

A METODOS ENSAYADOS EN EL ANALISIS DE BARROS

II. FOSFORO TOTAL Y HIERRO TOTAL

por

Felipe Muñoz

El método de Burton y Riley (1956) parece muy conveniente para la determinación de fósforo total, pero para nosotros presenta dos inconvenientes. Uno es el carecer de espectrofotómetro y el otro que había que comprobar su utilidad prácticamente lo cual lleva tiempo y riesgo de que no resulte lo suficientemente bueno, mientras que aplicando el método de Harvey (1948) que ya está experimentado, con reactivos a punto y fotocolorímetro dispuesto, se facilitaban mucho las cosas. No obstante, el método de Burton y Riley (1956) se ha seguido en su primera parte la mineralización de la substancia orgánica mediante el tratamiento con ácido perclórico. Después, nosotros, partiendo del residuo de esta mineralización, hemos preparado una solución apta para que a ella pueda ser aplicada el método de Harvey (1948) para análisis de fósforo inorgánico disuelto. Describiremos brevemente estas modificaciones.

Después de la digestión del barro con ClO_4H y eliminación del ácido sobrante, se añaden 3 ml de ClH concentrado y se evapora de nuevo a sequedad (Hansen y Robinson, 1953), con lo que se elimina el arsénico en forma de cloruro volátil, al mismo tiempo que se ayuda a la solubilización de la sílice. Al residuo frío se añaden 2 ml de SO_4H_2 50% y se calienta a ligera ebullición 10 minutos, para lograr la total disolución de los fosfatos y la descomposición de los piro-fosfatos. Una vez frío, se filtra para separar los residuos silíceos. El filtrado y sus aguas de lavado se recogen en un matraz aforado de 250 ml llevándose a enrase con más agua destilada. De aquí se toman 5 ml que se trasladan a otro matraz aforado de 250 ml y se diluyen con agua de mar filtrada hasta casi llegar al enrase, después se añaden 6 ml de sol. NaOH 0'1 N y, finalmente, se completa con más agua de mar. En la solución resultante se determina el fósforo siguiendo el método de Harvey ya citado.

El diluir con agua de mar tiene por objeto establecer en la solución unas condiciones de salinidad apropiadas para la posibilidad de aplicación del método de Harvey, pues sin contar las sales del digesto, la salinidad mínima resultante, partiendo de agua de mar de salinidad 37'8%, es superior a 36%, que entra dentro de las condiciones establecidas en el método. La adición de 6 ml de NaOH 0'1 N está calculada para rebajar el pH hasta 7'5, con ello se evita la posible precipitación de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ que, además de ser un obstáculo en la determinación colorimétrica, podría incluir parte del fósforo restándole a la solución. En estas condiciones la solución aparecía incolora y transparente.

El hierro total se determina en la solución obtenida con agua destilada del residuo de la digestión de los fosfatos; para ello se em-

pleó la o-fenantrolina, según el método propuesto por Armstrong (1957), si bien adaptado a nuestras posibilidades. Aunque empleábamos el mismo "buffer" (acetato sódico), la cantidad necesaria la determinábamos experimentalmente, midiendo la variación del pH con un papel indicador. También se ensayó la cantidad más apropiada de reductor y de o-fenantrolina. Como reductor se empleó igualmente clorhidrato de hidroxilamina. Las comparaciones colorimétricas se hicieron, con relación a patrones dispuestos por nosotros, en un simple colorímetro Duboscq. Fué preciso hacer estas alteraciones en el método por carecer de espectrofotómetro, pues el fotocolorímetro que poseemos necesitaba un filtro adecuado para estas determinaciones y aunque, tras no pocas dificultades, lo conseguimos, sus características eran tales que con el manantial de luz que poseemos no era suficiente para excitar la célula fotoélectrica, teniendo que desistir de su uso.