SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE
CENTRO DE GESTIÓN INDUSTRIAL
SENA DISTRITO CAPITAL
Tecnología en Química Aplicada a la Industria

# DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE $P_2O_5$ EN UNA MUESTRA DE ROCA FOSFÓRICA (FERTILIZANTE)

Laura Isabel Suárez Torres, Omar Fabian Bayona Malaver, John Jairo Arias Velásquez.

Fecha de la práctica: 21 de mayo 2026

## RESUMEN

En la práctica se determinó el contenido de fósforo expresado como $P_2O_5$ en una muestra de roca fosfórica mediante volumetría por retroceso. Inicialmente, se estandarizaron soluciones de NaOH 0,25 N y HCl 0,05 N, obteniendo concentraciones experimentales de 0,2275 N y 0,2355 N, respectivamente. La muestra fue sometida a una digestión ácida para transformar los compuestos de fósforo en ortofosfatos, los cuales posteriormente se precipitaron en forma de fosfomolibdato de amonio. Tras la valoración por retroceso, el contenido de $P_2O_5$ obtenido fue de 27,6 %. Este resultado es cercano al valor de referencia del 30% reportado para rocas fosfóricas comerciales, lo que indica que la metodología empleada es precisa y genera resultados confiables para la caracterización de este tipo de materiales en la industria de fertilizantes.

## INTRODUCCIÓN

El fósforo es uno de los macronutrientes esenciales para el desarrollo óptimo de los cultivos agrícolas, desempeñando un papel crucial en la transferencia de energía, la fotosíntesis y el desarrollo radicular de las plantas. La principal fuente industrial de este elemento es la roca fosfórica, un recurso mineral natural compuesto fundamentalmente por fluorofosfato de calcio (apatita). En el contexto del mercado agroindustrial en Colombia, la roca fosfórica comercializada suele estandarizarse para garantizar un contenido aproximado del30% de $P_2O_5$, siendo la materia prima más utilizada en la fabricación de fertilizantes agrícolas de tipo NPK (nitrógeno, fósforo y potasio).

La determinación cuantitativa del contenido de $P_2O_5$ en matrices minerales complejas representa un desafío analítico debido a la insolubilidad de la muestra y la presencia de interferentes. Para resolver esto, se emplea el método de volumetría por retroceso (o retrotitulación). Esta técnica es especialmente útil cuando la reacción directa entre el analito y el agente valorante es muy lenta, o cuando no se dispone de un indicador visual adecuado para una titulación directa.

El fundamento del método analítico se divide en tres etapas químicas consecutivas:

- Digestión y precipitación: Inicialmente, se realiza un ataque ácido de la muestra para liberar y transformar todos los compuestos de fósforo en ortofosfatos solubles $H_3PO_4$. Posteriormente, estos iones se hacen reaccionar con un exceso de molibdato de amonio en medio ácido nítrico, forzando la precipitación cuantitativa del complejo amarillo de fosfomolibdato de amonio.
- Reacción con exceso de base: Tras aislar y lavar rigurosamente el precipitado, este se disuelve completamente mediante la adición de un volumen exacto y conocido de una solución estándar de hidróxido de sodio (NaOH), la cual se agrega deliberadamente en exceso. La base fuerte neutraliza el complejo cristalino, consumiendo una cantidad de equivalentes proporcional al fósforo presente.
- Valoración por retroceso: Finalmente, el remanente de NaOH que quedó libre (el exceso que no reaccionó con el precipitado) se titula mediante una neutralización ácido-base utilizando una solución estándar de ácido clorhídrico (HCl) en presencia de fenolftaleína. Por diferencia matemática entre los equivalentes totales de base añadidos y los equivalentes de ácido consumidos en la retrotitulación, se determina indirectamente y con alta precisión la concentración real de $P_2O_5$ en el fertilizante.

El presente experimento tuvo como finalidad aplicar rigurosamente los fundamentos químicos y operativos de la volumetría por retroceso para determinar el porcentaje en masa (% m/m) de $P_2O_5$ en una muestra comercial de roca fosfórica, evaluando además la reproducibilidad y dispersión de los datos experimentales mediante el cálculo de parámetros estadísticos como la desviación estándar y el coeficiente de variación.

## 1. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Durante la práctica se preparó una disolución de hidróxido de sodio al 0,25N y posteriormente en la estandarización del NaOH, se dos muestras de biftalato ácido de potasio (KHP) Durante estas titulaciones se observó el cambio de coloración de incoloro a rosado permanente como punto final, empleando fenolftaleína como indicador.

**Tabla 1.** Resultados de la estandarización de la solución de NaOH con KHP.

| Estandarización solución NaOH 0,25 N. | | | |
|---|---|---|---|
| Valoración N° | Masa KHP (g) | Volumen NaOH (mL) | Concentración NaOH |
| 1 | 0,226 | 4,75 | 0,233 |
| 2 | 0,2357 | 5,2 | 0,222 |
| | | Media($\bar{x}$): | 0,2275 |
| | | Desviación estándar (s): | 0,007778175 |
| | | Coeficiente de variación: | 3% |

También se preparó una solución de ácido clorhídrico al 0,25N a partir de una solución de ácido clorhídrico de grado analítico (37% de pureza y densidad 1,19g/L). Posteriormente en la estandarización del HCL, se titularon dos muestras de biftalato ácido de potasio (KHP) Durante estas titulaciones se observó el cambio de coloración de incoloro a rosado permanente como punto final, empleando fenolftaleína como indicador.

**Tabla 2.** Resultados de la estandarización de la solución de HCL con KHP.

| Estandarización solución HCl 0,25 N | | | |
|---|---|---|---|
| Valoración N° | Volumen (mL) | Volumen NaOH (mL) | Concentración HCl |
| 1 | 10 | 10,2 | 0,232 |
| 2 | 10 | 10,5 | 0,239 |
| | | Media($\bar{x}$): | 0,2355 |
| | | Desviación estándar (s): | 0,004949747 |
| | | Coeficiente de variación: | 2% |



*Ilustración 1 Filtración de muestra $P_2O_5$ para determinación (con papel filtro franja azul).*

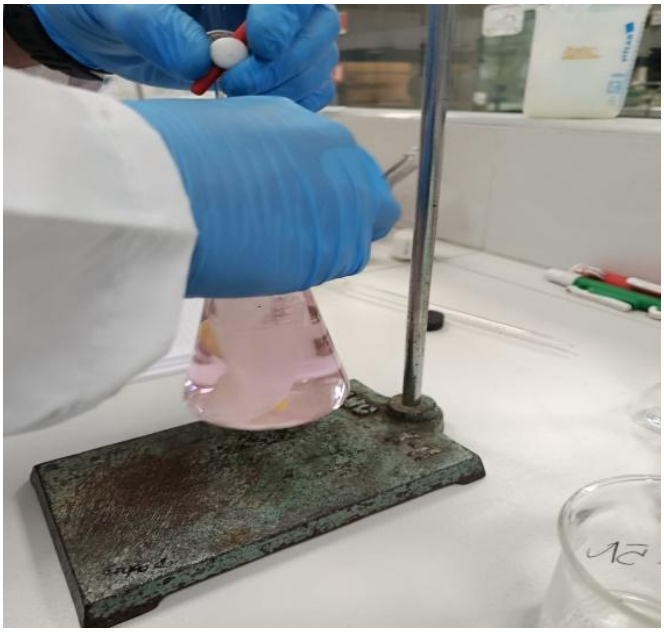


Ilustración 2 Valoración de muestra $P_2O_5$ por retroceso con HCL 0,25N



*Ilustración 3 Montaje para la valoración por retroceso de la muestra $P_2O_5$ con HCL 0,25N.*

Durante la precipitación con molibdato de amonio se observó un cambio de coloración a amarillo, evidenciando la formación del complejo de fosfomolibdato y confirmando la presencia de iones fosfato en la muestra. El lavado del precipitado hasta pH 5 resultó ser una etapa crítica, pues un lavado insuficiente introduce trazas de ácido nítrico que consumen el NaOH prematuramente, mientras que uno excesivo disuelve parte del precipitado, comprometiendo el resultado en ambos casos.

En la valoración por retroceso, el punto final se identificó por el cambio de coloración de rosado a incoloro, indicando la neutralización completa del exceso de NaOH con HCl. Los coeficientes de variación del 3% y 2% para NaOH y HCl respectivamente reflejan un manejo adecuado de los materiales volumétricos, aunque el error acumulado en las distintas etapas del procedimiento pudo influir en el resultado final.

**TABLA 3.** Resultados de la determinación de $P_2O_5$

| Datos correspondientes a la determinación de $P_2O_5$ | |
|---|---|
| Masa inicial (g): 0,5000 g | |
| Volumen de HCl empleado en la valoración (mL) | Concentración $P_2O_5$ (%m/m) |
| 5,1 | 27,6 |
| Volumen de NaOH agregado: 44 mL | |

## 2. CONCLUSIONES

El contenido de $P_2O_5$ obtenido fue de 27,6% m/m, valor que se ubica dentro del rango de las fosforitas sedimentarias y difiere en un 2,5 % respecto al referente comercial colombiano, diferencia razonable dado el origen natural y heterogéneo del material analizado.

Las soluciones de NaOH y HCl presentaron coeficientes de variación bajos del 3% y 2% respectivamente, lo que refleja que las titulaciones se ejecutaron con cuidado y que las concentraciones obtenidas fueron suficientemente confiables para sustentar la valoración por retroceso.

Los cambios de coloración registrados a lo largo del procedimiento, el amarillo característico del complejo de fosfomolibdato, el rosado en las estandarizaciones y el viraje de rosado a incoloro en la titulación final, permitieron identificar con claridad cada punto final y validar el correcto desarrollo de cada etapa.

El lavado del precipitado hasta pH 5 resultó ser el paso más determinante sobre la exactitud del resultado final, ya que cualquier desviación en esta etapa, ya sea por exceso o por defecto, altera directamente la cantidad de NaOH disponible para disolver el precipitado y modifica el porcentaje de $P_2O_5$ calculado.

## 3. PREGUNTAS Y EJERCICIOS

1. **¿Para qué se agrega $HNO_3$ a la muestra de roca fosfórica?**
   El ácido nítrico se agrega para disolver la muestra y oxidar los compuestos fosfóricos presentes, transformándolos en ortofosfatos solubles. Además, crea el medio ácido necesario para la posterior precipitación con molibdato de amonio, evitando la formación de precipitados indeseados.

2. **¿Para qué se emplea HCl concentrado?**
   El ácido clorhídrico concentrado se emplea como coadyuvante en la digestión ácida de la muestra, facilitando la disolución completa de los minerales silicatados y otros componentes de la roca fosfórica que no se disuelven fácilmente solo con $HNO_3$.

3. **¿Cuál es el reactivo utilizado en la precipitación del ión fosfato?**
   El molibdato de amonio $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O]$ en medio ácido nítrico es el reactivo utilizado para precipitar el ión fosfato, formando el complejo de fosfomolibdato de amonio de color amarillo: $(NH_4)_3[P(Mo_3O_{10})_4]\downarrow$

**4. ¿Cuál es el reactivo utilizado para la disolución del precipitado de fosfomolibdato de amonio?**

Se emplea una solución estandarizada de NaOH 0,25 N en exceso conocido, el cual disuelve el precipitado mediante una reacción de neutralización, permitiendo posteriormente valorar el exceso por retroceso con HCl.

**5. ¿Cuál es el peso equivalente del fósforo?**

El fósforo (P) forma $H_3PO_4$, que tiene 3 protones ionizables, por lo tanto:

$$PEP = \frac{31}{3} = 10{,}32\ g/eq$$

$$PEP = 3PMP = 330{,}97 = 10{,}32\ g/eq$$

**6. ¿Cuál es el peso equivalente del $P_2O_5$?**

El $P_2O_5$ contiene dos átomos de fósforo, cada uno con 3 equivalentes, para un total de 6 equivalentes por mol:

$$PE_{P_2O_5} = \frac{PM_{P_2O_5}}{6} = \frac{141{,}94}{6} = 23{,}66\ g/eg$$

**7. Reacciones que ocurren:**

Digestión ácida:

$$Ca_{10}F_2(PO_4)_6 + HNO_3 + HCl \rightarrow Ca^{2+} + H_3PO_4 + F^- + NO_3^- + Cl^-$$

Precipitación con molibdato de amonio:

$$H_3PO_4 + 12(NH_4)_2MoO_4 + 21HNO_3 \rightarrow (NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3 + 21NH_4NO_3 + 12H_2O$$

Disolución del precipitado con NaOH:

$$(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3 + 27NaOH \rightarrow (NH_4)_3PO_4 + 12Na_2MoO_4 + 12H_2O + 3NH_3$$

Valoración por retroceso con HCl:

$$NaOH_{exceso} + HCl \rightarrow NaCl + H_2O$$

**8. Fórmula para calcular el % de $P_2O_5$**

$$\%\boldsymbol{P_2O_5} = \frac{(\boldsymbol{V_{NaOH}} \times \boldsymbol{N_{NaOH}} - \boldsymbol{V_{HCl}} \times \boldsymbol{N_{HCl}}) \times \boldsymbol{PE_{P_2O_5}}}{\boldsymbol{m_{muestra}} \times \frac{\boldsymbol{V_{alicuota}}}{\boldsymbol{V_{aforo}}} \times \mathbf{1000}} \times \mathbf{100}$$

Donde:

V = volumen en mL

N = normalidad
PE $P_2O_5$ = 23,66 g/eq
m = masa de muestra en gramos

**9. ¿Qué es una valoración por retroceso?**

Es una técnica volumétrica en la que se agrega un exceso conocido de un reactivo estándar (en este caso NaOH) para que reaccione completamente con el analito. Posteriormente, el exceso no consumido se valora con una segunda solución estándar (HCl), permitiendo calcular indirectamente la cantidad de analito presente. Se emplea cuando el punto final directo es difícil de detectar o cuando la reacción directa es lenta.

**10. ¿Qué ensayo cualitativo se usa para reconocer la roca fosfórica en el campo?**

Se emplea el ensayo con molibdato de amonio en medio ácido. Al agregar este reactivo a una solución que contiene fosfatos, se forma un precipitado amarillo característico de fosfomolibdato de amonio, confirmando la presencia de fósforo en la muestra.

**11. ¿Cuál es el componente más importante de la roca fosfórica?**

El componente más importante es el fluorapatito [$Ca_5(F)(PO_4)_3$], mineral que contiene el fósforo en forma de fosfato de calcio y constituye la principal fuente de $P_2O_5$ en la roca fosfórica.

**12. ¿Qué industria colombiana de importancia económica usa la roca fosfórica como materia prima?**

La industria de fertilizantes agrícolas es la principal consumidora de roca fosfórica en Colombia, siendo fundamental para la producción de fertilizantes NPK utilizados en el sector agropecuario, uno de los pilares de la economía nacional.

CALCULOS

1.Solución 0,25N de NaOH en 100 ml

$$g\ NaOH = 0.100\ L\ Sln * \frac{0{,}25\ eq - gNaOH}{1L\ sln} * \frac{40\ g\ \ \mathrm{NaOH}}{1\ eq - g\ NaOH} = 1.0\ g\ NaOH$$

2. Solución 0,25 N de HCl en 100 mL a partir de una solución de ácido clorhídrico de grado analítico (37 % de pureza en peso y ρ=1,19g/ml).

$$ml\ HCl = 0.100\ L\ Sln * \frac{0{,}25\ eq - g\ HCL}{1L\ sln} * \frac{36.46\ g\ \text{HCL}}{1\ eq - g\ HCl} * \frac{100\ g\ Sln}{37\ g\ HCl}$$
$$* \frac{1\ mL\ Sln}{1.19\ g\ Sln} = 2.07\ mL\ HCl\ a\ patir\ de\ 37\ \%$$

3. Normalidad de NaOH.

$$eq - g\ NaOH = 0.226g\ KHP * \frac{1eq - g\ KHP}{204.22g\ KHP} * \frac{1eq - g\ NaOH}{1eq - g\ KHP}$$
$$= \frac{1.10 \times 10^{-3} eq - g\ NaOH}{(4.75/1000)} = 0.233N\ NaOH$$

$$equ - g\ NaOH = 0.2357g\ KHP * \frac{1eq - g\ KHP}{204.22g\ KHP} * \frac{1eq - g\ NaOH}{1eq - g\ KHP}$$
$$= \frac{1.15 \times 10^{-3} eq - g\ NaOH}{(5.2/1000)} = 0.222N\ NaOH$$

4. Calculo % $P_2O_5$ m/m.

Se hace de acuerdo con la formula:

$$\%P_2O_5 = \frac{(V_{NaOH}N_{NaOH} - V_{HCl}N_{HCl}) * 1.545}{m}$$

$$\%P_2O_5 = \frac{(44\ mL * 0.23N - 5.1 * 0.23N)1.545}{0.5000\ g} = 27.6$$

## 4. Bibliografía

Day, R. A., & Underwood, A. L. (2008). Química analítica cuantitativa (6.ª ed.). Pearson Educación.

Harris, D. C. (2016). Análisis químico cuantitativo (9.ª ed.). Editorial Reverté.

ICONTEC. (2020). Normas técnicas para presentación de informes de laboratorio. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación.

Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural de Colombia. (2023). Fertilizantes y nutrición vegetal en Colombia. Gobierno de Colombia.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2015). Fundamentos de química analítica (9.ª ed.). Cengage Learning.

Vogel, A. I. (2002). Análisis químico cuantitativo (6.ª ed.). Pearson Educación.