

NORMA VENEZOLANA
FERTILIZANTES. DETERMINACIÓN DE FÓSFORO
TOTAL EN FERTILIZANTES INORGÁNICOS

COVENIN
1132:2018
(1ra Revisión)

1. OBJETO

Esta norma describe el método de ensayo para determinar el contenido de Fósforo total en fertilizantes inorgánicos.

2. ALCANCE

Esta norma aplica sólo para el análisis del contenido de Fósforo total en fertilizantes inorgánicos.

3. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base en ellas que utilicen las ediciones más recientes de las Normas citadas seguidamente:

AOAC International. 2000.	Appendix B: Laboratory Safety. Argentina G. Vindiola, Capitulo Editor. Office of the Texas State Chemist.
Officials Methods of Analysis of AOAC International. 1997.	Fertilizers 16 th Ed. 3 rd revision. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA, Vol 1, pp: 1-43.
COVENIN: 113:1998	Fertilizantes, enmiendas y acondicionadores de suelos. Definiciones. (1ra. Revisión).
COVENIN: 244:1998	Fertilizantes, Muestreo. (2da. Revisión).

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

A los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones de la Norma Venezolana COVENIN 113, así como el siguiente:

Fósforo total

Comprende todos los compuestos de Fósforo, tanto inorgánicos como orgánicos presentes en un fertilizante.

5. PRINCIPIO DEL ENSAYO

El método se basa en la transformación de todos los compuestos de Fósforo en Ortofosfatos (HPO_4^- y H_2PO_4^-), cuando se somete la muestra de fertilizante a una digestión con Ácidos fuertes, entendiéndose por digestión el proceso por el cual se completa la disolución del analito y la descomposición de la matriz sólida. 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.

6. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS DE ENSAYO

6.1 Materiales y equipos

- 6.1.1** Balanza analítica (resolución de 0,1 mg),
- 6.1.2** Balones volumétricos de 100 ml y 250 ml,
- 6.1.3** Beaker o Erlenmeyer de 250 ml,
- 6.1.4** Campana extractora de gases,
- 6.1.5** Centrífuga,
- 6.1.6** Cilindros graduados de 50 ml y 100 ml,
- 6.1.7** Embudos,
- 6.1.8** Espectrofotómetro molecular UV/visible (espectrofotómetro UV/visible),
- 6.1.9** Implementos de seguridad (Ver Anexo),
- 6.1.10** Papel de filtro con retención de partículas > 8 μm ,
- 6.1.11** Pipetas volumétricas de 1 ml, 5 ml, 8 ml y 10 ml, y
- 6.1.12** Plancha de calentamiento con regulación de temperatura.

NOTA 1. Debe evitarse el uso de detergentes comunes en el lavado del material de vidrio para prevenir la contaminación con Fosfato. En caso contrario enjuagar con una solución de Ácido Clorhídrico: agua (1+3), enjuague con agua destilada o desionizada.

6.2 Reactivos y soluciones

6.2.1 Reactivos

- 6.2.1.1** Agua destilada o desionizada,
- 6.2.1.2** Ácido Clorhídrico (HCl) de concentración $\geq 36\%$ (Densidad 1,18 g/ml),
- 6.2.1.3** Ácido Nítrico (HNO_3) de concentración $\geq 65\%$ (Densidad 1,42 g/ml),
- 6.2.1.4** Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) de concentración $\geq 95\%$ (Densidad 1,84 g/ml),
- 6.2.1.5** Molibdato de Amonio Anhidro ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6$),
- 6.2.1.6** Metavanadato de Amonio (VO_3NH_4), y
- 6.2.1.7** Fosfato Diácido de Potasio (KH_2PO_4).

NOTA 1: Todos los reactivos que se utilizan para éste análisis deben ser grado analítico (p.a.). Tomar las previsiones de seguridad indicadas en el Anexo.

6.3 Soluciones

6.3.1 Solución de Ácido Clorhídrico 1+1

Mezclar volúmenes iguales de HCl concentrado y agua destilada, añadiendo cuidadosamente el Ácido al agua.

6.3.2 Solución Ácida de Molibdato de Amonio

Disolver 10 g de Molibdato de Amonio en aproximadamente 80 ml de agua destilada. Añadir cuidadosamente 17 ml de Ácido Sulfúrico concentrado, dejar enfriar y enrasar a 1 litro con agua destilada.

6.3.3 Solución Ácida de Metavanadato de Amonio

Disolver 1 g de Metavanadato de Amonio en 500 ml de agua. Añadir cuidadosamente 72 ml de Ácido Sulfúrico concentrado y diluir a 2,5 litros con agua destilada.

6.3.4 Solución patrón de Fosfato (200 mg P₂O₅/L)

Esta solución se prepara con Fosfato Diácido de potasio, estándar primario. Antes de pesar el reactivo, debe secarse (aproximadamente 1 g) en estufa a 105 °C por 2 horas y dejar enfriar luego en un desecador. Es necesario calcular previamente el peso del Fosfato Diácido de Potasio a utilizar de acuerdo su pureza. Esto debe hacerse de la siguiente forma: se divide 0,3835 (que sería el peso en g de Fosfato Diácido de Potasio 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 Fosfato Diácido de Potasio en balanza analítica y transferirla cuantitativamente a un balón volumétrico de 1 L. Diluir hasta el cuello, mezclar y enrasar con agua destilada. Un ml de esta solución contiene 200 µg de P₂O₅.

6.3.5 Solución de trabajo de fosfato (100 mg P₂O₅/L)

Medir cuantitativamente 50 ml de la solución patrón de fosfato (200 mg P₂O₅/L) y transferirlos a un balón volumétrico de 100 ml. Diluir hasta la línea de aforo con agua destilada y mezclar bien. Un ml de esta solución equivale a 100 mg de P₂O₅.

7. MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra de fertilizante tomada según la Norma COVENIN 244.

8. PROCEDIMIENTO

8.1 Extracción

8.1.1 Pesar 1 g ± 0,0010 g de la muestra y transferirlo a un Beaker o Erlenmeyer de 250 ml (ver nota 2 del punto 8.1.7);

8.1.2 Añadir 20 ml de HCl 1+1 y 30 ml de HNO₃ concentrado;

8.1.3 Digerir sobre plancha eléctrica bajo campana extractora de gases, hasta que desaparezcan los

humos marrones;

8.1.4 Dejar enfriar y transferir cuantitativamente el contenido del Erlenmeyer a un balón aforado de 250 ml, lavando el recipiente varias veces con agua destilada;

8.1.5 Aforar, mezclar y filtrar o centrifugar a 2000 rpm por 10 min;

8.1.6 Guardar este extracto en un frasco con tapa, en caso de no realizar la determinación inmediatamente; y

8.1.7 Hacer simultáneamente un blanco (Ver Nota 2).

NOTA 1. Se recomienda analizar simultáneamente, como otra muestra, un reactivo estándar grado analítico, para verificar la recuperación del método. Por ejemplo, puede utilizarse el KH_2PO_4 , previamente secado a 105°C y calcular el porcentaje de recuperación mediante la fórmula:

$$\% \text{ Rec} = (\% \text{P}_2\text{O}_5 / 52,19) \times 100$$

Dónde:

% Rec Porcentaje de Recuperación del P_2O_5 en el estándar

% P_2O_5 Porcentaje de Fósforo expresado como Pentóxido de Fósforo obtenido en el análisis

52,19 Porcentaje de P_2O_5 teórico en el KH_2PO_4 ; éste debe ser modificado, de acuerdo a la pureza del estándar.

El porcentaje de recuperación se considera aceptable si varía entre 96 y 104%.

NOTA 2. El blanco de un método incluye todos los reactivos que se utilizan en el procedimiento de análisis pero no debe contener el analito de interés y debe ser sometido a las mismas condiciones y al mismo procedimiento que las muestras reales y los estándares. En este caso el blanco se prepara sin incluir ninguna muestra, siguiendo estrictamente todos los pasos descritos para la extracción, desde el punto 8.1.1 hasta el 8.1.6.

8.2 DETERMINACIÓN

8.2.1 Preparación de la curva de calibración

8.2.1.1 Medir cuantitativamente volúmenes de 0, 5, 8, 10 y 15 ml de solución de trabajo de F0osfato (100 mg/L) y transferirlos a balones volumétricos de 100 ml para preparar una serie de patrones de 0, 5, 8, 10 y 15 mg/L de P_2O ;

8.2.1.2 Añadir a cada balón 10 ml de solución ácida de molibdato de amonio y 10 ml de solución ácida de metavanadato de amonio;

8.2.1.3 Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar completamente. Dejar en reposo durante 10 minutos para el desarrollo del color amarillo;

8.2.1.4 Ajustar el equipo al valor cero (0) de absorbancia utilizando como referencia el patrón de 0 mg P_2O_5 ;

8.2.1.5 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:

$$A = 2 - \log T$$

Dónde:

A la absorbancia; y

T el % de Transmitancia.

8.2.1.6 Medir la absorbancia de cada patrón en un espectrofotómetro UV/visible a 400 nm, y anotar los resultados obtenidos; y

8.2.1.7 Elaborar la curva de calibración “Absorbancia vs Concentración de P₂O₅ en mg/L”. El coeficiente de correlación de esta curva debe ser ≥ 0,995.

8.2.2 Análisis de la muestra

8.2.2.1 Medir cuantitativamente del extracto a analizar una alícuota apropiada para contener entre 0,5 y 1,5 mg de P₂O₅. La Tabla 1 puede servir de guía siempre que el peso de la muestra sea de 1 g;

8.2.2.2 Transferirlos a un balón volumétrico de 100 ml (reservar un balón para preparar un blanco);

8.2.2.3 Continuar como se indica en los pasos 7.2.1.2 al 7.2.1.5 de la preparación de la curva de calibración;

TABLA 1. Volumen de las alícuotas según los contenidos porcentuales estimados de P₂O₅ soluble en agua

Rango de P ₂ O ₅ Total (%)	Volumen de la alícuota (ml)
≤ 3	10
>3 - 5	5
>5 - 9	3
>9 - 15	2
>15 - 25	1
>25 - 35	Diluir 25 mL del extracto en 100 ml de agua destilada y tomar un volumen de 3 ml (F =4)
>35	Diluir 25 mL del extracto en 100 ml de agua destilada y tomar un volumen de 2 ml (F =4)

9. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

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

$$\%P_2O_5 = \frac{(C_m - C_b) \times V_t \times F}{100 \times V_a \times G}$$

Dónde:

% P₂O₅ Contenido de fósforo total 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;

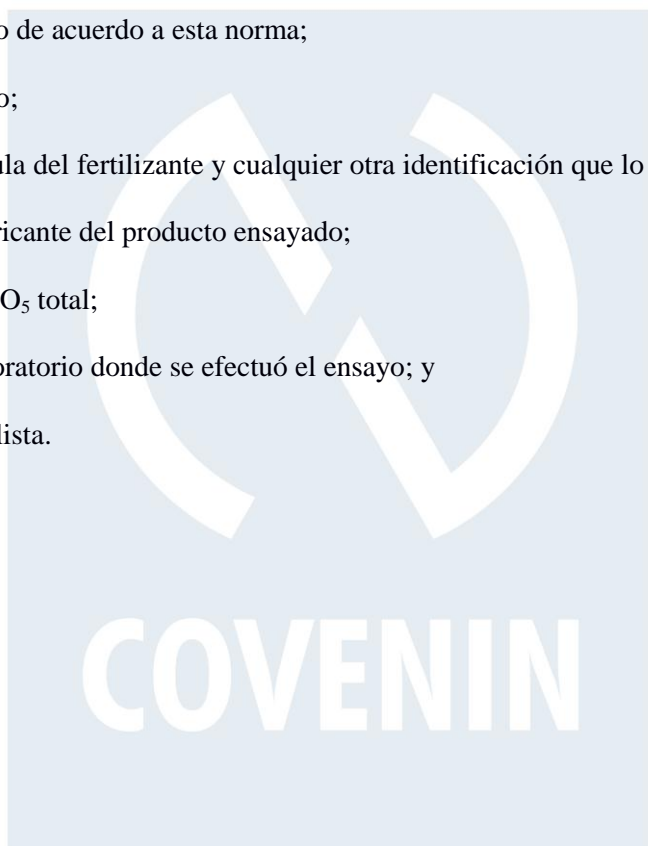
C_b mg/L de P₂O₅ en el blanco, obtenidos mediante la curva de calibración Absorbancia vs.

Concentración;
Vt Volumen total de extracto (ml);
Va Volumen de la alícuota (ml);
G Peso de la muestra (g); y
F factor de dilución.

10. INFORME

En el informe debe indicarse:

- 10.1 Ensayo realizado de acuerdo a esta norma;
- 10.2 Fecha del ensayo;
- 10.3 Nombre y fórmula del fertilizante y cualquier otra identificación que lo caracterice;
- 10.4 Nombre del fabricante del producto ensayado;
- 10.5 Porcentaje de P_2O_5 total;
- 10.6 Nombre del laboratorio donde se efectuó el ensayo; y
- 10.7 Nombre del analista.



Comisión Venezolana
de Normas Industriales

BIBLIOGRAFÍA

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. Arrieche, 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.



**Comisión Venezolana
de Normas Industriales**

ANEXO

CONSIDERACIONES GENERALES PARA LA UTILIZACIÓN DE REACTIVOS QUÍMICOS

Las notas de precaución que a continuación se presentan sirven como recordatorio de los peligros potenciales, inherentes al uso de sustancias químicas y son comunes para los análisis de Fósforo en fertilizantes inorgánicos. Antes de realizar cualquier actividad consultar las referencias citadas al final u otras fuentes de información, tales como las etiquetas de precaución y las hojas de seguridad.

A.1 Normas de Seguridad Básicas

Las actividades que se realizan en el laboratorio deben regirse por un conjunto de medidas preventivas, destinadas a proteger la salud de los analistas. Dentro del laboratorio no se debe comer, beber, fumar, usar lentes de contacto, ni tampoco aplicar productos de maquillaje; es obligatorio el uso de la bata, lentes de seguridad y calzado cerrado y antiresbalante; los guantes y máscaras con filtro (apropiado al tipo de reactivo a manipular) se utilizan en caso de manipulación directa de químicos corrosivos y/o volátiles. Al trasvasar líquidos con pipeta, siempre utilizar propipetas, nunca aspirar con la boca. Las instalaciones deben tener adecuada ventilación y estar dotadas de equipos de protección tales como: campanas de extracción de gases, duchas, lavaojos, entre otros.

A.2 Primeros Auxilios Generales

En caso de:

A.2.1 Inhalación

Trasladar a la persona afectada hacia áreas con aire fresco.

A.2.2 Contacto con los ojos

Lavar inmediatamente con abundante agua por lo menos 15 minutos, abriendo y cerrando los párpados. No aplicar aceites ni ungüentos oleosos.

A.2.3 Contacto con la piel

Secar previamente la zona afectada y lavar cuidadosamente con abundante agua; tratar como quemadura.

A.2.4 Ingestión

Consultar la hoja de seguridad del reactivo involucrado.

A.2.5 Incendio o peligro de fuego

Usar extintores clase B y C para líquidos inflamables y fuegos eléctricos, el extintor de CO₂ para equipos electrónicos.

En todos los casos llamar y acudir inmediatamente al médico o personal de emergencia.

A.3 En Caso de Desechos y Derrames

A.3.1 Desechos

Desechos de soluciones acuosas de Sales Ácidas y Ácidos fuertes de descarte deben mezclarse con Carbonato de Sodio u otra sustancia alcalina en polvo o en solución, después se diluyen con abundante agua y se vierten neutralizadas en un recipiente destinado para su disposición final.

A.3.2 Derrames

Derrame de líquidos debe cubrirse con una sustancia aglutinante (vermiculita, arena seca, etc.) y disponer en un recipiente adecuado. En el caso de sólidos, recoger y disponer el material en un lugar apropiado, (nunca aplicar agua).

A.4 Consideraciones Referentes a:

A.4.1 Sales

Pueden causar inflamación al contacto prolongado, especialmente con la piel húmeda. No son inflamables ni combustibles. No son compatibles con Ácidos y Bases fuertes, Oxidantes (tales como Percloratos, Peróxidos, Permanganatos, Cloratos, Nitratos, Cloro, Bromo y Flúor); Litio y Trifluoruro de Cloro. El Molibdato de Amonio es, particularmente, incompatible a los metales alcalinos.

TABLA C.1 Consideraciones referentes a las Sales

Nombre del Reactivo	Formula Química	Registro CAS
Fosfato Dihidrogenado de Potasio	KH_2PO_4	CAS 7778-77-0
Metavanadato de Amonio	NH_4VO_3	CAS 7803-55-6
Molibdato de Amonio (Anhidro)	$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$	CAS 12027-76-7
Molibdato de Amonio (4-hidrato)	$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	CAS 12054-85-2

CAS: Chemical Abstracts Service.

A.4.2 Ácidos y Bases

Son estables en condiciones normales, no son combustibles pero pueden tener una fuerte reacción exotérmica con sustancias combustibles o metales en polvo. Existe riesgo de ignición o explosión al mezclarse con algunos solventes orgánicos y algunas sales como nitratos, carburos y cloratos.

Cuando se preparan soluciones ácidas, debe agregarse el ácido al agua y no al contrario, porque se genera una violenta elevación de temperatura que provoca salpicaduras. Los ácidos concentrados deben diluirse antes de mezclarse.

Las bases o sustancias alcalinas, reaccionan rápidamente con los ácidos, pueden ser corrosivas al tacto, suelen tener una textura untuosa, algunas pueden conducir la electricidad y tener olores fuertes.

A.4.2.1 Ácido sulfúrico (H_2SO_4) CAS 7664-93-9

Es un líquido altamente corrosivo. Corroe los metales, dando lugar al desprendimiento de hidrógeno que es altamente explosivo. Es higroscópico, presenta una gran afinidad por el agua, debido a lo cual, produce deshidratación de los compuestos orgánicos a veces tan fuerte que llega a carbonizarlos. No mezclar con HCl. Utilizar guantes de neopreno u otro resistente a derrames y salpicaduras.

A.4.2.2 Ácido nítrico (HNO₃) CAS 7697-37-62

Es un ácido fuerte y como tal reacciona violentamente con las sustancias básicas (hidróxidos, óxido de hierro, anilinas, cloratos, etc.) y sulfuro de hidrógeno. Ataca la mayoría de los metales. Genera gases de óxido de nitrógeno irritantes. Fuertemente corrosivo en contacto con la piel y ojos, produciendo quemaduras, mancha la piel de amarillo por su acción sobre las proteínas. No se recomienda para limpiar material de plástico porque los resquebraja. Utilizar guantes de cloruro de polivinilo y no de látex.

A.4.2.3 Ácido clorhídrico (HCl) CAS 7647-01-0

Reacciona con amoníaco, sulfuros, carburos, boruros y fosfuros y genera gases tóxicos o inflamables. Reacciona con la mayoría de los metales generando gas de hidrógeno inflamable. Con agentes oxidantes como peróxido de hidrógeno, ácido selénico y pentóxido de vanadio, genera gas cloro, el cual es muy peligroso. Otras mezclas con este ácido pueden producir rápidamente gas cloruro de hidrógeno. Se recomienda en forma diluida para limpiar material de vidrio y plástico.



**Comisión Venezolana
de Normas Industriales**