



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

ANÁLISIS DE FÓSFORO TOTAL EN FERTILIZANTES INORGÁNICOS MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO

Alcance y aplicación

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

Concepto

El fósforo total, comprende todos los compuestos de fósforo tanto inorgánicos como orgánicos presentes en un fertilizante.

Fundamento

El método se basa en la transformación de todos los compuestos de fósforo en ortofosfatos, cuando se somete la muestra de fertilizante a una digestión con ácidos fuertes. Luego, una porción del extracto se trata con 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.

Materiales y equipos

Pipetas volumétricas de 1, 5 y 10 mL
Beaker o erlenmeyer de 250 mL
Papel de filtro Whatman 40 o equivalente
Embudos
Balones volumétricos de 100 y 250 mL
Plancha de calentamiento con regulación de temperatura
Balanza analítica (apreciación 0,1 mg)
Espectrofotómetro UV/visible

Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado: HCl (g.e. 1,18 g/mL)

Ácido nítrico concentrado: HNO₃ (g.e. 1,42 g/mL)

Ácido clorhídrico 1:1: Mezclar volúmenes iguales de HCl concentrado (g.e. 1,18 g/mL, aprox. 37%) y agua destilada, añadiendo cuidadosamente el ácido al agua. Preparar un litro de solución.

Solución ácida de molibdato de amonio: Disolver 20 g de molibdato de amonio $((\text{NH}_4)_6 \text{M}_7\text{O}_{24} (\text{H}_2\text{O})_6)$ con 200 mL de agua en un balón de 2000 mL. Añadir cuidadosamente 34 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y diluir con agua destilada hasta el cuello del balón, agitar, dejar enfriar y enrasar.

Solución ácida de metavanadato de amonio: Disolver 0,8 g metavanadato de amonio (NH_4VO_3) con 500 mL de agua en un balón de 2000 mL. Añadir cuidadosamente 57,6 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado y diluir con agua destilada hasta el cuello del balón, agitar, dejar enfriar y enrasar.

Solución patrón de fosfato (200 mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{L}$): Esta solución se prepara con fosfato diácido de potasio (KH_2PO_4), 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 KH_2PO_4 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 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 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 P_2O_5 .

Solución de trabajo de fosfato (100 mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{L}$): Medir cuantitativamente 50 mL de la solución patrón de fosfato (200 mg $\text{P}_2\text{O}_5/\text{L}$) y transferirlos a un balón volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Un mL de esta solución equivale a 100 μg de P_2O_5 .

Procedimiento

Extracción

Pesar $1 \pm 0,0001$ g de muestra y transferirlo a un beaker o erlenmeyer de 250 mL, añadir 20 mL de HCl 1:1 y 30 mL de HNO_3 concentrado; digerir sobre plancha eléctrica bajo campana extractora de gases, hasta que desaparezcan los humos marrones. Dejar enfriar y transferir cuantitativamente el contenido del erlenmeyer a un balón aforado de 250 mL, lavando el recipiente varias veces con agua destilada. Enrasar, mezclar y filtrar a través de filtro semicuantitativo seco (whatman N° 40 o equivalente). Hacer simultáneamente un blanco.

Determinación

Calibración

1. Medir cuantitativamente volúmenes de 0, 5, 7,5, 10 y 15 mL de solución de trabajo de fosfato (100 mg /L) y transferirlos a balones volumétricos de 100 mL para preparar una serie de patrones de 0, 5, 7,5, 10 y 15 mg/L de P_2O_5 .
2. Añadir a cada balón 10 mL de solución ácida de molibdato de amonio y 10 mL de solución ácida de metavanadato de amonio.
3. Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar fuertemente. Dejar en reposo durante 10 minutos. Se desarrolla un color amarillo.
4. Medir la absorbancia de cada patrón en un espectrofotómetro a 400 nm, utilizando como referencia el patrón de 0 mg P_2O_5 y anotar los resultados obtenidos. Elaborar la curva de calibración "Absorbancia vs Concentración de P_2O_5 ".

Análisis de la muestra

1. Medir cuantitativamente del extracto a analizar, una alícuota de 5 mL o una apropiada para contener entre 0,5 y 1,5 mg de P₂O₅. Transferirlos a un balón volumétrico de 100 mL (reservar un balón para preparar un blanco).
2. Añadir a cada balón 10 mL de solución ácida de molibdato de amonio y 10 mL de solución ácida de metavanadato de amonio.
3. Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar fuertemente. Dejar en reposo durante 10 minutos. Se desarrolla un color amarillo.
4. Medir la absorbancia de la muestra en un espectrofotómetro a 400 nm, utilizando como referencia el patrón de 0 mg P₂O₅ y anotar los resultados obtenidos.

Cálculos

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

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, obtenidos mediante la curva de calibración Absorbancia vs Concentración

V_t = Volumen total de extracto (mL)

V_a = Volumen de la alícuota (mL)

G = Peso de la muestra (g)

F = Factor de dilución

Nota:

Si no se posee un equipo digital, es preferible calibrar el aparato con el blanco en 100% de transmitancia y calcular la absorbancia, mediante la fórmula:

$$A = 2 - \log T$$

Siendo A la absorbancia y T el % de Transmitancia.

BIBLIOGRAFÍA

Carrillo de Cori, C. E., C. A. Arvelo de Valls, M. Ruiz, A. Sánchez, J. G. Escalona, L. Castillo, E. Arteaga, M. Túa, R. Gutiérrez, O. Gamboa, I. E. Arrieche, T. Díaz y F. Sosa. 1999. Selección de un método para analizar fósforo total en fertilizantes inorgánicos. Método

colorimétrico. VENESUELOS, 7 (1 y 2) 33-37.

Officials Methods of Analysis of AOAC International (AOAC). 1997. Fertilizers 16th Ed. 3rd revision. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA., Vol 1, pp:1-43