipitado del exceso de TFBS, éste último se titula con una solución estándar de cloruro de benzalconio utilizando como indicador amarillo de Clayton.

Materiales y equipos

Pipetas volumétricas de 1, 5; 10 y 50 mL
Bureta semimicro de 10 mL.
Papel de filtro Whatman N° 12 o equivalente.
Papel de filtro whatman N° 42 o equivalente.
Beaker de 100, 250 y 400 ml.
Erlenmeyer de 125 mL.
Cilindros graduados de 50 y 100 mL.
Balones volumétricos de 100, 250 y 1000 mL.
Frascos de polietileno de 1000 mL.
Plancha de calentamiento.
Balanza analítica (apreciación 0,1 mg).

Reactivos

Solución de oxalato de amonio: $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ al 4%. Disuelva 45,8 g de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua. Caliente para disolver, deje enfriar y complete el volumen.

Solución de formaldehído al 37 %.

Solución de hidróxido de sodio al 20%. Disuelva 20 g de NaOH en 100 mL de H_2O .

Solución de tetrafenilborato de sodio (TFBS) aproximadamente al 1,2 %. Disuelva 12 g de $\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ en un volumen aproximado de 800 mL de H_2O . Añada 20 a 25 g de $\text{Al}(\text{OH})_3$, agite 5 minutos y filtre (papel de filtro whatman 42 o equivalente) en un balón

aforado de 1L. Si se observa turbidez en los primeros 100 mL, el líquido debe ser refiltrado. Lave varias veces el beaker con agua y añada las aguas de lavado al filtro. Recoja el filtrado completo. Añada 2 mL de NaOH al 20 %, complete el volumen con agua y mezcle. Déjelo reposar durante 48 horas y estandarice.

Solución de cloruro de benzalconio (CBA, también conocido como cloruro de zephiran) aproximadamente al 0,625 %. Diluya 38 mL de CBA al 17% (disponible en las farmacias locales) a 1 L con H₂O, mezcle y estandarice. La solución debe ser preparada en caliente. El CBA puede ser sustituido por el bromuro de cetiltrimetilamonio en la misma concentración.

Amarillo de Clayton, indicador. (Titan Yellow, Color Index N° 19540) al 0,04 %. Disuelva 40 mg en 100 mL de H₂O.

Fosfato monopotásico (KH₂PO₄), reactivo estándar. Secar a 105°C durante 2 horas. Enfriar y conservar en desecador.

Estandarización de las soluciones

Solución de CBA. Para obtener la relación entre esta solución y el TFBS, coloque 5,00 mL de TFBS (medir con pipeta volumétrica) en un erlenmeyer de 125 mL, añada 20-25 mL de H₂O, 1 mL de NaOH al 20%; 2,5 mL de HCHO; 1,5 mL de (NH₄)₂C₂O₄ al 4% y 8 gotas del indicador. Titule hasta que el color cambie a rosado con la solución de CBA, utilizando una bureta semimicro de 10 mL. Haga esta operación por triplicado y obtenga la media de los volúmenes gastados. Calcule el factor F₁ de la forma siguiente:

$$F_1 = 5/V$$

Siendo:

F₁ = Factor que corresponde al volumen (mL) de solución de TFBS equivalente a 1 mL de CBA. Su valor debe estar alrededor de 0,5.

V = media de los volúmenes (mL) de la solución de CBA gastados en la titulación.

Solución de tetrafenilborato de sodio. Para obtener los miligramos de K₂O que corresponden a 1 mL de TFBS, disuelva 2,1700* g de KH₂PO₄ en agua, en un balón aforado de 250 mL, añada 50 mL de (NH₄)₂C₂O₄ al 4%, lleve a volumen con agua y mezcle (no es necesario hervir). Transfiera una alícuota de 10 mL (30,04 mg de K₂O) a un balón aforado de 100 mL, añada, 2 mL de NaOH al 20%, 5 mL de HCHO y 27 mL del reactivo TFBS (medir con bureta), enrrese con agua destilada, mezcle, deje en reposo de 5 a 10 minutos y filtre a través de un filtro seco. Transfiera una alícuota de 50 mL del filtrado a un erlenmeyer de 125 mL, añada 6 a 8 gotas del indicador Amarillo de Clayton y titule el exceso del reactivo con la solución de CBA. A partir de la alícuota de 10 mL, esta operación debe hacerse por triplicado. Calcule el factor F₂ como sigue:

$$F_2 = \frac{30,04}{27 - (2V_1F_1)}$$

Siendo:

F₂ = factor que corresponde a los miligramos de K₂O por cada mL de TFBS.

V_1 = media de los volúmenes (mL) de la solución de CBA gastados en la titulación de la alícuota que contiene 30,04 mg de K_2O .

F_1 = Factor que corresponde al volumen (mL) de solución de TFBS equivalente a 1 mL de CBA.

* *Es necesario calcular previamente el peso de KH_2PO_4 a utilizar de acuerdo a su pureza. Esto debe hacerse de la siguiente forma: se divide 2,1700 (que sería el peso en g de KH_2PO_4 si fuera 100% puro) entre el porcentaje de pureza del reactivo que se va a emplear y se multiplica por 100. Pesar la cantidad calculada de KH_2PO_4 en balanza analítica, con apreciación de 0,1 mg.*

Procedimiento

Extracción

Coloque 2,5 g de muestra (1,25 g si el % de K_2O es mayor de 50%) en un balón aforado de 250 mL, añada 50 mL de $(NH_4)_2C_2O_4$ al 4% y 125 mL de Agua. Hierva por 30 minutos. (Si la hay materia orgánica presente, añada 2 g de C libre de K antes de hervir). Enfríe, diluya a volumen con agua, mezcle y pase a través de filtro seco, despreciando los primeros 20 mL de filtrado, o deje en reposo hasta que aclare.

Determinación

Transfiera una alícuota de la solución de la muestra que contenga entre 10 y 40 mg de K_2O a un balón aforado de 100 mL, añada 2 mL de NaOH al 20% y 5 mL de HCHO. Añada 1 mL de solución estándar de TFBS por cada 1,5 mg de K_2O esperado en la alícuota, más 8 mL de exceso para asegurar la precipitación completa. Diluya a volumen con agua, mezcle bien, deje reposar por 5-10 minutos y filtre a través de papel Whatman N° 12 o equivalente. Transfiera 50 mL del filtrado a un erlenmeyer de 125 mL, añada 8 gotas del indicador y títule el exceso de reactivo con la solución estándar de CBA.

Cálculos

El contenido de potasio, expresado como porcentaje de óxido de potasio, se calcula por medio de la siguiente ecuación:

$$\% K_2O \text{ en la muestra} = \frac{[V_3 - (2V_4 F_1)] F_2 \cdot V_T \cdot 100}{V_2 \cdot M}$$

Siendo:

V_2 = Volumen (mL) de la alícuota del extracto de la muestra

V_3 = Volumen (mL) de la solución de TFBS

V_4 = Volumen (mL) de la solución de CBA gastados en la titulación

V_T = Volumen (mL) total del extracto

F_1 = Factor que corresponde al volumen (mL) de solución de TFBS equivalente a 1 mL de CBA

F_2 = factor que corresponde a los miligramos de K_2O por cada mL de TFBS
M = Peso de la muestra en miligramos

Bibliografía

- Official methods of analysis of AOAC International (AOAC).** 1997. AOAC official method 958.02. Potassium in fertilizers. Volumetric sodium tetrafenylboron. Method 1. Preparation of solution: chapter 2. 16th Ed., 3rd revision, 1997. AOAC International, Gaithersburg, M.D. USA. p.24
- Ruiz, Magaly, Francisca Sosa, Carmen E. Carrillo de Cori, Carmen Aída A. de Valls, José G. Escalona, Linda M. Aular, Luís Castillo, Ayuramy Martínez, Oscar Gamboa, Rómulo Noguera, Shirley Fernández, Mariela Navas, Beatriz Arrieche, Carmen Silva, Tirso Díaz, Isabel Arrieche, Rosana Figueroa.** 2010. Comparación de procedimientos para analizar fertilizantes potásicos. VENESUELOS, 18(1): 35-43.