

DETERMINACIÓN DEL FÓSFORO POR ESPECTROFOTOMETRÍA

OBJETO Y FUNDAMENTOS

Los compuestos fosforados forman un compuesto ortofosforado de color amarillo característico que absorbe la luz a 430 nm, al reaccionar con el reactivo nitromolibdovanadato amónico.

MATERIAL

Balanza analítica.

Baño de arena.

Quemador Bunsen.

Espectrofotómetro

Frasco lavador.

Horno de mufla.

Crisol de incineración de porcelana.

Matraz aforado de 500 ml.

Pipetas aforadas de 10 ml (2).

Triángulo cerámico.

Tubos de ensayo de 30 ml, boca esmerilada, con tapón (2).

Para la curva de calibrado:

(Además de parte del material anterior)

Estufa de desecación.

Matraz aforado de 1 litro.

Matraces aforados de 100 ml (4)

Pipeta aforada de 1 ml.

Pipeta aforada de 2 ml

Tubos de ensayo de 30 ml, boca esmerilada, con tapón (5).

REACTIVOS

Ácido clorhídrico concentrado pa.

Ácido nítrico concentrado aprox. del 70 %.

Carbonato de calcio pa.

Fosfato monopotásico, pa (para la curva de calibrado).

Reactivo de nitromolibdovanadato, partiendo de la disolución preparada de molibdato amónico y la de metavanadato amónico, según el método descrito a continuación:

Disolución de molibdato amónico: Disolver en agua caliente 100 gramos de molibdato amónico tetrahidratado, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$; añadir 10 ml de amoníaco concentrado, transferir a matraz aforado de 1 litro, enfriar, enrasar y homogeneizar.

Disolución de metavanadato amónico: Disolver 2'35 gramos de metavanadato amónico, NH_4VO_3 , en un vaso de 500 ml con 400 ml de agua destilada caliente y añadir lentamente una mezcla previamente preparada de 7 ml de ácido nítrico concentrado con 13 ml de agua.

Transferir a matraz aforado de 1000 ml, enfriar, enrasar con agua destilada y homogeneizar.

Preparación del reactivo de nitromolibdovanadato: En matraz aforado de 1 litro, mezclar 200 ml de disolución de molibdato amónico con 200 ml de disolución de metavanadato amónico; añadir 134 ml de ácido nítrico concentrado y completar con agua destilada hasta el enrase.

METODOLOGÍA

- 1.- Preparar una curva de calibrado según el procedimiento indicado al final de este apartado.
- 2.- Pesar una cantidad de muestra que contenga entre 2'5 y 10 miligramos de fósforo en un crisol de cenizas.
- 3.- Mezclar con una cantidad aproximada de 1 gramo de carbonato de calcio y hacer cenizas a 550°C.
- 4.- Pasar las cenizas a un vaso de 100 ml con 10 ml de agua, lavando el crisol con ácido clorhídrico concentrado, hasta que no haga efervescencia y añadir 10 ml más de ácido (en vitrina extractora)
- 5.- Evaporar hasta sequedad, mediante calefacción a ebullición suave (en vitrina extractora!).
- 6.- Enfriar y disolver el residuo con 10 ml de ácido nítrico aproximadamente del 10 %, preparado con 1 parte de nítrico concentrado y 5 ó 6 de agua; calentar unos 5 minutos, llevando a ebullición, perosin llegar a sequedad (vitrina extractora!).
- 7.- Añadir agua destilada y filtrar sobre matraz aforado de 250 ml, lavando el residuo con agua destilada; enrasar y homogeneizar.
- 8.- Transferir 10 ml de la disolución anterior a un tubo de ensayo de 30 ml con boca esmerilada y añadir 10 ml del reactivo de nitromolibdovanadato. Mezclar y dejar reposar 10 minutos. Proceder análogamente con un blanco formado por 10 ml de agua destilada y 10 ml del reactivo.
- 9.- Leer la absorbancia a 430 nm, calibrando el 100 % de transmitancia (absorbancia 0), con el blanco. Determinar la concentración correspondiente con la curva de calibrado.

Preparación de la curva de calibrado

- 1.- Pesar 4'394 gramos de fosfato monopotásico patrón, previamente desecado, disolver en matraz aforado de 1 litro con agua destilada, enrasar y homogeneizar. Esta disolución madre contiene 1 miligramo de fósforo por litro (si no se ha pesado la cantidad indicada, hacer la corrección adecuada en los cálculos).
- 2.- Preparar disoluciones de calibrado pasando porciones de 1, 2, 3 i 4 ml a matraces aforados de 100 ml, enrasar con agua destilada y homogeneizar. Las disoluciones así preparadas corresponden a concentraciones de 10, 20, 30 y 40 miligramos/litro.
- 3.- Pasar 10 ml de cada una de las disoluciones de calibrado a tubos de ensayo de 30 ml con boca esmerilada, junto con 10 ml de reactivo de nitromolibdovanadato; tapar y mezclar. Proceder igualmente con un blanco formado con 10 ml de agua destilada y esperar 10 minutos para el desarrollo del color.
- 4.- Leer la absorbancia a 430 nm frente al blanco a absorbancia cero.
- 5.- Construir la curva de calibrado, representando en abscisas las concentraciones y en ordenadas las absorbancias

CÁLCULOS

El resultado se expresa en % de fósforo:

$$P(\%) = \frac{2'5 \cdot C}{m}$$

siendo **P(%)** el contenido de fósforo en tanto por ciento, **C** la concentración correspondiente según la curva de calibrado y **m** el peso de la muestra en gramos.

OBSERVACIONES

Las cantidades a pesar de cada tipo de muestra son:

muestra	cantidad (gramos)	observaciones
almendras (peladas)	1'500	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
harina de avena	1'800	Homogeneizar
cacahuetes (pelados)	1'800	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
cebada	1'700	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
magro de cerdo	6'400	Cortar en pequeñas tiras antes de pesar y secar parcialmente en estufa antes de hacer cenizas.
guisantes frescos	5'500	Antes de pesar, debe aplastarse la muestra en un mortero y después de pesar, secar parcialmente en estufa antes de hacer cenizas.
guisantes secos	1'800	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
huevos (sin cáscara)	3'900	Batir con un tenedor antes de pesar.
judías secas	1'500	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
habas secas	2'000	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
habas tiernas (sin vaina)	5'300	Antes de pesar, debe aplastarse la muestra en un mortero y después de pesar, secar parcialmente en estufa antes de hacer cenizas.
lentejas secas	1'600	Molturar con molinillo hasta reducir a harina
ostras (parte comestible)	4'500	Cortar en pequeñas tiras antes de pesar y secar parcialmente en estufa antes de hacer cenizas.
queso	1'000	Rayar antes de pesar
ternera (magro)	3'200	Cortar en pequeñas tiras antes de pesar y secar parcialmente en estufa antes de hacer cenizas.

Cuestionario 11.1.- Fósforo total (espectrofotometría)

- 1.- ¿Porqué se le añade carbonato de calcio a la muestra en el momento de hacer cenizas?
- 2.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico
- 3.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos
- 4.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".