

## FOSFORO EN SUELO

Las técnicas son:

- **BRAY I**
- **RESINAS**
- **ACIDO CITRICO MODIFICADO (0,5%)**

### BRAY I

BRAY, R.H.; KURTZ, L.T. 1945. Determination of total, organic and available forms of phosphorus in soils. Soil Science, Baltimore, 59: 39-45 (con modificaciones)

MURPHY, J.; RILEY, J.P. 1962. A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. Anal. Chem. Acta, Washington, 27: 31-36

### Solución extractiva (FNH<sub>4</sub>):

HCl 0.025N + FNH<sub>4</sub> 0.03N. Se prepara: 1.11 gr FNH<sub>4</sub> + 4.16 mL HCl 6N y llevar a 1 lt

#### HCl:



Corrosivo  
Corrosive  
Corrosif C

R: 34-37  
S: 26-36/37/39-45  
E: 12

#### FNH<sub>4</sub>:



Tóxico  
Toxic  
Toxique T

R: 23/24/25  
S: 26-45  
E: 23

### Procedimiento

1. Pesar 3,56 gr de suelo seco, molido y tamizado a 1 mm en frasco de agitado.
2. Agregar 25 mL de solución extractiva (FNH<sub>4</sub>) y agitar 5 minutos.
3. Filtrar con papel Watman N°2
4. Agregar 8 mL de reactivo de colorimetría en matraz de 50 mL.
5. Tomar alícuota de 5 mL y agregar al matraz de 50 mL (el blanco es 5 mL de FNH<sub>4</sub> en lugar de alícuota).
6. Llevar a volumen.
7. Desarrollar el color y leer a los 45 minutos en espectrofotómetro. Leer en 882 nm.

**Preparación de la escala:**

**SOLUCION PATRON DE 100 µg de P/mL de solución:**

Desecar a 40°C fosfato monopotásico (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) y luego de enfriado en desecador, pesar 0.4394 gr y disolver hasta 400 mL en matraz de 1000 mL. Adicionar 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado ppa y entasar.

**KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>:**



R: 36/38  
E: 14

Irritante  
Irritant  
Irritant **Xi**

**SOLUCION PATRON DE 5 µg de P/mL de solución:**

Se toman 10 mL de la sol. de 100 ppm y se lleva a 200 mL

Las alícuotas se toman de la solución de 5 ppm P

Se lleva a V con agua.

Punto	Alícuota (mL)	P ppm	Vol.Final (mL)	Vol. NH <sub>4</sub> F (mL)	R.Colorimetría (mL)
B	0	0,0	50	5	8
1	1	0,1	50	5	8
2	2	0,2	50	5	8
3	4	0,4	50	5	8
4	6	0,6	50	5	8
5	8	0,8	50	5	8
6	10	1,0	50	5	8
7	12,5	1,25	50	5	8

### **ACIDO CITRICO (0,5%)**

#### **Solución extractiva:**

Acido cítrico al **0,5%**. Se disuelven 5 gr de ácido en 1 lt de H<sub>2</sub>O a más de 20°C. (La solución extractiva se hace justo pues no se puede guardar)

#### **Ácido cítrico:**



S: 22-24/25

#### **Procedimiento**

- 1) Pesar 5 gr de suelo seco, molido y tamizado a 1 mm en frasco de agitado.
- 2) Agregar 50 mL de solución extractiva con probeta de 50 mL y agitar 30 minutos.
- 4) Filtrar con papel Watman N°2
- 5) Agregar 8 mL de reactivo de colorimetría a matraces de 50 mL (solución preparada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2.5N)
- 6) Tomar alícuota de 5 mL y agregarlos al matraz de 50 mL. (el blanco es 5 mL de ácido cítrico 0,5% en lugar de alícuota).
- 7) Llevar a volumen.
- 7) Desarrollar el color y leer a los 45 minutos en espectrofotómetro. Leer en 882 nm.

**Preparación de la escala:**

**SOLUCION PATRON DE 100 µg de P/mL de solución:**

Desecar a 40°C fosfato monopotásico (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) y luego de enfriado en desecador, pesar 0.4394 gr y disolver hasta 400 mL en matraz de 1000 mL. Adicionar 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado ppa y enrasar.

**SOLUCION PATRON DE 5 µg de P/mL de solución:**

Se toman 10 mL de la sol. de 100 ppm y se lleva a 200 mL.  
Las alícuotas se toman de la solución de 5 ppm P. Se lleva a V con agua.

Punto	Alícuota (mL)	P ppm	Vol.Final (mL)	Sol.Ac.Cítrico (mL)	R.Colorimetría (mL)
B	0	0	50	5	8
2	2	0.2	50	5	8
4	4	0.4	50	5	8
6	6	0.6	50	5	8
8	8	0.8	50	5	8
10	10	1.0	50	5	8

**Cuando se cambia algún reactivo (frasco nuevo) se debe hacer escala nueva.**

## RESINAS

### Resinas de intercambio catiónico (Zamuz y Castro 1974)

- 1) Pesar 5 gr de suelo seco, molido y tamizado a 1 mm en frasco de agitado.
- 2) Se agrega la medida de resina. (\*\*\*\*)
- 3) Agregar 50 mL de H<sub>2</sub>O con probeta y agitar 3 horas.
- 5) Destapar los frascos de agitado y dejar que decante para el otro día.
- 6) Al otro día agrego 10 gotas de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N con bureta y se espera que decante bien.
- 7) Agregar 8 mL de reactivo de colorimetría a matraces aforados de 50 mL. (El reactivo es el mismo que para Bray I)
- 8) Tomar alícuota de 5 mL y agregarlo al matraz de 50 mL. Llevar a volúmen
- 9) Desarrollar el color y leer a los 45 minutos en espectrofotómetro. Leer en 882 nm.

Para acelerar el análisis se puede centrifugar las muestras. Para ello NO se debe agregar el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N y se coloca en la centrifuga balanceando el peso de los tubos, durante 10 minutos a 3000 rpm

### Preparación de la escala

#### **SOLUCION PATRON DE 100 µg de P/mL de solución:**

Desecar a 40°C fosfato monopotásico (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) y luego de enfriado en desecador, pesar 0,4394 gr y disolver hasta 400 mL en matraz de 1000 mL. Adicionar 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado ppa y enrasar.

#### **SOLUCION PATRON DE 5 µg de P/mL de solución:**

Se toman 10 mL de la sol. de 100 ppm y se lleva a 200 mL.  
Las alícuotas se toman de la solución de 5 ppm P. Se lleva a V con agua.

Punto	Alícuota (mL)	P ppm	Vol.Final (mL)	R.Colorimetría (mL)
B	0	0	50	8
1	2	0.2	50	8
2	4	0.4	50	8
3	6	0.6	50	8
4	8	0.8	50	8
5	10	1.0	50	8

\*\*\*\* RESINAS CATIONICAS HCR W2 I88880

## Desarrollo de color para lectura a 882 nm

### Reactivos de colorimetría

- 1 - Acido sulfúrico 5N - Diluír 140 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado, ppa a 1000 mL con H<sub>2</sub>O. El H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2.5N se hace a partir de la solución 5N

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:



Corrosivo  
Corrosive  
Corrosif C

R: 35  
S: 26-30-45  
E: 12

- 2 - Molibdato de Amonio (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O - Disolver 40 gr de molibdato ppa en H<sub>2</sub>O hasta 1000 mL. Almacenar en botella Pyrex. Calentar el H<sub>2</sub>O para que se disuelva el Molibdato **y tiene que hacerse transparente.**

(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub> .4 H<sub>2</sub>O:



Corrosivo  
Corrosive  
Corrosif C

R: 20/22  
S: 22

- 3- Antimonyl tartrato de potasio(1 mg Sb/mL) - Disolver 0.2743 gr de reactivo y colocarlo disuelto en el matraz de 2000 mL como se indica más adelante.

**Antimonyl tartrato de potasio:**

**K (SbO) C<sub>4</sub> H<sub>4</sub> O<sub>6</sub>. 0.5 H<sub>2</sub>O:**



Nocivo  
Harmful  
Nocif Xn

R: 20/22  
S: 22

- 4- Acido ascórbico 0.1M L(+)C6H8O6 - Se pesa la cantidad necesaria según la cantidad de muestras a analizar.

Para preparar el reactivo de colorimetría se procede según el n° de muestras:

N° de Muestras	V.Mezcla (mL)	Masa Ac. Ascórbico (g)
10	100	0.528
22	200	1.056
35	300	1.584
47	400	2.112
60	500	2.640
72	600	3.168
85	700	3.696
97	800	4.224
110	900	4.752
122	1000	5.280

### Ácido Ascórbico:



### MEZCLA DE REACTIVOS:

Para hacer 2000 mL de esta mezcla se procede de la siguiente manera:

En un matraz de 2000 mL se coloca:

- 1000 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5N (Bray y Resinas) o 2.5 N (Ac.Cítrico)
- 300 mL de solución de Molibdato de Amonio.
- 0.2743 g de Antimonyl Tartrato de Potasio
- Se lleva a volumen con agua

Al agregar el ácido ascórbico no se puede almacenar la solución, por tal motivo es necesario preparar la cantidad que se vaya a utilizar en el día. Agregar la cantidad de ácido ascórbico acorde.