



Método paso a paso para la determinación de Fósforo total en abonos orgánicos



Magaly Ruiz Dager

I Congreso Venezolano de Compostaje

V Taller sobre normalización para la evaluación de abonos orgánicos y mejoradores de suelo

San Cristobal, 23 al 25 de octubre de 2014

Alcance del método

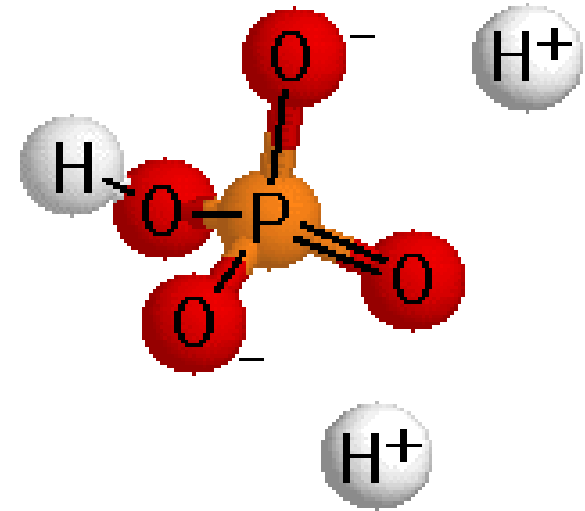
Este método se aplica a materiales o sus mezclas que contengan altos contenidos de materia orgánica



Principio del método



Muestra de abono
orgánico
+ H_2SO_4 + KNO_3



Iones
ortofosfato

Principio del método (continuación)



Extracto



solución ácida de
molibdato de amonio
y metavanadato de
amonio



Complejo amarillo de ácido
molibdovanadofosfórico

Principio del método (continuación)

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.



El método comprende 2 etapas:

EXTRACCIÓN

- Digestión de la muestra con un ácido
- Liberación de los ortofosfatos

DETERMINACIÓN

- Formación de compuesto coloreado con los ortofosfatos
- Determinación espectrofotométrica del fósforo

Métodos de análisis de fósforo en fertilizantes que contienen materia orgánica

Método AOAC
(1997) 957.02 B (e)

- Utiliza HClO_4 en la etapa de extracción del fósforo

Método espectrofotométrico
sugerido por GIUMA

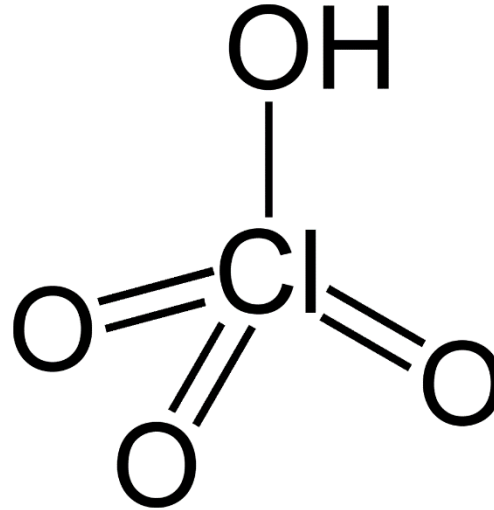
- NO Emplea HClO_4 en la etapa de determinación

Método AOAC
(1997) 957.02 B (d)

- Utiliza H_2SO_4 en la etapa de extracción del fósforo
 - No Usa HClO_4
- Emplea HClO_4 en la etapa de determinación

Se intenta encontrar una opción que no incluya el uso del ácido perclórico

- Por los riesgos que implica evaporar casi hasta sequedad
- Porque requiere el uso de campana extractora de gases especial, que no la poseen todos los laboratorios



Preparación de la muestra



El material debe secarse al
aire (36 °C – 40 °C)



Tamizar para obtener las fracciones entre 16 y 4 mm, 4 y 2 mm y < 2 mm, luego eliminar el material inerte en las dos primeras y posteriormente combinar las tres fracciones y molerlas hasta polvo fino.

PROCEDIMIENTO: 1) EXTRACCION

Pesar en balanza analítica,
con apreciación de 0,1 mg,
1g de la muestra y transferirla
a un erlenmeyer de 250 mL.

Preparar un blanco
simultáneamente.



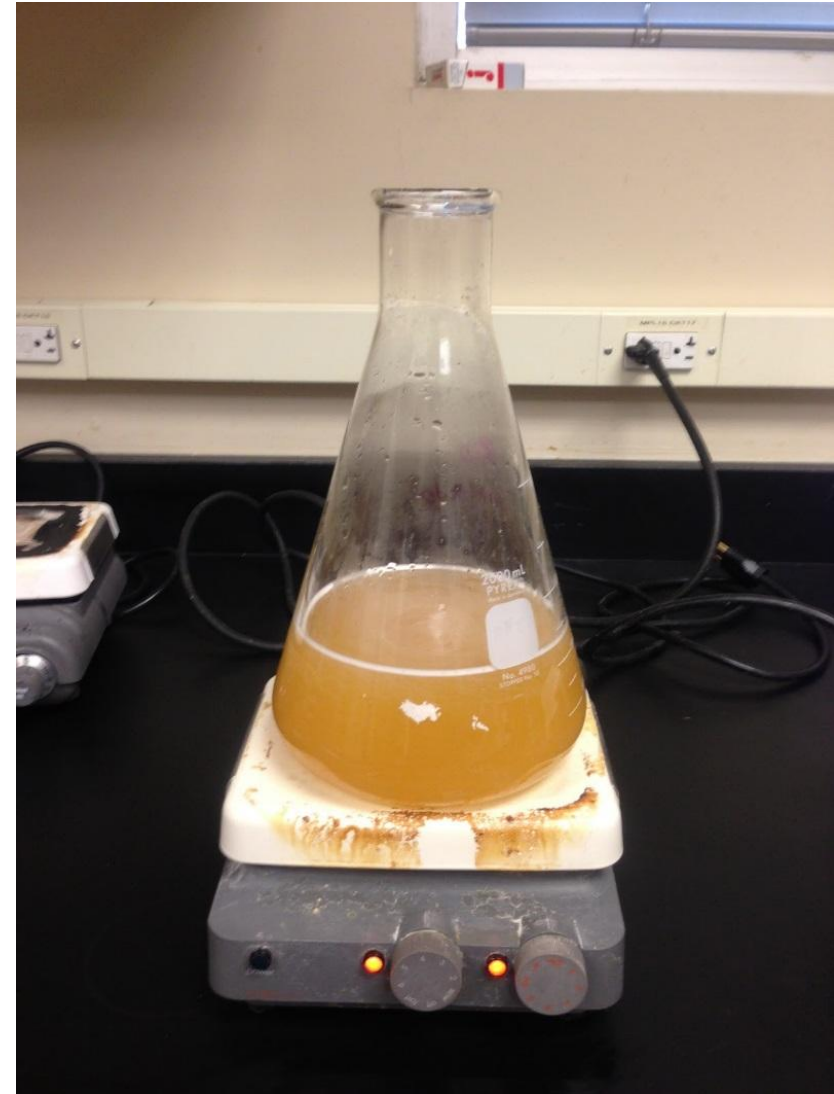
Añadir 20 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado bajo campana extractora de gases y calentar lentamente hasta que cese la formación de espuma.

(Tomar en cuenta todas las medidas de seguridad en el uso de ácidos concentrados).



Una vez que desaparezca la espuma:

- mantener en la plancha 5 minutos
- retirar de la plancha
- Esperar que enfríe.



Luego:

- **Agregar 4 g de nitrato de potasio (KNO_3)**
- Calentar a ebullición hasta obtener la decoloración total de la solución
- En caso que no se decolore en una hora, retirar de la plancha, esperar que enfríe y adicionar 2 g de nitrato de potasio
- Calentar hasta ebullición y mantener hasta decoloración total de la solución.



Cuando se decolore completamente la solución:



- retirar de la plancha y dejar enfriar.
- Agregar 150 mL de agua destilada

Transferir cuantitativamente el extracto a un balón volumétrico de 250 mL

Seguidamente:

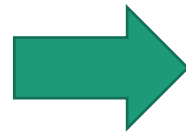
- Enrasar con agua destilada
- mezclar
- filtrar una porción a través de papel de filtro Whatman N° 2 o equivalente.



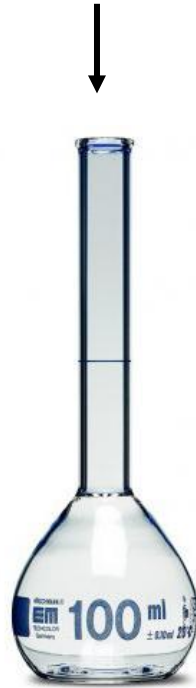
2) DETERMINACION



solución de trabajo
de fosfato

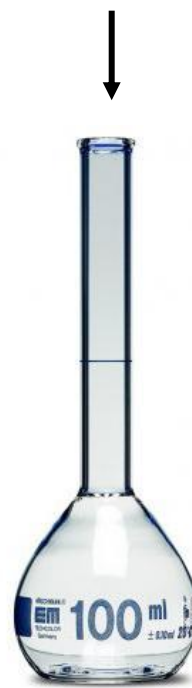


1 mL sol.
fosfato



1 mg/L P₂O₅

2 mL sol.
fosfato



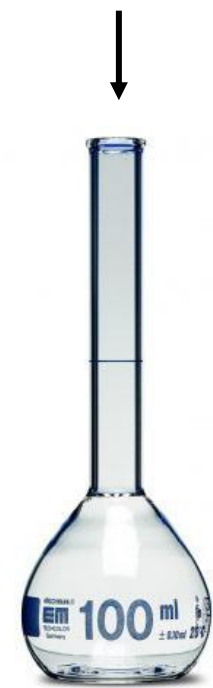
2 mg/L P₂O₅

5 mL sol.
fosfato



5 mg/L P₂O₅

10 mL sol.
fosfato



10 mg/L P₂O₅

- Transferir volúmenes de 0, 1, 2, 5 y 10 mL de la solución de trabajo de fosfato (100 mg/L de P₂O₅) a balones volumétricos de 100 mL, para preparar patrones de 0, 1, 2, 5 y 10 mg/L de P₂O₅.

A cada uno de los balones que contienen una alícuota de la solución de Fosfato:



Alícuota de solución de fosfato

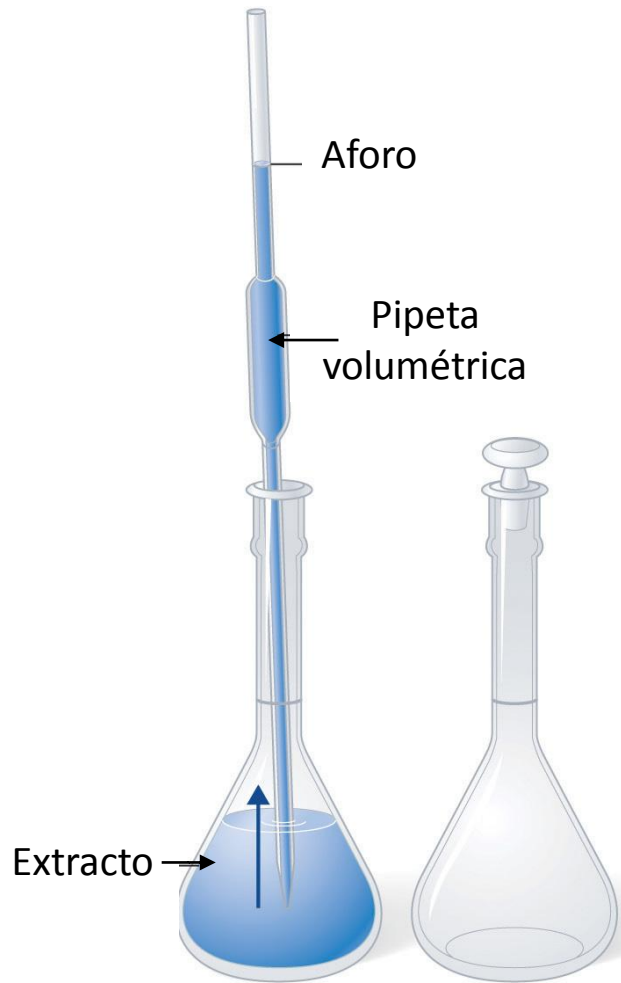
+



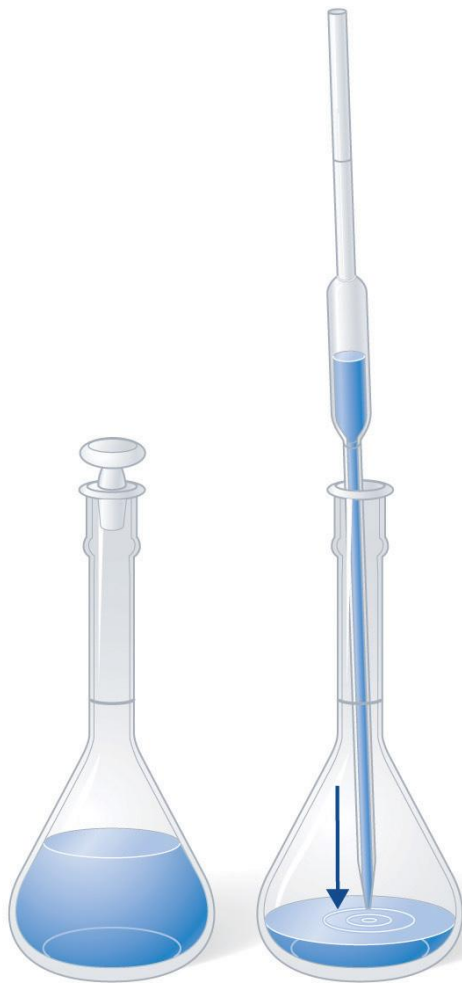
Añadir 10 mL de solución de molibdato de amonio + 10 mL de solución de metavanadato de amonio



Aforar con agua destilada, mezclar. Dejar en reposo por 10 minutos, para el desarrollo del color amarillo.



Medir una alícuota de 15 mL del extracto (filtrado)



Transferirla a un balón aforado de 100 mL



Añadir 10 mL de sol. molibdato de amonio y 10 mL sol. metavanadato de amonio. Aforar con agua destilada, mezclar. Dejar en reposo por 10 minutos.

Procedimiento para cada una de las muestras

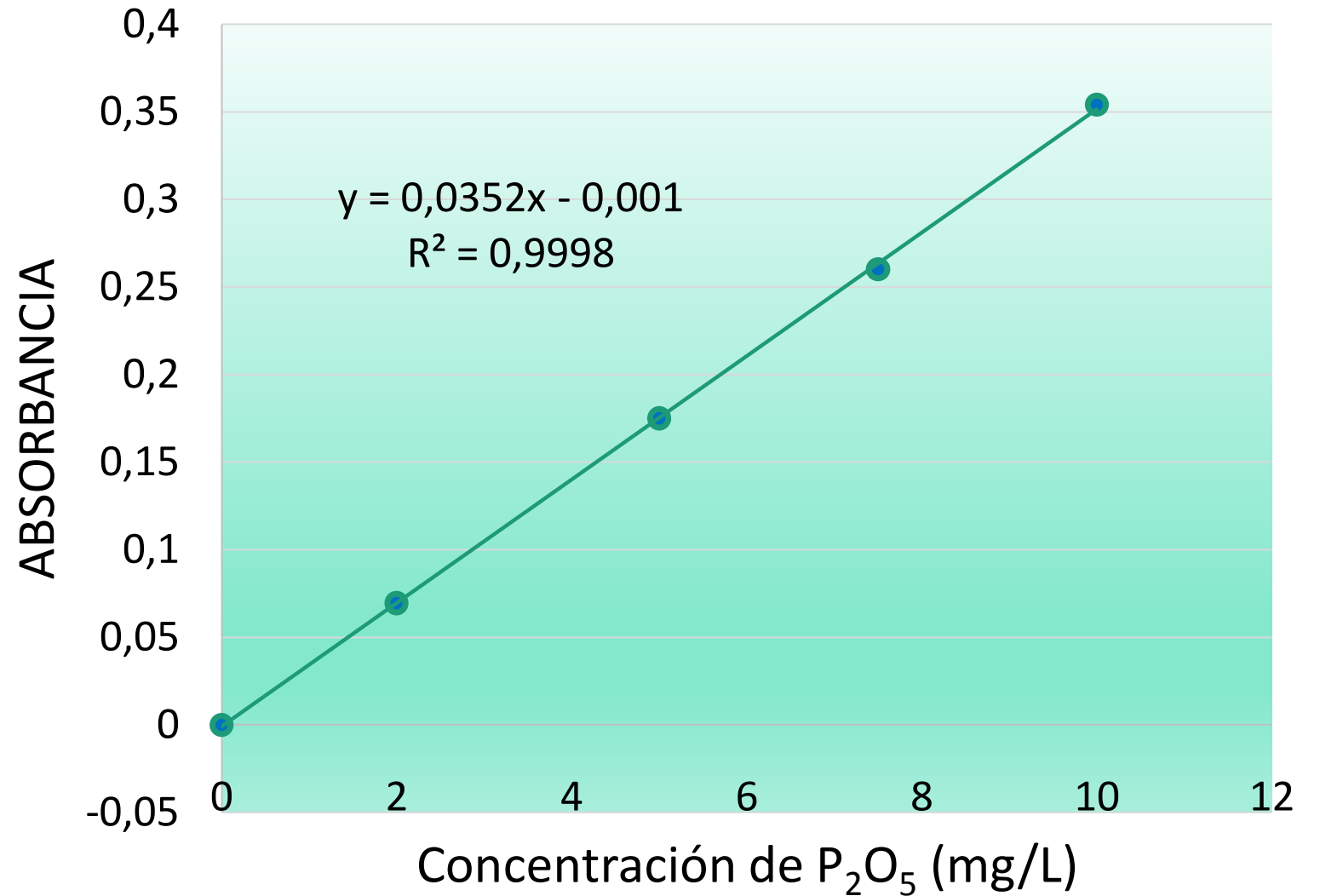
Cuantificación



Medir la absorbancia de cada patrón y de las muestras en un espectrofotómetro UV visible a 400 nm, utilizando como referencia de calibración el patrón 0 mg/L de P_2O_5

Curva de calibración

Elaborar la curva de calibración absorbancia vs concentración de P_2O_5 , a partir de las lecturas de los patrones



Calcular las concentraciones de P_2O_5 (mg/L) en la alícuota de la muestra analizada, mediante la ecuación de la recta obtenida

$$y = (\text{pendiente})x + \text{intercepto}$$

Donde:

y = Absorbancia de la muestra

x = concentración de P_2O_5 (mg/L) en la alícuota de la muestra

$$x = \frac{(y - \text{intercepto})}{\text{pendiente}}$$

Calcular el % P₂O₅ con la siguiente ecuación:

$$\% P_2O_5 = \frac{(CM - CB) * VT * F}{100 * VA * PM}$$

Donde:

CM = mg/L de P₂O₅ en la alícuota de la muestra analizada, obtenidos mediante la curva de calibración absorbancia vs concentración.

CB = Lectura del blanco mg/L de P₂O₅ en la alícuota del blanco analizado, obtenidos mediante la curva de calibración absorbancia vs concentración.

VT = Volumen Total del Extracto (mL)

VA = Volumen de la alícuota (mL)

PM = Peso de la muestra en gramos (g).

F = Factor de dilución

REFERENCIAS

1. **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. Arrieché, 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.
2. **ICONTEC: Instituto Colombiano de Normas Técnicas, 1996 -11-27 (NTC 234)**
Abonos o Fertilizantes:Método de ensayo para la determinación cuantitativa del fósforo.
3. **Officials Methods of Analysis of AOAC International (AOAC). 1997.** Methods 957.02 and 967.04. Fertilizers 16th Ed. 3rd revision. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA., Vol 1, pp:1-43.



Gracias por su atención