



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

DETERMINACIÓN DE POTASIO EN FERTILIZANTES POR FOTOMETRÍA DE LLAMA PREVIA EXTRACCIÓN CON ÁCIDOS

Alcance y aplicación

Se describe el método para determinar potasio en extracto ácido, determinado por fotometría de llama.

Principio del ensayo

Este método comprende 2 etapas: una de *extracción* y otra de *determinación*. En la primera de ellas, la muestra es sometida a una digestión con ácidos fuertes (HCl y HNO₃). En la segunda etapa, se determina el potasio contenido en el extracto mediante fotometría de llama.

Materiales y equipos

Pipetas volumétricas de 1, 2, 3, 4, 5 y 10 mL
Beaker o erlenmeyer de 250 mL
Papel de filtro Whatman 40 o equivalente
Embudos
Balones volumétricos de 100, 250 y 1000 mL
Plancha de calentamiento con regulación de temperatura
Balanza analítica (apreciación 0,1 mg)
Fotómetro de Llama

Reactivos

Acido clorhídrico concentrado: HCl (g.e. 1,18 g/mL, aprox. 37%)

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

Acido clorhídrico 1:1. Mezclar volúmenes iguales de HCl concentrado y agua destilada, añadiendo cuidadosamente el ácido al agua. Preparar un litro de solución.

Solución patrón de potasio (1000 mg/L de K). Esta solución se prepara con cloruro de potasio grado analítico. Antes de pesar el reactivo, debe secarse (aproximadamente 2 g) en estufa a 105° C por 2 horas y dejar enfriar luego en un desecador. Es necesario calcular previamente el peso de cloruro de potasio grado analítico a utilizar, de acuerdo a su pureza. Esto debe hacerse de la siguiente forma: se divide 1,907 (que sería el peso en g de cloruro de potasio si fuera 100% puro) entre el porcentaje de pureza del reactivo que se va a emplear y se multiplica por 100. Pesarse la cantidad calculada de KCl en balanza analítica, con apreciación de 0,1 mg y transferirla cuantitativamente a un balón volumétrico de 1000

mL. Aforar a 1 litro con agua destilada y mezclar bien. Un mL de esta solución equivale a 1 mg de K.

Solución de trabajo de potasio (100 mg/L de K). Medir cuantitativamente 10 mL de la solución patrón de potasio (1000 mg/L de K) 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 0,1 mg de K.

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 HNO₃ concentrado; digerir sobre plancha eléctrica bajo campana extractora de gases, hasta que desaparezcan los humos marrones. Dejar enfriar y transferir cuantitativamente el contenido del beaker o 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, 1, 2, 3, 4, y 5 mL de la solución de trabajo de potasio (100 mg/L de K) y transferirlos a balones volumétricos de 100 mL para preparar una serie de patrones de 0, 1, 2, 3, 4, y 5 mg/L de potasio.
2. Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar.
3. Colocar el fotómetro de llama en las condiciones óptimas para el análisis, señaladas en el manual del instrumento.
4. Calibrar el fotómetro de llama a fin de obtener las lecturas correspondientes a las concentraciones de las soluciones patrón, utilizando el filtro de K a 767 nm.

Análisis de la muestra

1. Diluir los extractos de las muestras de fertilizantes (con agua destilada) de acuerdo a su % K₂O. Las especificaciones que se presentan en el siguiente cuadro pueden servir de guía:

% K ₂ O en el fertilizante	Primera dilución	Segunda dilución
% K ₂ O ≥ 30	2 mL de extracto en 100 mL	10 mL soluc. diluida en 100 mL
$30 \geq \% K_2O > 20$	2 mL de extracto en 100 mL	10 mL soluc. diluida en 50 mL
% K ₂ O < 20	1 mL de extracto en 100 mL	Ninguna

2. Registrar las lecturas correspondientes a las soluciones diluidas, en el fotómetro de llama previamente calibrado con las soluciones patrón de 0 a 5 mg/L de K a una longitud de onda de 767 nm.

Cálculos

Determinar el contenido de potasio en el fertilizante, expresado como porcentaje de óxido de potasio (% K₂O), utilizando la siguiente ecuación:

$$\%K_2O = \frac{(C - C_B) \times V_t \times F \times 1,2046}{10.000 \times G}$$

donde:

C = mg/L de K en la alícuota de muestra analizada.

C_B = mg/L de K en el blanco.

V_t = Volumen total del extracto (mL)

F = Factor de dilución

G = Peso de la muestra (g)

1,2046 = Factor de conversión de K a K₂O

Bibliografía

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.