



## **GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS**

### **DETERMINACIÓN DE AZUFRE EN FERTILIZANTES POR EL MÉTODO TURBIDIMÉTRICO**

#### **Alcance y aplicación**

Este método es aplicable a fertilizantes inorgánicos que contengan el azufre en forma de sulfato.

#### **Principio del método**

El método se basa en la precipitación del azufre que se encuentra en forma de sulfato en el fertilizante, mediante la adición de cloruro de bario, lo cual conduce a la formación de sulfato de bario. Este precipitado produce una turbidez que puede medirse en un espectrofotómetro UV/visible a través de la lectura de la absorbancia o la transmitancia.

#### **Materiales y equipos**

Balanza analítica  
Espectrofotómetro UV/visible  
Plancha eléctrica  
Balones aforados de 1000, 500, 250, 100 y 25 mL  
Embudos  
Papel de filtro Whatman número 42 o equivalente  
Beaker de 250 mL  
Pipetas volumétricas de 1, 2, 3, 5, 7, 10, 12 y 50 mL  
Cilindro graduado de 100 mL

#### **Reactivos**

**Agua desmineralizada** o destilada

**BaCl<sub>2</sub>** pulverizado.

**K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** grado analítico.

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

**Solución de Goma arábiga al 0,25% en agua:** Disolver 0,25 gramos de goma arábiga en 30 mL de agua destilada o desmineralizada tibia, transferir a un balón aforado de 100 mL. Permitir que la solución alcance la temperatura ambiente, diluir hasta la marca con agua destilada o desmineralizada y agitar cuidadosamente.

**Solución acuosa de Clorhidrato de hidroxilamina al 5%:** Disolver 5 g de Clorhidrato de hidroxilamina en 40 mL de agua desmineralizada o destilada, transferir a un balón volumétrico de 100 mL, diluir hasta la marca con agua destilada o desmineralizada y agitar cuidadosamente. Preparar esta solución al momento de ser utilizada.

**Solución patrón de azufre:** Para preparar esta solución hay que calcular previamente el peso de  $K_2SO_4$  grado analítico a utilizar, de acuerdo a la pureza del reactivo. Esto debe hacerse de la siguiente forma: se divide 2,7219 (que sería el peso en g de  $K_2SO_4$  si fuera 100% puro) entre el porcentaje de pureza del reactivo que se va a emplear y se multiplica por 100. Antes de pesar el  $K_2SO_4$  grado analítico, debe secarse en estufa a  $105^\circ C$  por 2 horas, dejar enfriar en un desecador y luego pesar la cantidad calculada en balanza analítica, con apreciación de 0,1 mg. Transferir cuantitativamente el  $K_2SO_4$  a un balón aforado de un litro con agua desmineralizada y enrasar. Esta solución tiene una concentración de 500 ppm de S. Cada mL de esta solución contiene 0,5 mg de S.

**Solución de trabajo de azufre:** Transferir 50 mL de la *solución patrón* de azufre a un balón de 500 mL. Esta solución tiene una concentración de 50 ppm de S. Cada mL de esta solución contiene 0,05 mg de S.

### Procedimiento

1. Pesar  $1 \pm 0,0001$  g de muestra, si el producto a analizar contiene más de 10% de S. En caso de que el producto a evaluar contenga menos de 10% de azufre, pesar  $2 \pm 0,0001$  g de muestra. Antes de pesar la muestra, la misma debe haber sido triturada. Transferir la cantidad de muestra pesada a un beaker de 250 mL, añadir 15 mL de HCl y hervir por 5 a 10 minutos en plancha eléctrica bajo campana extractora de gases. Hacer un blanco simultáneamente.
2. Remover el beaker de la plancha eléctrica, añadir 100 mL de agua caliente ( $40-50^\circ C$ ), mezclar, transferir a un balón aforado de 250 mL, permitir enfriar a temperatura ambiente y enrasar. Mezclar bien y filtrar a través de papel Whatman 42, descartando los primeros mililitros del filtrado. Esta es la SOLUCION A.
3. Transferir una alícuota de 5 mL de la solución A a un balón aforado de 100 mL. Diluir a volumen con agua destilada. Esta es la SOLUCIÓN B.
4. Transferir una alícuota de 5 mL de la solución B a un balón aforado de 25 mL. Agregar agua desmineralizada hasta cerca de 15 mL.
5. Introducir sucesivamente en cada balón: 1 mL de la solución de clorhidrato de hidroxilamina y 500 mg de  $BaCl_2$  previamente pulverizado. Agitar durante 1 minuto.
6. Agregar 2 mL de solución de goma arábiga. Completar a 25 mL con agua desmineralizada y agitar durante 10 segundos para homogenizar.
7. Dejar en reposo 30 minutos. Luego, agitar bien la solución y enseguida medir la turbidez obtenida, en la muestra y en el blanco, en el espectrofotómetro UV/visible a 420 nm.

### Preparación de la curva patrón:

1. Preparar soluciones patrón que contengan entre 4 y 24 ppm de azufre, transfiriendo los siguientes mililitros de *solución de trabajo* de azufre a un balón de 25 mL:

Mililitros de <i>solución de trabajo</i> de azufre	0	2	3	5	7	10	12
Concentración de S en ppm (mg/L)	0	4	6	10	14	20	24

2. Agregar a cada balón agua desmineralizada o destilada hasta cerca de 18 mL. Continuar exactamente como en el caso de las muestras problema (a partir del punto 5). Utilizar el patrón de cero mg/L para calibrar el equipo.
3. Elaborar una curva de calibración, colocando en un plano de coordenadas XY, las concentraciones de azufre en el eje de las abscisas (eje X) y las lecturas obtenidas de la absorbancia en el eje de las ordenadas (eje Y).
4. Determinar la ecuación de regresión de mejor ajuste, de modo que el coeficiente de regresión ( $r$ ) sea mayor de 0,985. En caso de no lograr que  $r > 0,985$ , repetir la lectura de los patrones, o preparar nuevamente los patrones cuya lectura de la absorbancia sea dudosa y volver a leer la absorbancia de todos los patrones, o eliminar la lectura dudosa si no es posible la repetición, y determinar nuevamente el coeficiente de regresión.
5. Encontrar la pendiente y la intersección en el origen de la recta de regresión.
6. Calcular las concentraciones de S en las muestras y en el blanco por resolución de la ecuación de regresión. Si la ecuación es:

$$y = a + bx$$

Donde:

$y$  = lectura de la absorbancia

$a$  = intersección en el origen (o intercepto)

$b$  = pendiente de la recta

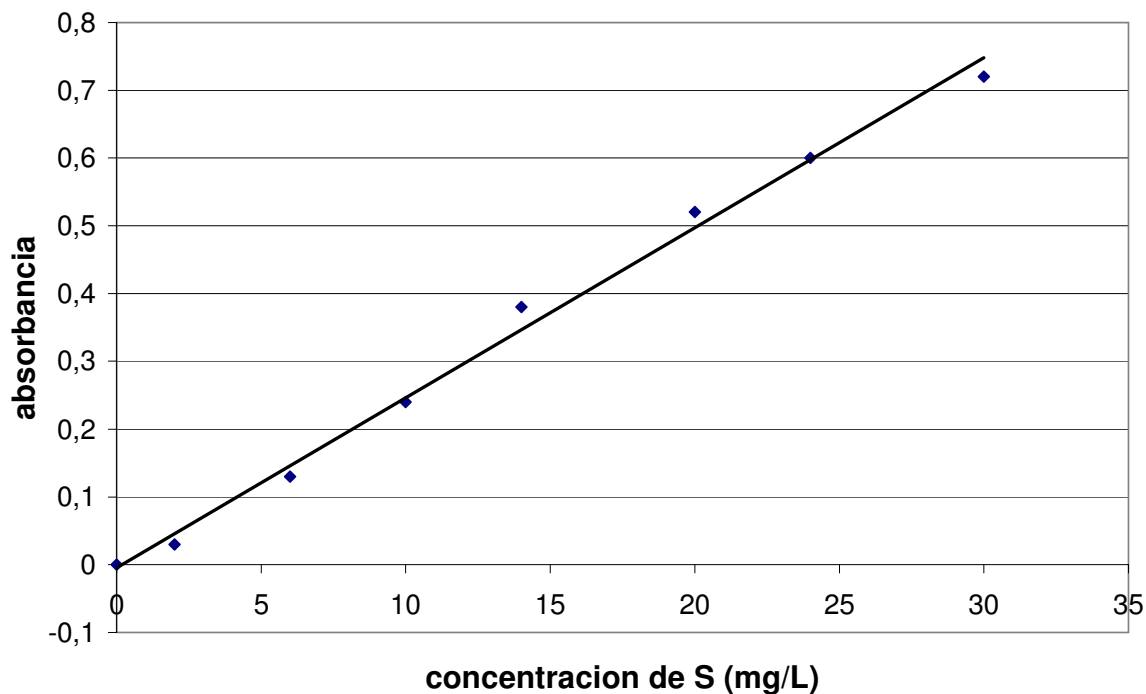
$x$  = concentración de S en la muestra

Entonces, la concentración de S se calcula restando a la lectura de la absorbancia de la muestra, la ordenada en el origen (intersección) y dividiendo entre la pendiente:

$$x = \frac{(y - a)}{b}$$

Ejemplo de curva de calibración:

curva de calibración azufre



$$r = 0,99707396$$

$$a = -0,0046935$$

$$b = 0,02507121$$

### Cálculos

$$\% S - SO_4 = \frac{(C_m - C_D) \times 2,5}{G}$$

donde:

% S – SO<sub>4</sub> = Porcentaje de azufre en forma de sulfato en el fertilizante

C<sub>m</sub> = Concentración de azufre en forma de sulfato en la muestra, expresado en mg/L, obtenido a través de la curva de calibración, por resolución de la ecuación de regresión.

$C_b$  = Concentración de azufre en forma de sulfato en el blanco, expresado en mg/L, obtenido a través de la curva de calibración, por resolución de la ecuación de regresión.

2,5 = Factor que se obtiene al considerar los volúmenes involucrados en el análisis y las diluciones realizadas, la conversión de miligramos a gramos y el factor 100 de porcentaje.

G = Peso de la muestra de fertilizante utilizada, en gramos.

### **Observaciones al procedimiento**

Para eliminar los posibles restos de sulfatos en el material de vidrio, se recomienda lavarlo con una solución acuosa de HCl (1 + 3) caliente y enjuagarlo con agua. Nunca debe usarse detergentes comerciales para lavar estos materiales, si van a usarse en determinación de sulfatos.

### **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.

**Motta de Muñoz B.** 1990. Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos, Instituto Geográfico Agustín Codazzi, V Edición, Bogotá. Colombia. Pp. 131-132.

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

**Skoog, D.; D. West; F. James Holler; S. Crouch.** 2001. Química Analítica. 7ma edición. McGraw-Hill. México. 795 p.