DETERMINACIÓN DE POTASIO POR ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (EAA)

ELABORADO POR	VERIFICADO POR	APROBADO POR
Nombre y Apellido: Téc. Lilian Arce Lic. Carmen Lugo Lic. Leyla Díaz	**Nombre y Apellido:** Lic. Olga Pavón	**Nombre y Apellido:** Ing. Agr. Carmen Berni
Cargo: Técnica de LCCFERT Técnica de LCCPF Jefa de DLQ	**Cargo:** Directora de Laboratorios	**Cargo:** Directora General Técnica
Firma: **Fecha:** 01/10/2026	**Firma:** **Fecha:** 02/10/2026	**Firma:** Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078 **Fecha:** 05/10/2026

1. OBJETIVO

Describir los pasos para la determinación del contenido de potasio en sus formas total y soluble en agua, en productos fertilizantes y materia prima para la producción de fertilizantes.

2. ALCANCE

Este instructivo aplica al ensayo para la determinación del contenido de potasio en sus formas total y soluble en agua, en fertilizantes realizado en el Departamento de Laboratorios Químicos del SENAVE. Es de aplicación por el personal autorizado durante la ejecución de este ensayo.

3. PROCEDIMIENTO VINCULADO

Manual de Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes Minerais, Orgánicos, Organominerais y Corretivos. Autor/es: Ministerio de Agricultura, Pecuaria y Abastecimiento (MAPA)- Brasil.

4. SIGLAS Y DEFINICIONES

4.1. Siglas

4.1.1. CsCl: Cloruro de cesio

4.1.2. DLQ: Departamento de Laboratorios Químicos

4.1.3. EAA: Espectrofotómetro de Absorción Atómica

4.1.4. HCl: Ácido Clorhídrico

4.1.5. HNO_3: Ácido Nítrico

4.1.6. H_2O_2: Agua oxigenada

4.1.7. K: Potasio

4.1.8. K_2O_2: Oxido de potasio

4.1.9. ppm: partes por millón, corresponde a mg. L^{-1} o mg. Kg^{-1}

4.2. Definiciones

4.2.1 Fertilizantes: sustancia mineral u orgánica, natural, biológica o sintética, que suministra uno o más nutrientes a los vegetales.

4.2.2 Materia prima: material destinado a la obtención directa de fertilizantes, correctivos, inoculantes o biofertilizantes, por procesos químicos, físicos o biológicos.

5. RESPONSABLES

El jefe del DLQ es responsable de asegurar la implementación y el cumplimiento del presente instructivo. El personal técnico es responsable de ejecutar el ensayo de acuerdo con las instrucciones establecidas y de registrar los resultados obtenidos.

6. ACTIVIDADES

6.1. Equipos, Materiales y Reactivos:

6.1.1. Equipos

a. EAA y lámpara de cátodo hueco de potasio

b. Balanza analítica

c. Calentador

d. Campana Extractora de gases

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

mecip 2015

e. Digestor de microondas

f. Baño sonicador

6.1.2. Materiales

a. Pipetas de 20ml, 15ml, 10ml, 5ml, 4ml, 3ml, 2ml, 1ml.

b. Micropipetas de 100, 1000 y 5000 µl.

c. Vaso de precipitados de 50mL, 100mL, 150mL y 250mL.

d. Propipeta o pera de goma.

e. Espátula.

f. Vidrio reloj.

g. Embudo.

h. Matraces de 25mL, 50mL, 100ml, 200mL, 250ml, 500mL y 1000mL.

i. Papel de filtro cuantitativo de porosidad media.

j. Materiales correspondientes al microondas.

6.1.3. Reactivos

a. Ácido nítrico (HNO_3) p.a.

b. Ácido clorhídrico (HCl) p.a.

c. Agua oxigenada (H_2O_2)

d. Cloruro de cesio (CsCl)

e. Estándar de Potasio 1000 ppm

6.2. Preparación de reactivos

6.2.1. Preparación de Cloruro de cesio 10%(p/v), (Solución Buffer): Pesar 12,7 g de CsCl y transferir a un matraz aforado de 100 mL, diluir y aforar con agua destilada. La solución es estable en refrigeración al menos 6 meses después de su preparación.

6.2.2. Preparación de HCl 2N: Medir en un matraz volumétrico que contenga 500 mL de agua destilada unos 170 mL de HCl de concentración 36,5-38% y densidad 1,19 g/mL y luego llevar a volumen con agua destilada.

6.2.3. Preparación de HCl 1:1: Medir volúmenes iguales de HCl concentrado y agua destilada, añadiendo cuidadosamente ácido sobre agua. Ejemplo a 500 mL de agua agregar 500 mL de ácido para obtener 1L de solución.

6.2.4. Preparación de ácido nítrico 0,1 N: Medir en un matraz volumétrico que contenga 500 mL de agua destilada unos 6,9 mL de HNO_3 de concentración 65% y densidad 1,39 g/mL y luego llevar a volumen con agua destilada.

6.3. Preparación de Estándares

6.3.1. Solución Madre: Estándar de concentración de 1000mg/L de potasio.

6.3.2. Preparación de la solución de trabajo: se realiza a partir del estándar de potasio de 1000 ppm, tomando una alícuota de 5 mL de la solución y llevarlo a un matraz de 100 mL, utilizando como diluyente HNO_3 0,1N (Solución Std de 50ppm).

6.4. Preparación de las soluciones para la curva de calibrado

Los puntos de la curva de calibración van a depender de la sensibilidad del equipo, se realizan 5 puntos.

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. CUSAVE PY-076

mecip 2015

Lsc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma - R.P.N° 8.544

A partir del Std de Potasio de 50ppm, se tomarán volúmenes de 0,4mL; 1mL; 2mL; 3mL y 4mL respectivamente en matraces volumétricos de 100mL, posteriormente agregar 2mL de solución Buffer de CsCl al 10% y luego llevar a volumen con HNO_3 0,1N.

6.5. Preparación de soluciones control

a) Blanco de reactivos: utilizar el diluyente de la curva de calibración (HNO_3 0,1N) y 2mL del Buffer CsCl al 10% en un matraz de 100mL.

b) Blanco de proceso: pesar 0,5g de la muestra matriz blanca (pudiendo ser esta una muestra ya analizada que no contenga K) y acompañar todo el proceso normal según el método utilizado.

c) Fortificado: pesar 1g de muestra matriz blanca y agregar 1mL de Std de potasio 1000ppm. Se debe acompañar todo el proceso normal de extracción según el método utilizado. Filtrar en un matraz de 100mL, enrazar. Luego tomar 10mL y llevar a un matraz de 100mL, para obtener el punto medio de la curva, 1ppm.

6.6. Cálculo del peso de muestra

Los cálculos para determinar la cantidad de muestra a pesar en cada ensayo se realizan con base en la concentración porcentual declarada de potasio, realizándose las conversiones necesarias según la forma química declarada en la muestra mediante la siguiente fórmula:

$$Concentración\ para\ lectura(ppm): \frac{Pmst}{Vm} * \%declarado(en\ fracción) * 1000000 * \frac{a}{Vd}$$

Donde:

Pm: peso de muestra

Vm: volumen madre

a: alícuota tomada

Vd: volumen de dilución

6.7. Extracción

Los procesos de extracción se realizan según la composición especificada en los documentos de la muestra y las características que ésta presenta.

El equipo de EAA requiere que la muestra contenga 0,2% de Cesio. Para dicho cálculo despejar la siguiente fórmula:

$$C_1xV_1 = C_2xV_2$$

Siendo:

C1: 10%

C2: 0,2%

V2: volumen final de dilución

6.7.1. Extracción para Potasio Total

6.7.1.1. Método I. Extracción con HCl concentrado y HCl 2N (Método basado en la AOAC 15th edición, 1990)

a) Disolver la muestra pesada conforme al punto 6.6, en un recipiente de vidrio de entre 100mL a 150mL;

b) Añadir 10mL de HCl concentrado;

Lic. Carmen Lugo SENAVE Téc. Lilian Arce SENAVE Lic. Olga Pavón SENAVE Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078 mecip 2015

Msc. Leyla Sofía Díaz Lic. Química - R.P.N° 497 Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

c) Hervir y evaporar a semi sequedad sobre un calentador y luego dejar enfriar;

d) Re disolver el residuo en 20 mL de HCl 2N, calentándolo hasta el primer hervor y luego dejar enfriar;

e) Filtrar con papel de filtro de porosidad media, recogiendo el filtrado en un matraz cuto volumen se ha establecido según fórmula del punto 6.7, lavar el papel con agua y llevar a enrase;

f) Realizar una segunda dilución en caso necesario, para obtener la concentración dentro de la curva de calibración, previamente a su enrase agregar una cantidad de solución de CsCl al 10% equivalente a 0,2% de Cesio en la muestra.

6.7.1.2. Método II. Extracción en microondas (alto contenido de materia orgánica) (Método basado en Milestone SK-10 and SK12. Operator Manual. MA127)

a) Pesar la muestra según cálculos del punto 6.6 (debido a la capacidad máxima del equipo ésta no debe exceder los 0,5g) en un tubo de teflón del equipo microondas;

b) Agregar 6 mL de HNO_3 concentrado y 2 mL de H_2O_2, homogenizar la muestra con los reactivos;

c) Realizar los pasos de seguridad pertinentes para el cierre hermético de los vasos y llevar a digestión en el equipo digestor de microondas por unos 15 minutos a una temperatura de entre 180°C a 200°C;

d) Una vez digerida la muestra, transferir a un matraz adecuado con agua, lavando varias veces el tubo con agua;

e) Medir la absorbancia de la solución directamente;

f) En caso de que la muestra presente suspensiones, proceder al filtrado de esta.

6.7.1.3. Método III. Extracción con HNO_3 concentrado y HCl 1:1 (Método basado en la Norma Venezolana COVENIN 1141:2019)

a) Pesar 1g de la muestra, en un recipiente de vidrio de entre 100mL a 250mL;

b) Añadir 20mL de HCl 1:1 y 30mL de HNO_3 concentrado;

c) Digerir sobre plancha eléctrica bajo campana extractora de gases, hasta que desaparezcan los humos marrones;

d) Dejar enfriar y transferir cuantitativamente el contenido del vaso de precipitado o Erlenmeyer a un matraz aforado de 250mL, lavando el recipiente varias veces con agua destilada;

e) Enrasar, mezclar y filtrar a través de papel de filtro cuantitativo seco;

f) Realizar las diluciones correspondientes y agregar una cantidad de solución de CsCl al 10% equivalente a 0,2% de Cesio en la muestra;

g) Hacer simultáneamente un blanco.

6.7.2. Extracción para Potasio Soluble

6.7.2.1. Método I. Extracción con agua destilada (Método basado en la Norma Venezolana COVENIN 1141:2019)

a) Pesar la muestra según lo expresado en el punto 6.6 en un recipiente de vidrio de 100mL;

b) Agregar 50mL de agua, agitar la muestra con una varilla de vidrio o sonicarla, de ser necesario hervir por 30 minutos, en caso que se observe material no disuelto.

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

mecip 2015

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma - R.P.N° 8.544

c) Transferir a un matraz según la concentración de potasio declarado, filtrando con un papel de filtro de porosidad media;

d) Lavar el papel de filtro con pequeñas porciones de agua destilada cuidando con remover la suspensión de la muestra;

e) Adicionar 1mL de HNO_3 concentrado, si la muestra presenta turbidez. Completar y llevar a volumen agua destilada;

f) Realizar una segunda dilución según los cálculos establecidos en el punto 6.7 si fuera necesario. Agregar una cantidad de solución de CsCl al 10% equivalente a 0,2% de Cs en la muestra.

6.7.2.2. Método II. Extracción con oxalato de amonio (muestras que contienen Calcio)

a) Pesar la muestra según lo expresado en el punto 6.6 y transferirlo a un vaso de precipitado de 100mL;

b) Agregar 50mL de solución de oxalato de amonio 4%, tapar con un vidrio reloj y llevarla a un calentador hasta ebullición suave durante 30 minutos, dejar enfriar;

c) Transferir a un matraz según cálculos, filtrando y lavando el residuo varias veces con pequeñas porciones de agua. Luego llevar a enrase;

d) Realizar una segunda dilución según los cálculos establecidos en el punto 6.7 si fuera necesario. Agregar una cantidad de solución de CsCl al 10% equivalente a 0,2% de Cesio en la muestra.

6.8. Cuantificación del Potasio por EAA

Se procederá a la lectura de:

a) Curva de calibración

b) Blanco de proceso

c) Fortificado

d) Muestra

6.9. Expresión de los resultados

Usualmente las expresiones estarán dadas en %(p/p) de Potasio en su forma K_2O, pudiendo expresarse en su forma elemental según solicitud, calculado de la siguiente manera:

$$\% K_2O = \frac{(ABS_M - I) \times S_M}{10.000 \times M_M \times m} \times F_D \times F_C$$

Donde:

ABS_M: Absorbancia de la muestra;

I: Intercepto;

M_M: Masa de muestra en gramos;

S_M: Solución madre (mL);

m: Pendiente;

F_D: Factor de dilución (Volumen final/Volumen alícuota)

F_C: Factor de conversión de K a K2O; 1,2047

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

mecip 2015

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

7. CONTROL DE CAMBIOS

Ítem	Página	Cambios
---	---	----

8. DOCUMENTOS

Nombre del documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición final
Cálculos Espectrométricos	FOR-DLQ-035	Sala de archivos	Jefe y Técnicos	5 años	Eliminación
Protocolo de trabajo del Laboratorio de Control de Calidad de Fertilizantes	FOR-DLQ-015	Sala de archivos; SILAB	Jefe y Técnico	5 años	Eliminación
Informe de resultado de ensayos	FOR-DLQ-019	Sala de archivos; SILAB	Jefe y Técnico	5 años	Eliminación

9. APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

APROBACIÓN POR LA DGT	
Nombre y Apellido	Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078
Fecha	05/10/26
Vigencia	El presente documento será de aplicación a partir del día hábil siguiente a la fecha de su aprobación.

Lic. Carmen Lugo
SENAVE

Téc. Lilian Arce
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544