

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3051 - 93**

**AGUAS NATURALES,
INDUSTRIALES Y RESIDUALES
DETERMINACIÓN DE FÓSFORO**



TRAMITE

COMITE TECNICO DE NORMALIZACION CT4:	PETROLEO, GAS Y SUS DERIVADOS
PRESIDENTE:	JESUS GONZALEZ ESCOBAR
SECRETARIA:	MARGARITA LAFRATTA
SUBCOMITE TECNICO SC5:	METODOS DE ENSAYO
COORDINADORA:	MARGARITA LAFRATTA.

PARTICIPANTES

ENTIDAD	REPRESENTANTES
CORPOVEN, S.A.	ALBERTINA FERREIRA HILDA MEDINA OSCAR GALINDEZ ALVARO ROMAN
INTEVEP, S.A.	MENCIA DE LA ROSA MARCELO CARRILLO GUILLERMO RODRIGUEZ YASMINA MUJICA
LAGOVEN, S.A.	EMERITA MACHADO JOSE A. BOHORQUEZ
MARAVEN, S.A.	ISIDORO RODRIGUEZ PEDRO MEJIAS
MINISTERIO DEL AMBIENTE Y LOS RECURSOS NATURALES RENOVABLES	TEOTISTE MUÑOZ
PETROLEOS DE VENEZUELA, S.A.	HERNANI MEINHARD
SIDERURGICA DEL ORINOCO	EMELYS DURAN NELSON VILLAFRANCA
UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA	REBECA SANCHEZ
DISCUSION PUBLICA:	FECHA: 10.05.93 DURACIÓN: 30 DIAS
FECHA DE APROBACION POR EL SUBCOMITE:	16.07.93
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE:	09.11.93
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN:	01.12.93

**NORMA VENEZOLANA
AGUAS NATURALES, INDUSTRIALES Y
RESIDUALES
DETERMINACION DE FOSFORO**

**COVENIN
3051-93**

INTRODUCCION

El fósforo está presente en aguas naturales y residuales como fosfato inorgánico (ortofosfatos, fosfatos condensados, piro, meta y otros polifosfatos) y como fosfato orgánico. La presencia de fósforo inorgánico se debe a una variedad de fuentes tales como uso de fertilizantes, los cuales pueden ser arrastrados por el agua de lluvia hacia los cuerpos de agua superficiales; productos de limpieza, ya que ellos son los principales constituyentes de los detergentes comerciales y compuestos utilizados en el acondicionamiento de aguas para calderas y potabilización de aguas, entre otras.

El fósforo orgánico se forma principalmente por procesos biológicos. Su presencia en aguas residuales se debe a las heces fecales y residuos de alimentos, así como también al formado a partir de los ortofosfatos utilizados en el tratamiento biológico o el proveniente de la biota acuática.

El fósforo es esencial para el crecimiento de los organismos y se considera el nutriente limitante de la productividad primaria de los cuerpos de agua de allí que, en algunos casos, la descarga de aguas residuales crudas o tratadas de origen doméstico, agrícola e industrial, puede estimular el crecimiento de micro y macro organismos fotosintéticos en cantidades excesivas.

Los fosfatos también pueden estar presentes en sedimentos de fondo y en lodos biológicos, como formas inorgánicas precipitadas e incorporadas a compuestos orgánicos.

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 2634-89 Aguas naturales, industriales y residuales. Definiciones.
- COVENIN 2709-90 Aguas naturales, industriales y residuales. Procedimientos para el muestreo.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta Norma Venezolana establece cinco (5) métodos para la determinación del ión ortofosfato presente en aguas naturales, industriales y residuales, así como los métodos de pretratamiento de las muestras requeridos para la conversión de la forma de fósforo de interés en ortofosfato disuelto.

2.2 Los métodos incluidos para la determinación del ión ortofosfato son aplicables en los siguientes intervalos de concentración:

2.2.1 Método A. Colorimétrico, con ácido vanadomolibdofosfórico, para concentraciones entre 1 mg - P/L y 20 mg - P/L.

2.2.2 Método B. Colorimétrico, con cloruro estañoso, para concentraciones entre 0,01 mg - P/L y 6 mg - P/L.

2.2.3 Método C. Colorimétrico, con ácido ascórbico, para concentraciones entre 0,01 mg - P/L y 6 mg - P/L.

2.2.4 Método D. Colorimétrico, con molibdato de amonio, para concentraciones entre 0,1 mg - P/L y 3 mg - P/L.

2.2.5 Método E. Automatizado, por reducción con ácido ascórbico, para concentraciones entre 0,001 mg - P/L y 10 mg - P/L.

2.3 Los métodos incluidos para la separación de las diferentes formas de fosfatos son:

2.3.1 Filtración preliminar. Permite separar las especies disueltas del contenido total de fósforo presente en la muestra.

2.3.2 Hidrólisis ácida. Permite convertir el fósforo presente como meta-, piro-, tri-, y hexametafosfatos en ortofosfatos.

2.3.3 Digestión para fósforo total. Permite convertir todos los compuestos de fosfatos orgánicos e inorgánicos, disueltos y suspendidos a ortofosfatos. Se incluyen tres (3) métodos de diferente rigor:

2.3.3.1 Digestión con ácido perclórico: el más drástico, es aplicable en la determinación de fósforo total en muestras de sedimentos.

2.3.3.2 Digestión en ácido sulfúrico-ácido nítrico: aplicable en la mayoría de los casos

para cualquier tipo de muestra.

2.3.3.3 Digestión con persulfato: su aplicación sólo es recomendada en aquellos casos donde se demuestre que la recuperación obtenida es comparable con los métodos de digestión más drásticos.

3 DEFINICIONES

Analíticamente se definen las diferentes formas de fosfato presente en aguas naturales, industriales y residuales como se indica a continuación:

3.1 FOSFORO TOTAL. Es el contenido de fósforo inorgánico y orgánico, tanto disuelto como suspendido presente en la muestra, se convierte a ortofosfato por digestión.

3.2 FOSFORO DISUELTO TOTAL. Es el contenido de fósforo presente en la fracción disuelta de una muestra filtrada a través de una membrana con tamaño de poro 0,45 μm .

3.3 FOSFORO REACTIVO (ORTOFOSFATOS). Es el fósforo que responde a la prueba colorimétrica sin hidrólisis preliminar o digestión de la muestra. Puede estar presente tanto en forma disuelta como suspendida.

3.4 FOSFORO HIDROLIZABLE. Es el fosfato condensado disuelto y suspendido que se transforma en ortofosfatos por hidrólisis ácida.

3.5 FOSFORO ORGANICO. Es la diferencia entre el fósforo total y el fósforo hidrolizable.

3.6 POLIFOSFATOS. Es la diferencia entre el fósforo hidrolizable y el fósforo reactivo.

4 PRETRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS

El esquema analítico que permite determinar las diferentes formas de fosfatos se presenta en la fig. 1.

4.1 FILTRACION PRELIMINAR.

Para determinar el contenido de fósforo disuelto total, se hace pasar una porción de muestra a través de una membrana filtrante con tamaño de poro 0,45 μm . De acuerdo con la forma de fósforo deseada, se le aplica al filtrado el método requerido para su transformación en

ortofosfato disuelto, este último se determina mediante la aplicación de algunos de los métodos descritos en la presente norma.

4.1.1 Equipo de filtración, con filtro de membrana, tamaño de poro 0,45 μm .

4.1.2 Procedimiento.

4.1.2.1 Se filtra una porción de muestra suficiente para la determinación de la forma de fosfato deseada (véase secciones 6 al 10). En aquellos casos donde la muestra sea difícil de filtrar, se puede someter a una prefiltración utilizando como medio filtrante fibra de vidrio, previamente lavada con agua destilada. El filtrado se recolecta y será la muestra a utilizar en la determinación del fósforo disuelto total.

4.1.2.2 El filtro de membrana se lava con agua destilada; como el filtro puede contribuir con cantidades significativas de fósforo, especialmente en aquellas muestras de concentraciones bajas, para el lavado, se pueden utilizar cualquiera de las técnicas descritas a continuación:

4.1.2.2.1 Se remojan los filtros en agua destilada durante 24 h, en una proporción aproximada de 25 filtros por litro de agua destilada.

4.1.2.2.2 Se remojan los filtros en agua destilada durante 1 h, se cambia el agua destilada y se remojan por 3 h más.

4.1.2.2.3 Se hacen pasar varias porciones de 100 mL de agua destilada a través del filtro. Este procedimiento requiere verificación más frecuente para asegurar la consistencia en el lavado y evaluar pérdidas por filtración.

4.2 HIDROLISIS ACIDA

4.2.1 El fósforo hidrolizable en la muestra se define operacionalmente como la diferencia entre el fósforo reactivo medido en la muestra sin tratar y el fosfato encontrado luego de someter la muestra a hidrólisis ácida. Generalmente, mediante hidrólisis ácida se transforman en ortofosfatos y están incluidos fosfatos condensados tales como piro-, tripolifosfatos y especies de mayor peso molecular como los hexametáfosfatos. Es importante destacar que algunas aguas naturales contienen compuestos orgánicos con fósforo que se hidrolizan a ortofosfatos bajo las condiciones del ensayo. Los polifosfatos generalmente no responden a la determinación de fósforo reactivo pero se pueden hidrolizar a ortofosfatos al ebulir con ácido.

4.2.2 Después de la hidrólisis, se determina el fósforo reactivo por alguno de los métodos

descritos en la presente norma. Las interferencias, precisión, exactitud y sensibilidad dependerán del método empleado.

4.2.3 Equipo. Plancha de calentamiento o autoclave capaz de operar entre 98 kPa a 137 kPa.

4.2.4 Reactivos.

4.2.4.1 Indicador Fenolftaleína: Se disuelven 0,5 g de fenolftaleína en una mezcla de 50 mL de alcohol etílico o isopropílico y 50 mL de agua destilada.

4.2.4.2 Solución concentrada de ácido. En un balón aforado de 1 L se agregan lentamente 300 mL de H₂SO₄ concentrado (d.r. 1,84) a unos 600 mL de agua destilada, se enfría la solución a temperatura ambiente y se diluye a 1 L con agua destilada.

4.2.4.3 Hidróxido de sodio, NaOH, 1N, se disuelven 20 g de NaOH en aproximadamente 400 mL de agua destilada, se enfría la solución a temperatura ambiente y se diluye a 500 mL con agua destilada.

4.2.4.4 Material de vidrio.

4.2.5 Procedimiento.

4.2.5.1 En un vaso de precipitado, a 100 mL de muestra o una porción diluida a 100 mL, se agregan 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleína. Si se desarrolla un color rojo, se agrega, gota a gota, solución concentrada de ácido hasta eliminar el color. Se agrega 1 mL adicional de ácido.

4.2.5.2 La mezcla se hace ebulir al menos durante 90 min, agregando agua destilada para mantener el volumen entre (25 y 50) mL. Alternativamente se calienta en un autoclave durante 30 min a una presión entre 98 kPa y 137 kPa.

4.2.5.3 Se deja enfriar, se neutraliza con NaOH 1N hasta obtener una coloración rosada y se restituye el volumen original de 100 mL con agua destilada.

4.2.5.4 Se determina el contenido de fósforo aplicando alguno de los métodos descritos en la presente norma. Se debe tener en cuenta que en la preparación de la curva de calibración del método aplicado, los patrones deberán someterse a hidrólisis ácida debido a que las sales agregadas durante el procedimiento incrementan la intensidad del color desarrollado.

4.3 DIGESTION PARA FOSFORO TOTAL

Para liberar el fósforo combinado con la materia orgánica se requiere aplicar un proceso de digestión y oxidación. El rigor de la digestión depende del tipo de muestra, las tres técnicas de digestión presentadas en orden de rigor decreciente son: digestión con ácido perclórico, digestión con ácido sulfúrico - ácido nítrico y digestión con persulfato. La selección de una de ellas dependerá de los resultados obtenidos al comparar su recuperación; si el método con persulfato produce buena recuperación, se recomienda su utilización. Una vez sometida la muestra a digestión se determina el contenido de ortofosfatos por alguno de los métodos descritos en la presente norma.

4.3.1 Digestión con ácido perclórico

4.3.1.1 Equipo.

4.3.1.1.1 Plancha de calentamiento con una superficie de 30cm x 50cm.

4.3.1.1.2 Traje de seguridad.

4.3.1.1.3 Lentes de seguridad.

4.3.1.1.4 Material de vidrio.

4.3.1.2 Reactivos y materiales

4.3.1.2.1 Acido nítrico, (HNO₃), concentrado (d.r. 1,19).

4.3.1.2.2 Acido perclórico, (HClO₄·2H₂O), 70% a 72% como HClO₄, grado analítico.

PRECAUCION: Las mezclas calientes de HClO₄ y materia orgánica pueden explotar violentamente. Este peligro se evita tomando las siguientes precauciones: a) No se debe agregar HClO₄ a soluciones calientes que puedan contener materia orgánica; b) Siempre se inicia la digestión con HNO₃ y se completa con una mezcla de HNO₃ y HClO₄; c) Se debe trabajar bajo campana especialmente preparada para extraer vapores de HClO₄; d) No permitir que las muestras digeridas con HClO₄ se evaporen hasta sequedad.

4.3.1.2.3 Hidróxido de sodio, (NaOH), 1N (véase punto 4.2.4.3).

4.3.1.2.4 Indicador anaranjado de metilo.

4.3.1.2.5 Indicador fenolftaleina (véase punto 4.2.4.1).

4.3.1.3 Procedimiento.

4.3.1.3.1 Se transfiere un volumen adecuado de muestra que contenga la cantidad esperada de fósforo (éste se determina en base al método colorimétrico a emplear para su determinación) en un frasco Erlenmeyer de 125 mL.

4.3.1.3.2 Se acidifica con HNO_3 concentrado utilizando anaranjado de metilo como indicador, se agregan 5 mL de HNO_3 y se evapora la muestra hasta obtener un volumen de 15 mL a 20 mL.

4.3.1.3.3 Se agregan 10 mL de HNO_3 concentrado y 10 mL de HClO_4 enfriando la muestra después de cada adición de ácido. Se agregan unas perlas de ebullición al Erlenmeyer, se coloca sobre la plancha de calentamiento y se evapora suavemente justo hasta que aparezcan los humos blancos del HClO_4 .

4.3.1.3.4 Si la solución no se aclara, se cubre el Erlenmeyer con un vidrio de reloj y se mantiene la ebullición hasta que la solución se aclare; de ser necesario se agregan 10 mL adicionales de HNO_3 para completar la oxidación.

4.3.1.3.5 Se enfría la solución digerida y se agrega una (1) gota de indicador fenolftaleína y solución de NaOH 1N justo hasta obtener el viraje del color de la solución a rosado.

4.3.1.3.6 Si es necesario se filtra la solución neutralizada, lavando el filtro con agua destilada.

4.3.1.3.7 Se completa el volumen de solución neutralizada a 100 mL. Esta será la muestra a utilizar para la determinación de fósforo mediante la aplicación de alguno de los métodos descritos en la presente norma.

4.3.2 Digestión con ácido sulfúrico - ácido nítrico.

4.3.2.1 Equipos.

4.3.2.1.1 Equipo de destilación Micro-Kjeldahl.

4.3.2.1.2 Balones Micro-Kjeldahl.

4.3.2.2 Reactivos.

4.3.2.2.1 Acido sulfúrico, (H_2SO_4), concentrado (d.r. 1,84).

4.3.2.2.2 Acido nítrico, (HNO₃), concentrado (d.r. 1,42).

4.3.2.2.3 Indicador fenolftaleína (véase punto 4.2.4.1).

4.3.2.2.4 Solución de hidróxido de sodio, (NaOH), 1N (véase punto 4.2.4.3).

4.3.2.3 Procedimiento.

4.3.2.3.1 En un balón Micro-Kjeldahl, se coloca un volumen adecuado de muestra que contenga la cantidad esperada de fósforo (esto se determina en base al método colorimétrico a emplear para su determinación) y se agrega 1 mL de H₂SO₄ concentrado y 5 mL de HNO₃ concentrado.

4.3.2.3.2 Se digiere la muestra hasta obtener un volumen de 1 mL y luego se continúa hasta que la solución se torne incolora.

4.3.2.3.3 Se enfría la mezcla y se agregan aproximadamente 20 mL de agua destilada, 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleína y tanto NaOH 1N como sea necesario para producir un ligero color rosado.

4.3.2.3.4 Se transfiere la solución neutralizada, filtrando si es necesario para remover material particulado o turbiedad, a un balón de 100 mL de capacidad. Se agregan los lavados del filtro y se ajusta el volumen a 100 mL con agua destilada. Esta será la muestra a utilizar para la determinación del fósforo mediante alguno de los métodos descritos en la presente norma.

4.3.3 Digestión con persulfato.

4.3.3.1 Equipos.

Plancha de calentamiento con una superficie aproximada de 30 cm x 50 cm o autoclave capaz de operar entre 98 kPa y 137 kPa.

4.3.3.2 Reactivos y materiales.

4.3.3.2.1 Indicador Fenolftaleína (véase punto 4.2.4.1).

4.3.3.2.2 Solución de ácido sulfúrico: Se agregan cuidadosamente 300 mL de H₂SO₄ concentrado a unos 600 mL de agua destilada y se diluye a 1 L con agua.

4.3.3.2.3 Persulfato de amonio. $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ sólido o persulfato de potasio $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ sólido.

4.3.3.2.4 Hidróxido de sodio, (NaOH) , 1N (véase punto 4.2.4.3).

4.3.3.2.5 Material de vidrio.

4.3.3.3 Procedimiento.

4.3.3.3.1 Se transfiere un volumen adecuado de muestra que contenga la cantidad esperada de fósforo (esto se determina en base al método colorimétrico a emplear para la determinación), se agregan 0,05 mL (1 gota) de indicador de fenolftaleína; si se desarrolla una coloración rosada, se agrega gota a gota solución de H_2SO_4 hasta eliminar el color, se agrega 1 mL adicional de esta solución y 0,4 g de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ o 0,5 g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ sólido.

4.3.3.3.2 Se ebulle suavemente la mezcla sobre una plancha de calentamiento durante 30 a 40 min, o hasta obtener un volumen de 10 mL. Se enfría y se diluye a 30 mL con agua destilada, se agregan 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleína y se neutraliza con NaOH 1N, hasta que aparezca un ligero color rosado.

4.3.3.3.3 Alternativamente se calienta la mezcla en un autoclave durante 30 min., se enfría, se agrega 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleína y se neutraliza con NaOH 1N hasta que aparezca una ligera coloración rosada.

4.3.3.3.4 Se lleva el volumen a 100 mL con agua. Esta será la muestra a utilizar para la determinación de fósforo por alguno de los métodos descritos en la presente norma.

NOTA 1. En algunas muestras, en esta etapa del ensayo, se puede formar un precipitado; si este es el caso, se agita bien (no filtrar) el precipitado formado se redissuelve bajo las condiciones ácidas del método colorimétrico para determinar fósforo reactivo.

5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS

5.1 Si se desea separar las diferentes formas de fosfatos, se filtra la muestra inmediatamente después de su captación, utilizando el procedimiento descrito en 4.1.

5.2 Las muestras se preservan por congelación a una temperatura de -10°C , agregando previamente 40 mg de HgCl_2 por cada litro de muestra.

PRECAUCION: El HgCl_2 es una sustancia tóxica; es necesario tomar las precauciones

para su manejo y disposición.

5.3 Si sólo se desea determinar el contenido de fósforo total, se agrega 1 mL de HCl concentrado por cada litro de muestra o se refrigeran sin la adición del ácido.

5.4 Las muestras no deben ser almacenadas en recipientes plásticos ya que el fósforo se puede absorber sobre las paredes del recipiente.

5.5 Los recipientes para el almacenamiento de muestras deben lavarse con una solución diluída caliente de HCl y enjuagarse varias veces con agua destilada. Nunca se deben lavar con detergentes comerciales.

5.6 Para determinar el fósforo ácido hidrolizable se somete la muestra a hidrólisis ácida como se describe en 4.2.

5.7 Para determinar el fósforo total se digiere la muestra aplicando alguno de los procedimientos descritos en 4.3.

5.8 Para la determinación del fósforo reactivo se aplican directamente los procedimientos descritos en esta norma.

5.9 Dependiendo de la forma de fósforo deseada se le aplica tanto a las muestras como a los patrones utilizados en la elaboración de la curva de calibración, el mismo pretratamiento.

6 METODO A. COLORIMETRICO CON ACIDO VANADOMOLIBDOFOSFORICO

6.1 RESUMEN.

En solución diluída de ortofosfatos, el molibdato de amonio reacciona para formar ácido heteropoli-molibdofosfórico. En presencia del vanadio se forma el ácido vanadomolibdofosfórico amarillo. La intensidad del color amarillo, es proporcional a la concentración de fosfatos.

6.2 INTERFERENCIAS.

6.2.1 La sílice y los arsenatos causan interferencias positivas sólo si la muestra se calienta.

6.2.2 Los iones arsenatos, fluoruros, torio, bismuto, sulfuros, tiosulfatos o exceso de molibdato producen interferencias negativas.

6.2.3 El hierro ferroso produce un color azul, pero no afecta los resultados si su concentración es menor a 100 mg/L.

6.2.4 Los iones que no interfieren aún presentes en concentraciones mayores a 1000 mg/L son: Al^{+3} , Fe^{+3} , Mg^{+2} , Ca^{+2} , Ba^{+2} , Sr^{+2} , Li^{+} , Na^{+} , K^{+} , NH_4^{+} , Cd^{+2} , Mn^{+2} , Pb^{+2} , Hg^{+} , Sn^{+2} , Cu^{+2} , Ni^{+2} , Ag^{+} , U^{+4} , Zr^{+4} , AsO_3^{-} , Br^{-} , CO_3^{-2} , ClO_4^{-} , CN^{-} , IO_3^{-} , SiO_4^{-4} , NO_3^{-} , NO_2^{-} , SO_4^{-2} , SO_3^{-2} , pirofosfatos, molibdatos, tetraboratos, selenatos, benzoatos, citratos, oxalatos, lactatos, tartratos, formiatos y salicilatos.

6.2.5 Si en la prueba se utiliza ácido nítrico, los cloruros interfieren en concentraciones de 75 mg/L.

6.2.6 El ión férrico causa interferencias cuando la longitud de onda a la cual se mide la intensidad del color es baja, particularmente a 400 nm.

6.3 EQUIPOS.

6.3.1 Equipo colorimétrico, se requiere uno de los siguientes:

6.3.1.1 Espectrofotómetro con capacidad para realizar mediciones a longitudes de onda entre 400 nm y 490 nm. La tabla 1 muestra las longitudes de onda para los diferentes intervalos de concentración medibles bajo las condiciones del método.

6.3.1.2 Fotómetro de filtro equipado con filtro azul o violeta con máxima transmitancia entre 400 nm y 470 nm.

6.3.2 Material de vidrio lavado con ácido, especialmente para la determinación de bajas concentraciones de fósforo se utiliza HCl diluido caliente y se enjuaga con agua destilada. Preferiblemente se reserva este material sólo para la determinación de fósforo y después de su uso se lava y se almacena lleno de agua destilada hasta que se requiera nuevamente.

6.3.3 Equipo de filtración y papel de filtro con tamaño de poro 0,45 μm .

6.4 REACTIVOS.

6.4.1 Indicador fenolftaleína (véase punto 4.2.4.1).

6.4.2 Acido clorhídrico, (HCl), 1+1, se agrega un volumen de HCl (d.r. 1,19) a un volumen de agua. Se puede sustituir el HCl por H_2SO_4 , HClO_4 o HNO_3 . La concentración del ácido en la determinación no es crítica, pero se recomienda que al final la solución

resultante sea 0,5N.

6.4.3 Carbón activado, libre de partículas finas removidas por lavado con agua destilada.

6.4.4 Reactivo vanadato-molibdato, se agrega la solución A en la B, preparadas como se describe a continuación, y se diluye a 1 L.

6.4.4.1 Solución A. Se disuelven 25 g de molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 300 mL de agua destilada.

6.4.4.1 Solución A. Se disuelven 25 g de molibdato de amonio $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 300 mL de agua destilada.

6.4.4.2 Solución B. Se disuelven 1,25 g de metavanadato de amonio, NH_4VO_3 , en 300 mL de agua destilada calentando hasta ebullición. Se enfría y agregan 330 mL de HCl concentrado. Se enfría a temperatura ambiente.

6.4.5 Solución concentrada de fosfatos, (1,00 mL = 50,0 $\mu\text{g PO}_4^{-3} - \text{P}$), se disuelven en agua destilada 219,5 mg de KH_2PO_4 anhidro, previamente secado durante 1 h a 105°C y se diluye a 1000 mL.

6.5 PROCEDIMIENTO

6.5.1 Ajuste del pH

Si el pH de la muestra es mayor que 10, se agregan 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleína a 50 mL de muestra y se agrega HCl (1+1) hasta eliminar el color rosado; esto se realiza antes de diluir a 100 mL en caso que así se requiera.

6.5.2 Remoción del color

El exceso de color en la muestra se remueve mezclando 50 mL de muestra con 200 mg de carbón activado en un Erlenmeyer y se agita durante 5 min. Se filtra para remover el carbón.

NOTA 2. Se debe verificar el contenido de fósforo en cada carga de carbón para evitar posibles interferencias, realizando el mismo procedimiento al blanco.

6.5.3 Calibración

6.5.3.1 A una serie de matraces aforados de 50 mL se agregan alícuotas de la solución

patrón de fósforo para preparar patrones con concentraciones en el rango de 0 mg/P a 20,0 mg/P.

6.5.3.2 Se procede según lo indicado en 6.5.4.

6.5.3.3 Se prepara una curva de calibración llevando a un gráfico la absorbancia de los patrones vs. el contenido de fósforo en los mismos. Como se mencionó anteriormente se debe preparar una curva de calibración para cada forma de fósforo determinada.

6.5.4 Técnica de ensayo

6.5.4.1 Se transfieren 35 mL o menos de muestra que contenga de 0,05 mg/P a 1,0 mg-P a un balón aforado de 50 mL; se agregan 10 mL de reactivo vanadato - molibdato y se diluye hasta la marca con agua.

6.5.4.2 Después de 10 min o más, se determina la absorbancia de la muestra a una longitud de onda entre 400 nm y 490 nm utilizando el patrón de 0 mg-P/L tratado, para calibrar el espectrofotómetro.

6.6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS.

La concentración de fósforo reactivo, expresada en mg - P/L, se calcula de la siguiente manera:

$$\text{mg-P/L de fósforo reactivo (ortofosfatos)} = \frac{A \times 1000}{B}$$

donde:

A = Contenido de fósforo en 50 mL de volumen final de la muestra, mg.

B = Volumen de muestra, mL.

6.7 INFORME.

El informe deberá contener como mínimo lo siguiente:

6.7.1 Fecha de realización del ensayo.

6.7.2 Nombre del analista.

6.7.3 Realizado de acuerdo con la Norma Venezolana COVENIN 3051.

6.7.4 Identificación de la muestra.

6.7.5 Resultados parciales y/o finales.

6.8 PRECISION.

Los datos de precisión y exactitud del método se presentan en la tabla 2.

6.9 TIEMPO DE ANALISIS.

6.9.1 El tiempo necesario para efectuar una determinación sin incluir pretratamiento de la muestra es de 30 min.

6.9.2 Las horas-hombres para efectuar este análisis son 0,5.

7 METODO B. COLORIMETRICO CON CLORURO ESTAÑOSO

7.1 RESUMEN.

El cloruro estañoso reduce el ácido molibdofosfórico y forma un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado cuya intensidad de color es proporcional a la concentración de fosfatos.

7.2 INTERFERENCIAS. (véase punto 6.2).

7.3 EQUIPOS.

Los listados en 6.3 teniendo en cuenta que el instrumento colorimétrico deberá estar equipado para realizar mediciones a una longitud de onda de 625 nm, si la medición es en el extracto de isobutanol - tolueno, y a 690 nm, si es en solución acuosa.

7.4 REACTIVOS.

7.4.1 Indicador fenolftaleina (véase punto 4.2.4.1).

7.4.2 Solución concentrada de ácido (véase punto 4.2.4.2).

7.4.3 Reactivo I, solución de molibdato de amonio. Se disuelven 25 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 175 mL de agua destilada; se agregan cuidadosamente 280 mL de H_2SO_4 concentrado a 400 mL de agua destilada, se deja enfriar, se mezcla con la solución anterior y se diluye a 1 L.

7.4.4 Reactivo II, solución de cloruro estañoso. Se disuelven 2,5 g de $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100 mL de glicerol, se calienta en baño de vapor mezclando con agitador de vidrio hasta lograr

completa disolución. Este reactivo es estable y no requiere de preservativos y almacenamiento especial.

7.4.5 Solución concentrada de fosfatos (véase punto 6.4.5).

7.4.6 Reactivos para la extracción.

7.4.6.1 Disolvente isobutanol - tolueno. Se mezclan volúmenes iguales de tolueno y alcohol isobutílico.

PRECAUCION. Este disolvente es altamente inflamable, cancerígeno, altamente tóxico, se debe trabajar bajo campana.

7.4.6.2 Reactivo I, solución de molibdato de amonio. Se disuelven 40,1 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en aproximadamente 500 mL de agua destilada; lentamente se agregan 396 mL de reactivo I de molibdato de amonio, se enfría y diluye a 1 L.

7.4.6.3 Solución alcohol - ácido sulfúrico. Se agregan cuidadosamente 20 mL de H_2SO_4 concentrado (d.r. 1,84) a 980 mL de alcohol metílico.

7.4.6.4 Reactivo II, solución diluida de cloruro estañoso. Se mezclan 8 mL de reactivo I de cloruro estañoso con 50 mL de glicerol. Este reactivo es estable al menos por 6 meses.

7.5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS. (véase punto 5).

7.6 PROCEDIMIENTO

7.6.1 Calibración

7.6.1.1 A una serie de matraces aforados de 100 mL, se agregan alicuotas de la solución patrón de fosfatos para preparar patrones con concentraciones en el rango 0 mg-P/L a 2,0 mg-P/L.

7.6.1.2 Se procede según lo indicado en el punto 7.6.2.

7.6.1.3 Se prepara una curva de calibración llevando a un gráfico la absorbancia de los patrones vs. el contenido de fósforo en los mismos. Como se mencionó anteriormente se debe preparar una curva de calibración para cada forma de fósforo determinada.

7.6.2 Técnica de ensayo

7.6.2.1 Se transfieren 100 mL o menos de muestra que contenga menos de 200 $\mu\text{g-P}$, libre de color y turbiedad a un vaso de precipitado de 200 mL de capacidad; se agregan 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleina. Si la muestra se torna rosada, se agrega gota a gota, solución concentrada de ácido, justo hasta eliminar el color. Si se requieren más de 0,25 mL se utiliza un volumen menor de muestra y se diluye a 100 mL con agua destilada antes de ajustar el pH.

7.6.2.2 Se agregan, mezclando vigorosamente después de cada adición, 4,0 mL de reactivo I de molibdato de amonio y 0,5 mL (10 gotas) de reactivo I de cloruro estañoso.

NOTA 3. La velocidad a la que se desarrolla el color y su intensidad dependen de la temperatura de la solución, cada incremento de 1°C produce aproximadamente un incremento del 1% en la intensidad del color; por tal razón se deben mantener muestras, patrones y reactivos a una temperatura entre 20°C y 30°C con no más de 2°C de diferencia entre ellos.

7.6.2.3 Después de 10 min pero no más de 12 min, usando el mismo intervalo de tiempo para todas las determinaciones, se mide la absorbancia de la solución a una longitud de onda de 690 nm, utilizando el patrón de 0 mg-P/L tratado para calibrar el espectrofotómetro.

7.6.3 Proceso de extracción

Si se desea incrementar la sensibilidad o superar interferencias se extrae el contenido de fosfato como se describe a continuación.

7.6.3.1 Se transfieren 40 mL de muestra o una porción diluida a ese volumen, a un embudo de separación de 125 mL.

7.6.3.2 Se agregan 50 mL de solvente tolueno -isobutanol y 15,0 mL de reactivo II de molibdato de amonio. Se tapa el embudo y se agita vigorosamente, durante 15 s exactos.

7.6.3.3 Se remueve la tapa y se extraen 25,0 mL de la capa orgánica utilizando una pipeta con bulbo de seguridad, se transfieren a un balón aforado de 50 mL.

7.6.3.4 Se agregan 15 mL de solución concentrada de ácido, agitando bien; 0,5 mL (10 gotas) de reactivo II de cloruro estañoso diluido, se mezcla bien y se diluye a 50 mL con solución alcohol -ácido sulfúrico.

7.6.3.5 Se procede como se indica en 7.6.2.3.

7.7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

La concentración de fósforo reactivo, expresada en mg-P/L, se calcula de la siguiente manera:

Procedimiento directo:

$$\text{mg-P/L de fósforo reactivo (ortofosfatos)} = A \times 1000/B$$

donde:

A = Contenido de fósforo en 104,5 mL de volumen final de la muestra, mg.

B = Volumen de muestra, mL.

Procedimiento con extracción:

$$\text{mg-P/L de fósforo reactivo (ortofosfatos)} = A \times 1000/B$$

donde:

A = Contenido de fósforo en 50 mL de volumen final de la muestra, mg.

B = Volumen de muestra, mL.

7.8 INFORME. (véase punto 6.7)

7.9 PRECISION

Los datos de precisión y exactitud del método se presenta en la tabla 2.

7.10 TIEMPO DE ANALISIS

7.10.1 El tiempo necesario para efectuar una determinación sin incluir pretratamiento de la muestra es de 30 min.

7.10.2 Las horas-hombres para efectuar este análisis son 0,5.

8 METODO C: COLORIMETRICO CON ACIDO ASCORBICO

8.1 RESUMEN

El molibdato de amonio y el tartrato de potasio antimonil reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar el ácido fosfomolibdico el cual es reducido por el ácido ascórbico y forma un compuesto de molibdeno de color azul oscuro. La intensidad del color es proporcional a la concentración de ortofosfatos presentes en la muestra.

8.2 INTERFERENCIAS

8.2.1 Los iones hierro férrico, cobre y sílice presentes en concentraciones hasta de 50 mg/L, 10 mg/L y 10 mg/L respectivamente, no interfieren. Concentraciones de sílice mayores producen interferencias positivas, cuyo valor depende del contenido de sílice: 20 mg - SiO₂/L producen una interferencia de 0,005 mg P/L; 50 mg - SiO₂/L, 0,015 mg-P/L y 100 mg - SiO₂/L, 0,025 mg P/L.

8.2.2 Concentraciones de arsénico tan bajas como 0,1 mg/L interfieren, los arsenatos reaccionan con el reactivo de molibdato para producir un color azul similar al formado con el ortofosfato.

8.2.3 El cromo hexavalente y el nitrito (NO₂⁻) en concentraciones de 1 mg/L interfieren al producir resultados aproximadamente 3% más bajos del valor real; cuando la concentración de estos iones es mayor a 10 mg/L los resultados obtenidos pueden llegar a ser entre 10% y 15% más bajos.

8.2.3 El sulfuro de sodio (Na₂S) en concentraciones menores a 1 mg/L, no interfiere.

8.3 EQUIPOS

8.3.1 Equipo colorimétrico, se requiere uno de los siguientes:

8.3.1.1 Espectrofotómetro a una longitud de onda de 880 nm y provisto de un paso de luz de 2,5 cm o más.

8.3.1.2 Fotómetro de filtro equipado con un filtro rojo y con paso de luz de 0,5 cm o mayor.

8.3.2 Material de vidrio, lavado con ácido (véase punto 6.3.2).

8.3.3 Equipo de filtración y papel de filtro, con tamaño de poro 0,45 µm.

8.4 REACTIVOS

8.4.1 Indicador fenolftaleína (véase punto 4.2.4.1).

8.4.2 Acido sulfúrico, (H_2SO_4), 5N, se diluyen 70 mL de H_2SO_4 concentrado (d.r. 1,84) a 500 mL con agua destilada.

8.4.3 Solución de tartrato antimonil y potasio. En un balón aforado de 500 mL de capacidad, se disuelven 1,3715 g de $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ en 400 mL de agua destilada y se diluye hasta la marca. Se almacena en botella con tapa de vidrio.

8.4.4 Solución de molibdato de amonio. Se disuelven 20 g de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ en 500 mL de agua destilada. Se almacena en botella con tapa de vidrio.

8.4.5 Acido ascórbico, 0,01 M. Se disuelven 1,76 g de ácido ascórbico en 100 mL de agua destilada. La solución es estable durante una semana si se almacena a una temperatura de 4°C.

8.4.6 Reactivo combinado. Para preparar 100 mL de reactivo combinado se mezclan agitando después de cada adición, 50 mL de H_2SO_4 5N (véase punto 8.4.2), 5 mL de solución de tartrato de antimonil y potasio (véase punto 8.4.3), 15 mL de solución de molibdato de amonio (véase punto 8.4.4) y 30 mL de solución de ácido ascórbico (véase punto 8.4.5); se debe esperar a que todos los reactivos alcancen temperatura ambiente antes de su mezcla y agregarlos en el orden dado. Si se produce turbiedad al agregar los reactivos, se deja la mezcla en reposo durante algunos minutos hasta que desaparezca. El reactivo es estable durante 4 h.

8.4.7 Solución concentrada de fosfato (véase punto 6.4.5).

8.4.8 Solución patrón de fosfatos (1,00 mL = 2,5 µg P). Se diluyen 50 mL de la solución concentrada de fosfato (véase punto 6.4.5 a 1000 mL con agua destilada.

8.5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS. (véase punto 5).

8.6 PROCEDIMIENTO.

8.6.1 Calibración.

8.6.1.1 A una serie de matraces Erlenmeyer de 125 mL de capacidad, se transfieren 0; 1; 2; 4; 7 y 10 mL de solución patrón de fosfatos y se diluyen a 50 mL con agua destilada para preparar patrones con concentraciones en el intervalo 0 mg/P/L a 0,5 mg/P/L.

8.6.1.2 Se procede según lo indicado en 8.6.2.

8.6.1.3 Se prepara una curva de calibración llevando a un gráfico la absorbancia de los patrones vs. el contenido de fósforo en los mismos. Como se mencionó anteriormente se debe preparar una curva de calibración para cada forma de fósforo determinada.

8.6.2 Técnicas de ensayo.

8.6.2.1 Se transfieren con pipeta 50 mL de muestra a un tubo de ensayo limpio y seco o a un Erlenmeyer de 125 mL de capacidad; se agregan 0,05 mL (1 gota) de indicador fenoltaleína. Si la muestra se torna rosada se agrega gota a gota, solución de ácido sulfúrico 5N justo hasta eliminar el color.

8.6.2.2 Se agregan, mezclando vigorosamente después de la adición 8,0 mL de reactivo combinado.

NOTA 4. El color de las aguas naturales generalmente no interfieren a la longitud de onda utilizada. Para aguas altamente coloreadas o turbias se prepara un blanco con la misma muestra agregando todos los reactivos excepto el ácido ascórbico y tartrato de antimonil y potasio. El valor de la absorbancia medida con este blanco se resta a la absorbancia medida en la muestra.

8.6.2.3 Después de 10 min pero no más de 30 min, se mide la absorbancia de la solución a una longitud de onda de 880 nm, utilizando el patrón de 0 mg P/L tratado para calibrar el espectrofotómetro.

8.7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS.

La concentración de fósforo reactivo, expresada en mg -P/L, se calcula de la siguiente manera:

$$\text{mg - P/L de fósforo reactivo (ortofosfatos)} = A \times 1000/B$$

donde:

A = Contenido de fósforo en aproximadamente 58 mL de volumen final de la muestra, mg.

B = Volumen de muestra, mL.

8.8 INFORME. (véase punto 6.7)

8.9 PRECISION. (véase punto 6.8)

8.10 TIEMPO DE ANALISIS. (véase punto 6.9)

9 METODO D. COLORIMETRICO CON MOLIBDATO DE AMONIO

9.1 RESUMEN.

El ortofosfato reacciona, en medio ácido, con el molibdato de amonio para formar molibdofosfato, el cual se reduce con ácido 1 amino 2 naftol 4sulfónico para formar un complejo azul de molibdeno. La intensidad del color es proporcional a la concentración de ortofosfatos presente en la muestra.

9.2 INTERFERENCIAS.

9.2.1 Los iones hierro férrico, cromato y cloruros presentes en concentraciones hasta de 40 mg/L, 75 mg/L y 50000 mg/L respectivamente, no interfieren. Si la concentración de cromato es mayor a 75 mg/L la solución de referencia para la medición fotométrica no debe ser agua destilada, la muestra se debe tratar con todos los reactivos excepto la solución de molibdato y esta será la referencia utilizada. Si se aplica el método modificado con bismuto, la concentración de cloruros no debe exceder a 1500 mg/L.

9.2.2 Las interferencias debidas a la presencia de nitritos, se puede superar agregando 0,1 g de ácido sulfámico a la muestra antes de agregar el molibdato.

9.2.3 Un contenido de sílice 20 veces mayor a la concentración de fósforo presente en la muestra producirá un error inferior al 2%.

9.2.4 En presencia de sulfuros en concentraciones mayores a varios miligramos por litro, se forma un color azul después de agregar el molibdato; esta interferencia se puede superar agregando suficiente solución saturada de permanganato de potasio antes de agregar el molibdato.

9.2.5 Cuando el contenido de calcio en la muestra es mayor a 2000 mg/L, se impide la formación de sulfato de calcio agregando 7 mL de ácido clorhídrico en lugar de ácido sulfúrico.

9.2.6 La rapidez del desarrollo del color azul depende de la temperatura. La temperatura de la muestra y de los reactivos debe estar entre 21°C y 35°C.

9.3 EQUIPOS.

9.3.1 Equipo colorimétrico, se requiere un espectrofotómetro o un fotómetro de filtro con capacidad para realizar mediciones a una longitud de onda de 650 nm y provisto de celdas con paso de luz de 20 mm o más.

9.3.2 Material de vidrio, lavado con ácido (véase punto 6.3.2).

9.3.3 Equipo de filtración y papel de filtro, con tamaño de poro 0,45 μm .

9.4 REACTIVOS.

9.4.1 Solución amino. En 100 mL de agua destilada se disuelven los siguientes reactivos en el orden dado: 3,7 g de sulfito de sodio, 0,100 g de ácido 1-amino-2 naftol-4 sulfónico y 6,2 g de metabisulfito de sodio. La solución se almacena en botellas de color ámbar; debe prepararse cada dos semanas.

9.4.2 Solución de molibdato de amonio. Se disuelven 48 g de molibdato de amonio ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en aproximadamente 800 mL de agua destilada. Se agregan 2,5 mL de hidróxido de amonio (NH_4OH , d.r. 0,90) y se diluye a 1 L con agua destilada.

9.4.3 Persulfato de amonio, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$. Cristales grado analítico. Puede ser reemplazado por persulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$).

9.4.4 Acido sulfúrico, (H_2SO_4), (37 + 63). Lentamente se agregan 370 mL de H_2SO_4 concentrado (d.r. 1,84) a aproximadamente 600 mL de agua destilada. Se enfría y se diluye a 1 L.

9.4.5 Acido sulfúrico con adición de bismuto. Se añaden 1,200 g de nitrato de bismuto ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en 250 mL de ácido sulfúrico (37 + 63) mientras está tibio.

9.4.6 Solución concentrada de fosfato (véase 6.4.5).

9.4.7 Solución patrón de fosfatos, (1,00 mL = 2,5 μg P). Se diluyen 50 mL de la solución concentrada de fosfato (véase punto 6.4.5) a 1000 mL con agua destilada.

9.5 PREPARACION Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS. (véase punto 5).

9.6 PROCEDIMIENTO

9.6.1 Calibración.

9.6.1.1 A una serie de matraces aforados de 100 mL, se agregan alicuotas de la solución patrón de fosfatos y se diluye con agua destilada hasta la marca para preparar patrones en el intervalo 0.1 mg P/L a 3,0 mg P/L.

9.6.1.2 Se procede según lo indicado en 7.6.2.

9.6.1.3 Se prepara una curva de calibración llevando a un gráfico la absorbancia de los patrones vs. el contenido de fósforo en los mismos. Como se mencionó anteriormente se debe preparar una curva de calibración para cada forma de fósforo determinada.

9.6.2 Técnica de ensayo.

9.6.2.1 Se transfieren 100 mL de muestra que no contenga más de 3 mg P/L, a un Erlenmeyer de 250 mL de capacidad.

9.6.2.2 Se agregan, mezclando vigorosamente después de la adición y en el orden dado, los siguientes reactivos: 5 mL de H₂SO₄ (37 + 63), 5 mL de solución de molibdato de amonio y 5 mL de solución amino.

9.6.2.3 Después de 9 min, no más de 11 min, se mide la absorbancia de la solución a una longitud de onda de 650 nm, utilizando el patrón de 0 mg P/L tratado para calibrar el espectrofotómetro. Cuando la concentración de cromato es mayor a 75 mg/L se utiliza como solución de referencia la indicada en el punto 9.2.1.

9.7 EXPRESION DE RESULTADOS.

La concentración de fósforo reactivo, expresada en mg P/L, se calcula de la siguiente manera:

$$\text{mg-P/L de fósforo reactivo (ortofosfatos)} = A \times 1000/B$$

donde:

A = Contenido de fósforo en el volumen final de muestra, mg.

B = Volumen de muestra, mL.

9.8 INFORME. (véase punto 7.8).

9.9 PRECISION. (véase punto 7.9).

9.10 TIEMPO DE ANALISIS. (véase punto 7.10).

10 METODO E. AUTOMATIZADO POR REDUCCION CON ACIDO ASCORBICO

10.1 RESUMEN.

El tartrato de antimonio y potasio y el molibdato de amonio reaccionan, en medio ácido, con los ortofosfatos, para formar un complejo de antimonio- fosfomolibdato, el cual por reducción con ácido ascórbico produce un color azul intenso proporcional a la cantidad de ortofosfato presente.

El método es aplicable para la determinación de ortofosfatos en aguas potables, superficiales y salinas, así como en aguas industriales y aun cuando está diseñado para la determinación de ortofosfatos únicamente, se podrán determinar otras formas de fósforo si se adapta alguno de los métodos para la separación de las diferentes formas establecidas en la presente norma.

10.2 INTERFERENCIAS.

10.2.1 Interfieren concentraciones de hierro (Fe^{+3}) superiores a 50 mg/L, cobre (Cu^{+2}) superiores a 10 mg/L y sílice (SiO_2) superiores a 10 mg/L. Concentraciones mayores de SiO_2 producen interferencias positivas, obteniéndose incrementos a 0,005 mg P/L, 0,015 mg P/L y 0,025 mg P/L, cuando el contenido de sílice es 20 mg SiO_2 /L, 50 mg SiO_2 /L y 100 mg SiO_2 /L, respectivamente.

10.2.2 Concentraciones de sal mayores al 20% (p/v) producen un error menor al 1%. La presencia de arsenato (AsO_4^{-3}) produce interferencia positiva.

10.2.3 La presencia de NO^{-2} y S^{-2} produce interferencias. Su remoción es posible agregando un exceso de agua de bromuro o solución saturada de permanganato de potasio (KMnO_4).

10.2.4 Si la muestra presenta turbiedad, ésta debe ser removida por filtración antes del análisis.

10.2.5 Cualquier tonalidad de color que absorba luz en el rango de longitud de onda en la cual se realiza la medida fotométrica (650 nm a 660 nm u 880 nm) también interfiere.

10.2.6 Adicionalmente, véase punto 7.2.

10.3 EQUIPO.

10.3.1 Equipo analítico automatizado. Se requiere de un instrumento de flujo continuo formado por: una celda de flujo de 15 mm ó 50 mm y un filtro con máxima transmitancia a una longitud de onda en el rango de 650 a 660 nm u 880 nm.

10.3.2 Plancha de calentamiento o autoclave.

10.3.3 Material de vidrio, lavado con ácido (véase punto 6.3.2).

10.4 REACTIVOS.

10.4.1 Solución de tartrato de antimonio y potasio. Se disuelven 0,3 g de $K(SbO)C_2H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ en aproximadamente 50 mL de agua destilada y se diluye a 100 mL. Se almacena en una botella ámbar de vidrio con tapa a 4°C.

10.4.2 Solución de molibdato de amonio. Se disuelven 4 g de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ en 100 mL de agua destilada. Se almacena en botella plástica a 4°C.

10.4.3 Solución de ácido ascórbico. (véase punto 8.4.5).

10.4.4 Reactivo combinado. (véase punto 8.4.6).

10.4.5 Solución diluída de ácido sulfúrico. Se agregan lentamente 140 mL de H_2SO_4 concentrado (d.r. 1,84) a 600 mL de agua destilada. Cuando se enfríe se diluye a 1L.

10.4.6 Persulfato de amonio. $(NH_4)_2S_2O_8$, cristales.

10.4.7 Solución indicadora de fonolfaleína.

10.4.8 Solución concentrada de fosfato (1.00 mL = 100 µg P). Disolver 439,3 mg de KH_2PO_4 , secado previamente por 1 h a 105°C, en agua destilada y diluir a 1000 mL.

10.4.9 Solución diluída de fosfato (1.00 mL = 10.0 µg P). Se diluyen 100 mL de solución concentrada de fosfatos a 1000 mL con agua destilada.

10.4.10 Solución patrón de fosfato. Se prepara una serie de patrones en el intervalo de apreciación del método y, considerando de ser posible, el valor esperado de la muestra, mediante dilución de volúmenes adecuados de la solución intermedia en agua destilada.

10.5 PROCEDIMIENTO.

10.5.1 Se instala el equipo automatizado, siguiendo las instrucciones del fabricante.

10.5.2 Se agrega 0,05 mL (1 gota) de indicador fenolftaleína a aproximadamente 50 mL de muestra; si aparece una coloración rosada, se agregan gotas de H₂SO₄ hasta eliminar la coloración.

10.5.3 Se sigue el procedimiento indicado por el fabricante para realizar la determinación colorimétrica. Antes de realizar la determinación en la muestra, se opera el equipo con las soluciones patrones preparadas en 10.4.10.

10.6 EXPRESION DE RESULTADOS.

La concentración de fósforo reactivo expresada en mg -P/L se obtiene directamente del registrador del equipo utilizado.

10.7 INFORME. (véase punto 6.7).

10.8 PRECISION.

En un laboratorio se analizaron seis muestras por septuplicado. La concentración promedio de PO₄⁻³ fue de 0,340 mg/L, con una desviación promedio de 0,015 mg/L y el coeficiente de variación fue 6,2%.

10.9 TIEMPO DE ANALISIS.

No se dispone de información.

BIBLIOGRAFIA

SM-4500-P Phosphorus. Standart Test Method for Water and Wastewater. 17th. ed. APIHA, AWWA, WPEF, 1989.

TABLA 1

LONGITUDES DE ONDA PARA LOS DIFERENTES INTERVALOS
DE CONCENTRACION

INTERVALO (mg - P/L)	LONGITUD DE ONDA (nm)
1 - 5,0	400
2,0 - 10	420
4,0 - 18	470

2014

TABLA 2

DATOS DE PRECISION Y DESVIACION

METODO	CONCENTRACION EN FOSFORO			No. DE LABORATORIO	DESVIACION ESTANDAR RELATIVA, %	ERROR RELATIVO,
	ORTOFOSFATO g/L	POLIFOSFATO g/L	TOTAL g/L			
Acido vanadomolibdofosfórico	100			45	75,2	21,6
	600			43	19,6	10,8
	7000			44	8,6	5,4
Cloruro estañoso	100			45	25,5	28,7
	600			44	14,2	8,0
	7000			45	7,6	4,3
Acido ascórbico	100			3	9,1	10,0
	600			3	4,0	4,4
	7000			3	5,2	4,9
Hidrólisis ácida + vanadomolibdofosfórico		80		37	106,8	7,4
		300		38	66,5	14,0
		3000		37	36,1	23,5
Hidrólisis ácida + cloruro estañoso		80		39	60,1	12,5
		300		36	47,6	21,7
		3000		38	37,4	22,8
Persulfato + vanadomolibdofosfórico			210	32	55,8	1,6
			990	32	23,9	2,3
			10230	31	6,5	0,3
Acidos sulfúrico y nítrico + vanadomolibdofosfórico			210	23	65,6	20,9
			990	22	47,3	0,6
			10230	20	11,7	0,4
Acido perclórico + vanadomolibdofosfórico			210	4	33,5	45,2
			990	5	14,9	2,6
			10230	6	11,5	2,2
Persulfato + cloruro estañoso			210	29	28,1	9,2
			990	30	14,9	12,3
			10230	29	11,5	4,3
Acido sulfúrico y nítrico cloruro estañoso			210	20	20,8	1,2
			990	17	8,8	3,2
			10230	19	7,5	0,4

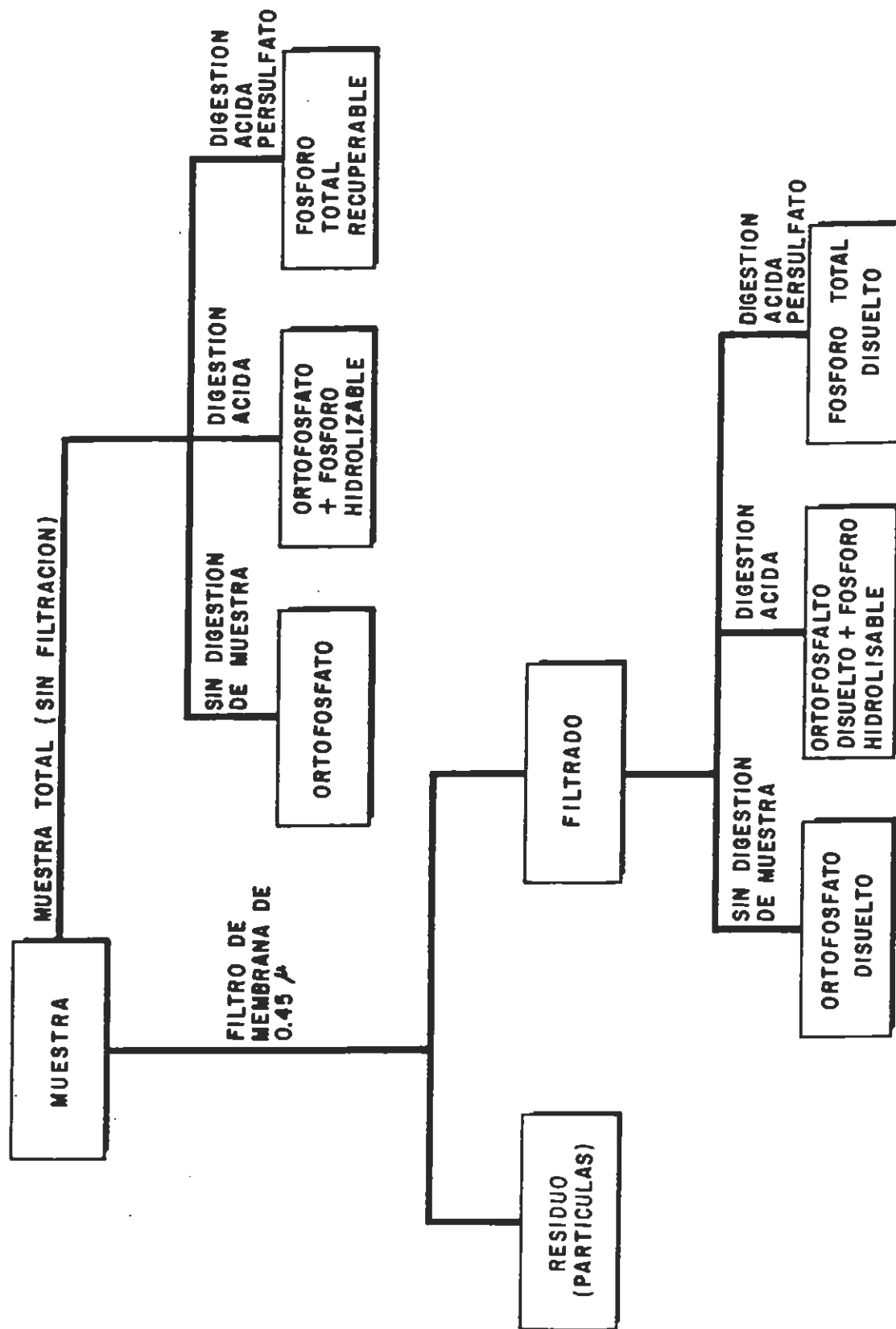


Fig. 1 ESQUEMA ANALITICO PARA LA DIFERENCIACION DE FORMAS DE FOSFORO.

COVENIN
3051 - 93

CATEGORÍA
E

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común piso 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



ISBN: 980-06-1217-3

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

CDU: 628.032.663.6:628.31:543.3

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptores: Agua natural, agua industrial, agua residual, fósforo, ensayo, método colorimétrico.