

DETERMINACIÓN DE BORO TOTAL EN FERTILIZANTES POR ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN ATÓMICA DE FLAMA

Eddy Rey Sánchez G., Flor M. Cabrera A., Neptali Ale B.

Departamento Académico de Química Analítica, Facultad de Química e Ingeniería Química
Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Resumen: Se desarrolló un método analítico alternativo al método espectrofotométrico en la AOAC 982.01 para la determinación de Boro total en fertilizantes orgánicos líquidos por espectrometría de emisión atómica utilizando una llama de óxido nitroso-acetileno a una longitud de onda de 249,7 nm. El método puede aplicarse para concentraciones de Boro de 0,1 a 2,0 % w/w. Los resultados mostraron una desviación del 1% con el método oficial.

Palabras claves: Boro, Fertilizantes, Espectrometría de emisión atómica de flama.

Abstracts: An alternative analytical method to the spectrophotometric method AOAC 982.01 has been developed to determine total boron in organic liquid fertilizers using emission spectrometry with nitrous oxide-acetylene flame in a wavelength of 249,7 nm. The method could apply to boron concentrations of 1,0 - 2,0 % w/w. The results showed 1% deviation to the official method.

Key words: Boron, Fertilizers, Flame Emission Atomic Spectrometry.

INTRODUCCIÓN

El boro (B), uno de los micronutrientes esenciales de las plantas, es de gran importancia en la agricultura por sus propiedades regulatorias del crecimiento, especialmente de las hojas¹. Cuando el B se asocia con formulaciones orgánicas se obtiene un producto de alta disponibilidad de B para las plantas. El fertilizante analizado es un líquido, cuya formulación contiene melaza, con mayor concentración de sacarosa, que permite coordinar al boro² evitando que precipite dentro de un rango de pH.

Está documentado el análisis de boro por emisión atómica de bandas de óxidos moleculares en las líneas 492, 518 y 546 nm, utilizando una llama de oxígeno-acetileno con bajas sensibilidades debido a la baja disociación de óxidos refractarios y el efecto exaltador o depresor de cationes y aniones³. Cuando se tienen bajas concentraciones de boro en la muestra se prefieren métodos de

emisión atómica, especialmente plasma, que trabaja a altísimas temperaturas⁴. El análisis de boro soluble en fertilizantes se realiza por el método de titulación con hidróxido de sodio que requiere la eliminación de las interferencias como sulfatos, fosfatos, dióxido de carbono⁵. El método espectrofotométrico establecido en el AOAC 982.01 describe el análisis seguido para boro soluble en ácido y agua utilizando soluciones de trabajo desde 0 a 45 ppm y el reactivo de coloración Azometina-H⁶.

La linealidad de la curva de calibración llega hasta los 300 ppm de boro³, a mayores concentraciones se describe una curva cuadrática que lo calcula el software del equipo o se desarrolla por técnicas quimiométricas⁷. El presente método utiliza la espectrometría de emisión por llama con gas acetileno-óxido nitroso a una línea de resonancia de 249,7 nm, calibrado con estándares de altas concentraciones de boro.

PARTE EXPERIMENTAL

Instrumentos y Equipos: Espectrofotómetro de Absorción Atómica marca Shimadzu AA 6800 con mechero de Titanio de 5 cm de longitud, en modo emisión. Estufa (0 - 250°C) y mufla (0 - 1000 °C).

Condiciones operacionales:

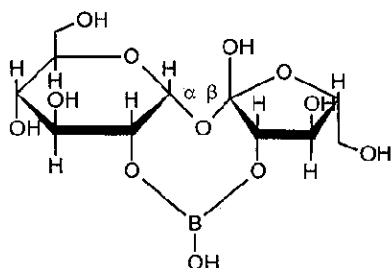
Longitud de onda 249,7 nm
 Altura de flama 10 mm
 Slit..... 0,2 nm
 Flujo N20:Acetileno..... 3,0; 7,7 L/min

Reactivos:

- Ácido nítrico concentrado.
- Solución de Hidróxido de Sodio 1N.
- Solución Estándar de Boro de 10 000 ppm. Pesar 57,3116 g de ácido bórico (al 99,8 %), disolver y aforar a 1 litro.
- Soluciones Estándares de 200, 600, 1000, 2000, 3000, 4000 ppm de boro. Se toman alícuotas de la solución estándar de 10 000 ppm de boro: 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0 y 20,0 mL en fioles de 50,0 mL y se enrasa hasta la marca con agua desionizada.

Procedimiento:

Pesar en un crisol de porcelana una cantidad de muestra de tal forma que en la solución



Reacción 1. Tratamiento de la muestra

final se obtenga 1000 y 2000 ppm de boro. Se pesa 5 y 10 g de muestra con $\pm 0,1$ mg de precisión. A la muestra líquida se le añade una gota de fenolftaleína y se neutraliza con hidróxido de sodio. Se seca a 100°C y luego se calcina a 550 °C por 2 h. Se deja enfriar en

un desecador. Si se observa todavía materia orgánica, agregar 0,5 mL de ácido nítrico concentrado y regresar a la mufla por 30 min. más hasta cenizas blancas. La muestra se vierte cuantitativamente en un vaso de precipitados con la ayuda de pequeños volúmenes de agua desionizada y una bragueta de policia, y se vierte a una fiola de 50 mL. Se realiza la curva de calibración a las condiciones establecidas y se leen las soluciones de las muestras.

Cálculos:

$$\%w/w B = ([C \times V] / W) * 100$$

donde:

C = lecturas en mg B / litro.

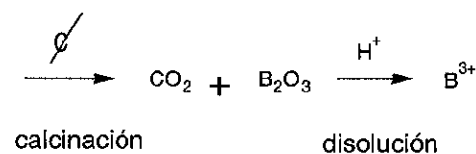
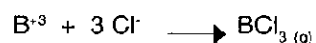
V = volumen final en litros.

W = peso de la muestra en mg.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La muestra se calcina previamente debido a la alta concentración de materia orgánica (ver reacción 1).

Es preferible neutralizar antes de la calcinación de la muestra para evitar la pérdida de analito en forma de cloruros volátiles:



Se emplea una fuente más energética de óxido nitroso-acetileno para disociar los productos refractarios que se forman, y una línea de resonancia de 249,7 nm alejada de las interferencias encontradas a longitudes de onda mayores. Se escoge un slit pequeño

(0,2 nm) y una flama neutra de cono rojo para disminuir las interferencias espectrales y químicas propias de la emisión de llama.

Se observa que a concentraciones mayores de 500 ppm de boro hay una pérdida de linealidad y la curva es cuadrática con un coeficiente de correlación de 0,9992 obtenido directamente del software (ver Fig. 1), a partir del cual se calcula el valor medido de la muestra.

Observando la Tabla N.º 1, se utilizaron pesos distintos para la misma muestra y no obtuvo una variación significativa en los resultados. De acuerdo a la Tabla N.º 2, el error del método es sólo del 1% al del método oficial.

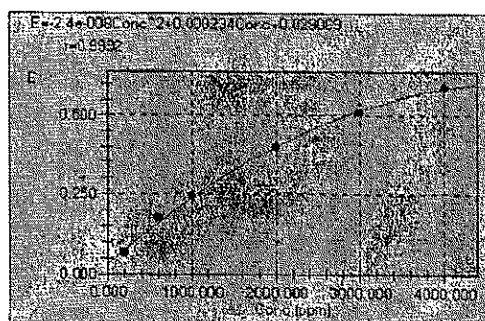


Figura N.º 1. Curva de Calibración de Boro. E (emisión atómica) vs ppm de boro, espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu AAS 6800, modo Emisión, 249,7 nm, soluciones estándares de boro en agua desionizada.

Tabla N.º 1. Resultados de los análisis

N.º Muestra	Peso (gr)	Vol. Final (mL)	Lectura (ppm B)	% Boro
M1	10,1481	50	1869,81	0,92
M2	5,0412	50	946,73	0,94
			Promedio	0,93

Tabla N.º 2. Comparación de los métodos

Método AAS %w/w	Método AOAC 982.01 %w/w	Especificaciones del producto %w/w
0,93	0,94	0,9-1,0

CONCLUSIÓN

El método de emisión atómica de flama utilizando gas acetileno-óxido nítrico a una longitud de onda de 249,7 nm libera la mayoría de interferencias químicas y espectrales para el análisis de Boro con concentraciones de 0,1% hasta 2,0% w/w. El resultado del análisis de boro total en fertilizante líquido fue similar al valor obtenido por el método espectrofotométrico. Este método puede aplicarse también para fertilizantes sólidos. La ventaja del método es su rapidez y fácil implementación en un laboratorio de ensayo.

BIBLIOGRAFÍA

- [1]. Primo-Yúfera, E. y Carrasco-Dorrien, J.M. *Química Agrícola*. Tomo I. 1.a Edición. Editorial Alhambra S.A. Madrid, 1980.
- [2]. Cotton, A. y Wilkinson, G. *Química Inorgánica Básica*. 1.ed., Editorial Limusa, S.A. México, 1995.
- [3]. Dean, J.A., Thompson, C. *Flame Photometric Study of Boron*. Anal. Chem., 27:1, pp.42 - 46, 1995.
- [4]. Skoog, D.A.; James Holler, J. & Nieman, T.A. «Espectroscopia atómica». En: *Principios de Análisis Instrumental*. Mc Graw Hill, 5.a ed., Madrid, 2001.
- [5]. AOAC, *Official Methods of Analysis Boron (Water-Soluble) in Fertilizers/ Titrimetric Method*, 949.03., 1990.
- [6]. AOAC, *Official Methods of Analysis Boron (Acid- and Water-Soluble) in Fertilizers / Spectrophotometric Method*. 982.01., 1990.
- [7]. Ramis Ramos, G.; García Álvarez-Coque, C., «Calibración y Regresión Lineal Simple». En: *Quimiometría*. 1.a ed., Editorial Síntesis, Madrid, 2001.