



GRUPO INTERINSTITUCIONAL PARA UNIFORMAR MÉTODOS ANALÍTICOS

DETERMINACION DEL FÓSFORO SOLUBLE EN AGUA

Definición

El fósforo soluble en agua, comprende todos los compuestos de fósforo solubles en agua presentes en un fertilizante.

Principio del ensayo

El método se basa en una extracción del fósforo soluble en agua, cuando se somete la muestra de fertilizante a lavado con agua destilada, por un período no mayor de una hora. 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
Papel de filtro Whatman N° 2 o equivalente de 11 cm de diámetro
Embudos
Vidrios de reloj de 7 a 11 cm de diámetro
Cilindros graduados de 50 y 100 mL
Balones volumétricos de 100; 250 y 1000 mL
Balanza analítica (apreciación 0,1 mg)
Espectrofotómetro UV/visible

Nota: Todo el material de vidrio debe estar libre de fosfatos

Reactivos

Agua destilada

Solución ácida de molibdato de amonio: Disolver 25 g de molibdato de amonio ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6$) en 200 mL de agua destilada. Añadir cuidadosamente 42,5 mL de H_2SO_4 concentrado (g.e. 1,84 g/mL) y diluir a 2,5 litros con agua destilada.

Solución ácida de metavanadato de amonio: Disolver 1 g de vanadato de amonio (VO_3NH_4) en 500 mL de agua. Añadir cuidadosamente 72 mL de H_2SO_4 concentrado (g.e. 1,84 g/mL) y diluir a 2,5 litros con agua destilada.

Solución patrón de fosfato (200 mg 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 fosfato (100 mg P_2O_5 /L): Medir cuantitativamente 50 mL de la solución patrón de fosfato (200 mg P_2O_5 /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

1. Pesar $1 \pm 0,0001$ g de muestra en un vidrio de reloj y transferirlo cuantitativamente a un embudo provisto de un papel de filtro semicuantitativo de 11 cm (Whatman N° 2 o su equivalente) colocado en un balón aforado de 250 mL.
2. Lavar con pequeñas porciones de agua destilada, añadiéndolas en chorros finos en forma circular, directamente alrededor de la periferia entera del papel, asegurándose que en cada adición el agua se mezcle completamente con los sólidos. Esperar que cada porción pase a través del filtro antes de agregar más agua.
3. Lavar casi hasta la marca de enrase, procurando no emplear en esta operación más de una hora. Si el filtrado es turbio, añadir 1 a 2 mL de HNO_3 concentrado
4. Enrasar y agitar.

Hacer simultáneamente un blanco.

Determinación

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 completamente. Dejar en reposo durante 10 minutos para el desarrollo del color amarillo.

4. Medir la absorbancia de cada patrón en un espectrofotómetro a 400 nm, utilizando como referencia el patrón de 0 mg P₂O₅ y anotar los resultados obtenidos.
5. Elaborar la curva de calibración “Absorbancia vs. Concentración de P₂O₅”.

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 P₂O₅.
2. Transferir la alícuota 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 completamente. Dejar en reposo durante 10 minutos para el desarrollo del color amarillo.
5. Medir la absorbancia de cada muestra en un espectrofotómetro UV a 400 nm, utilizando como referencia el patrón de 0 mg P₂O₅ y anotar los resultados obtenidos.
6. Tratar el blanco de la misma forma que la muestra

Cálculos

Los resultados se expresan como porcentaje de P₂O₅ soluble en agua contenido en el fertilizante, calculado de la siguiente manera:

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

Donde:

% P₂O₅ = Contenido de fósforo soluble en agua en el fertilizante expresado como % de P₂O₅.

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 del extracto (mL)

V_a = Volumen de la alícuota (mL)

G = Peso de la muestra (g)

F = factor de dilución (en el caso de que se use una alícuota de una solución diluida)

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

$$A = 2 - \log T$$

Siendo A la absorbancia y T el % de Transmitancia.

Debe evitarse el uso de detergentes comunes en el lavado del material de vidrio para prevenir la contaminación con fosfato. En caso contrario lavar con una solución de ácido clorhídrico (1+3) y enjuagar con agua destilada o desionizada.

Bibliografía

- Carrillo de Cori, C. E., C. A. Arvelo de Valls, M. Ruiz, A. Sánchez, J. G. Escalona, R Gutiérrez, M Navas, L. Castillo, S. Fernández, R Noguera, C. Silva, E. Arteaga I. E. Arrieche, T. Díaz, B. Arrieche, O. Gamboa, O. Rojas y F. Sosa. 1999.** Análisis de fósforo soluble en agua en fertilizantes. VENESUELOS, 10 (1 y 2) 5-12.
- Officials Methods of Analysis of AOAC International (AOAC). 1997.** Fertilizers 16th Ed. 3rd revision. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA., Vol 1, Capitulo 2 Method 977.01, p.9.