

ISN : 2304936

Nº

INFORME QUE PRESENTA L. Ma. DE ELEIZALDE EN REFERENCIA A LAS DETERMINACIONES DE S Y P DE LAS PRIMERAS 100 MUESTRAS PROCEDENTES DE LOS SUELOS DEL DELTA AMACURO.-

Determinación de SO_4 soluble en la muestra nº 40.-

Se ha repetido por sextuplicado la determinación del SO_4 soluble en HCl 0'001N; las extracciones se hicieron en la proporción 1:10 (suelo-extractante) 5 gramos de suelo con 50 ml. de HCl 0'001N agitado por 1 hora. En el momento de la filtración se añadió 10 mgs. de carbón decolorante Darco G-60, previamente lavado y saturado con cloruro de sodio para evitar la retención de sulfatos y obtención de líquido claro. La determinación se hizo siguiendo el método de C.E. Bradsley y J.D. Lancaster (1960).

Se obtuvo el valor de 13.024 p.p.m. de S- SO_4 soluble. Estimo que la petición de repetir el análisis es justa y solamente puede considerarse que ha habido un error analítico o error personal cometido por el firmante del presente informe.

Determinación de P soluble en HCl 0'001N en muestras 6, 13, 14, 63 y 64.

El P se extrajo con el mismo procedimiento reseñado para S- SO_4 en párrafos anteriores y al líquido filtrado se incorporó unas gotas de cloroformo para impedir el desarrollo de mohos.

En la primera determinación, datos entregados a Ud., el P se determinó por el procedimiento de Murphy y Roley (1960), que es una variación del procedimiento del método corriente molibdato en sulfúrico, cloruro estanoico como reductante. La modalidad introducida por los mencionados investigadores significa la incorporación de tartrato antimonil potásico y como reductor el ácido ascórbico, que permite las siguientes ventajas.

No.

- 2 -

- a. La formación del complejo heteropolar fosfo antimonio molibdato, que permite una gran precisión en rangos hasta 0'07 microgramos de P en la solución.
- b. La estabilidad del color por 6 horas, en lugar de 20 minutos que es habitual con el cloruro estanoso.
- c. Elimina la interferencia del ión Fe^{3+} hasta 70 p.p.m. de este elemento.
- d. Impide la reacción con sílice soluble.
- e. Evita la hidrólisis de las formas sencillas de fósforo orgánico labil, que habitualmente se producen en el medio molibdato sulfúrico.

Pero teniendo en cuenta los altos contenidos de Fe soluble en agua en el nuevo trabajo, usamos para la determinación el método del vanadato molibdato en perclórico, según el procedimiento de Mittson. Este procedimiento no es afectado por el ión férrico y tiene como límite inferior 2 microgramos de P/10 ml. Sobre esta base modificamos las concentraciones de los reactivos usados por Mittson, alcanzando una gran sensibilidad para las determinaciones de los niveles 0'10, 0'20, 0'30, 0'40 y 0'50 m mg de P en 10 ml.

Realizamos las determinaciones con la sorpresa que en lugar de obtener con los ensayos el típico color amarillo obtuvimos un color azul verdoso. Revisamos la bibliografía del método Mattson y apreciamos como Kitson y Mellon (1944) señalan que el ión ferroso a partir de 100 p.p.m., el sulfuro soluble, reaccionan con el molibdato originando su reducción a molibdato azul.

Sobre esta base realizamos las siguientes determinaciones semicuantitativas de los iones ferroso, cobre, cobalto, níquel y sulfuros en los extractos, obteniendo los resultados siguientes:

No.

MUESTRAS	Fe ²⁺ ppm	Cu ⁺ ppm	Co ²⁺ ppm	Ni ²⁺ ppm	S ppm
6	50	0	0	0	72.264
13	125	0	0	0	116.197
14	125	0	0	0	193.840
63	50	0	0	0	55.066
64	125	0	0	0	52.555

En estas condiciones las cantidades altísimas de sulfuro soluble en 0'001NHCl, que probablemente es pirita, impide la determinación exacta del P en estas muestras.

Apelamos al uso del ultramicrométodo Soyenkoff, con el empleo de rojo de quinaldeína, molibdato perclórico. En este método el P se combina con el rojo de quinaldeína formando una laca específica, donde el molibdato en perclórico destruye el exceso de color. En esta determinación no existe interferencia de los iones ferroso ni sulfuro.

En primer lugar se calibró el método obteniéndose con patrones los siguientes valores con el espectrofotómetro PMQII Zeiss, longitud de onda 540 m/μ, abertura 0'60, cubetas de 1 cms. Los datos son promedios de 6 determinaciones:

CONCENTRACIONES en μ gs.	D.O x 10 ²	COEFICIENTE ESPECIFICO (1)
Blanco	0'20 ± 0'14	
0'025 microgrames	5'70 ± 0'93	0'004
0'050 "	11'96 ± 0'26	0'004
0'075 "	24'18 ± 1'88	0'003
0'10 "	26'07 ± 1'45	0'003
0'20 "	50'41 ± 3'54	0'003
0'30 "	74'30 ± 3'73	0'004
0'50 "	107'82 ± 3'67	0'004

(1) Coeficiente específico de extinción = $\frac{\text{Concentración en } \mu\text{gs}}{\text{Densidad Óptica } 10^2}$

No.

- 4 -

Las diferencias entre los valores son estadísticamente significantes al nivel del 0'01.

Con los extractos de las muestras en referencia, se trabajaron por sextuplicado. Se obtuvo un color escasísimo inferior a la concentración de 0'025 microgramos de P, pero las lecturas difieren estadísticamente del blanco y de la concentración de 0'025 microgramos de P que es el límite inferior del método. Se han calculado los valores por aproximación matemática sobre la base de la uniformidad del valor $K = 0'004$ y los datos se refieren a microgramos en gramo suelo.

MUESTRAS	MICROGRAMOS/GRAMO SUELO
6	0'017
13	0'037
14	0'010
63	0'036
64	0'008

Alcanzamos las siguientes conclusiones:

- 1°) En las muestras de suelos del Delta Amacuro con contenidos superiores a 52.000 microgramos de sulfuros por gramo, el fósforo no se puede determinar por los procedimientos corrientes a base de molibdato sulfúrico-cloruro estano, ni por vanadato molibdato.
- 2°) Puede determinarse por aproximación matemática siguiendo el método de Soyenkoff, que requiere aparatos de alta precisión y reactivos preparados al momento.

L. Ma. de Eleizalde

L. Ma. de Eleizalde
Jefe de la Sección de
Química de Suelos