



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN TODO TIPO DE FERTILIZANTES

Método AOAC 957.02 (e), 1997

Alcance del método

Se describe el método para determinar fósforo total en todo tipo de fertilizantes.

Principio del método

El método se basa en la extracción del fósforo total presente en el fertilizante mediante la digestión de la muestra con ácido nítrico concentrado y ácido perclórico. El fósforo se determina posteriormente por espectrofotometría UV visible, basado en la formación del complejo amarillo de vanadato molibdato. Los ortofosfatos reaccionan con el molibdato formando complejos coloreados que absorben a una longitud de onda de 400 nm. La absorbancia de esta solución es proporcional a la concentración de fósforo presente en la muestra.

Materiales

Balones volumétricos de 100, 250, 1000, 2000 mL.

Pipetas volumétricas de 2, 5, 10, 15, 50 mL.

Erlenmeyer de 250 mL.

Papel de filtro Whatman N° 2 o equivalente.

Cilindros graduados de 20 y 200 mL.

Beakers de 200 y 400 mL.

Pipetas volumétricas de 2, 4, 6 y 10 mL.

Embudos.

Equipos

Balanza analítica con apreciación de $\pm 0,1$ mg

Plancha eléctrica de calentamiento

Espectrofotómetro UV visible

Campana de extracción de gases que pueda utilizarse para extracciones con ácido perclórico

Reactivos

Ácido nítrico (HNO_3)

Molibdato de amonio $((\text{NH}_4)_6 \text{M}_{07}\text{O}_{24}(\text{H}_2\text{O})_4)_6$

Metavanadato de amonio (NH_4VO_3)
 Acido perclórico 70-72 % (HClO_4)
 Fosfato diácido de potasio (KH_2PO_4) estándar primario.
 Ácido sulfúrico (H_2SO_4).

Solución ácida de molibdato de amonio

Disolver 20 g de molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{H}_2\text{O})_4$) 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 madre de 200 mg de P_2O_5 /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 100 mg de P_2O_5 /L

Medir cuantitativamente 50 mL de la solución madre de fosfato (200 mg de P_2O_5 /L) y transferirlo a un balón volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca de enrase con agua destilada y mezclar.

Procedimiento

Preparación de la muestra

Esta indicación debe seguirse especialmente en caso de fertilizantes orgánicos

1. Realizar el cuarteo del material original y pesar por triplicado para determinar la humedad según el método AOAC, 1977 (método 967.03, pág. 36 y 37)
2. Secar la muestra al aire mínimo 2 días o hasta que el material se encuentre seco
3. Una vez que el material esté seco realizar un cuarteo del mismo hasta obtener una cantidad de muestra suficiente para los análisis que se van a efectuar y reservar una cantidad de muestra representativa de la cantidad total del material.
4. Moler finamente toda la muestra reservada, envasar y tapar.
5. Determinar la humedad restante de la muestra (según método de AOAC.1997. Fertilizers, Capítulo 2, Pág. 36 y 37) para reportar los resultados en base seca.

Extracción

1. Pesar en balanza analítica 1 g de la muestra preparada, con apreciación de 0,1 mg y transferir a un erlenmeyer de 250 mL.
2. Preparar un blanco simultáneamente
3. Añadir 25 mL de ácido nítrico (HNO_3) 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).
4. Una vez que desaparezca la espuma mantener en la plancha 5 minutos, retirar de la plancha y esperar que enfríe.
5. Agregar 15 mL de ácido perclórico (HClO_4), colocar el erlenmeyer en la plancha y calentar a ebullición hasta obtener la decoloración total de la solución o hasta que aparezcan humos blancos densos. En el caso que no se decolore en un tiempo de una hora, retirar de la plancha, esperar a que enfríe y adicionar 5 mL de ácido perclórico (HClO_4), colocar en la plancha, calentar hasta ebullición y mantener hasta decoloración total de la solución. **Precaución: no hervir a sequedad, peligro de explosión.**
6. Cuando se decolore completamente la solución, retirar de la plancha y dejar enfriar. Agregar 150 mL de agua destilada y transferir cuantitativamente a un balón volumétrico de 250 mL, enrasar, mezclar y filtrar una porción por papel de filtro Whatman N° 2 o equivalente.

Preparación de la curva de 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.
1. Medir la absorbancia de cada patrón en un espectrofotómetro UV 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 que contenga entre 0,5 y 1,5 mg de P_2O_5 . Para el caso de los fertilizantes orgánicos generalmente se requieren alícuotas de 10 mL.
2. Transferirlos a un balón volumétrico de 100 mL (reservar un balón para preparar un blanco).
3. Añadir a cada balón 10 mL de solución ácida de molibdato de amonio y 10 mL de solución ácida de metavanadato de amonio.
4. Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar. Dejar en reposo durante 10 minutos. Se desarrolla un color amarillo.

5. Medir la absorbancia de la muestra en un espectrofotómetro UV visible a 400 nm, utilizando como referencia el patrón de 0 mg P₂O₅ y anotar los resultados obtenidos.

Cálculos

$$\% \text{ P}_2\text{O}_5 = \frac{(\text{CM} - \text{CB}) \cdot \text{VT}}{100 \cdot \text{VA} \cdot \text{PM}}$$

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

VA = Volumen de la alícuota (mL)

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

Reportar el resultado en base seca, utilizando el factor de base seca de la primera y la segunda determinación de humedad.

$$\text{Ecuación para el factor de base seca} = \frac{100}{(100 - \%H)}$$

Donde % H= % de humedad

Bibliografía

Officials Methods of Analysis of AOAC International (AOAC). 1997. Fertilizers 16th Ed. 3rd revision. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA., Vol 1, chapter 2, method 957.02 (e). p.5.

***Nota:** Aunque este método no ha sido estudiado por el GIUMA, se sugiere para determinar el fósforo total en fertilizantes orgánicos. Para la presente fecha se está realizando una comparación experimental, donde se incluye esta modalidad analítica entre otras que se utilizan para determinar fósforo total en fertilizantes orgánicos.*