

## Análisis de fósforo soluble en agua en fertilizantes

*Analysis of water soluble phosphorus in fertilizers*

Carmen E. Carrillo de Cori<sup>1</sup>, Carmen Arvelo de Valls<sup>1</sup>, Magaly Ruiz<sup>2</sup>, José G. Escalona<sup>1</sup>, Rosa Gutiérrez<sup>2</sup>, Mariela Navas<sup>3</sup>, Luis Castillo<sup>4</sup>, Shyrley Fernández<sup>5</sup>, Rómulo Noguera<sup>5</sup>, Carmen Silva<sup>6</sup>, Eilen Arteaga<sup>7</sup>, Isabel E. Arrieche<sup>8</sup>, Tirso Díaz<sup>8</sup>, Beatriz Arrieche<sup>6</sup>, Óscar Gamboa<sup>1</sup>, Óscar Rojas<sup>7</sup> y Francisca Sosa<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Universidad Central de Venezuela (UCV), Facultad de Agronomía, <sup>2</sup>Universidad Nacional Experimental Rómulo Gallegos (UNERG), <sup>3</sup>Instituto Nacional de Investigaciones Agrícolas (INIA)-Anzoátegui, <sup>4</sup>EDA-FOFINCA, <sup>5</sup>Universidad Centro Occidental Lisandro Alvarado (UCLA), <sup>6</sup>Ministerio del Ambiente y los Recursos Naturales (MARN), <sup>7</sup>SERVIFERTIL-Morón, <sup>8</sup>INIA-Yaracuy.

### RESUMEN

La fracción de fósforo soluble en agua en un fertilizante, se considera de inmediata disponibilidad para las plantas y se utiliza frecuentemente como un índice para caracterizar algunos productos. Con el objeto de establecer un método único para determinar el contenido de fósforo soluble en agua en fertilizantes, se compilaron ocho modalidades analíticas que aplican con este fin varios organismos nacionales e internacionales. En vista de la gran semejanza entre ellos, se integró un solo método (extracción en agua y determinación espectrofotométrica) para ser aplicado a cinco fertilizantes y un estándar, este último con la finalidad de determinar la exactitud del método. En la comparación experimental intervinieron los laboratorios de ocho instituciones. Los resultados obtenidos revelaron que la precisión del método expresada en términos de repetibilidad ("r" = 0,613) y reproducibilidad ("R" = 1,674) no depende del nivel de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de las muestras analizadas, en el rango comprendido entre 6,70 y 52,15 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. La recuperación del fósforo al analizar el estándar, varió entre 98,05% y 101,11%, considerándose como un método bastante exacto, que puede ser adoptado por los laboratorios nacionales.

**Palabras clave:** Fósforo soluble en agua, fertilizante, estudios Interlaboratorios, análisis de fertilizantes.

### ABSTRACT

Water soluble phosphorus in fertilizers, offers immediate available P and it is frequently used as a parameter for characterizing some products. In order to establish a unique methodology to determine the water soluble phosphorus content in fertilizers, eight analytical methods, applied by national and international organizations, were compiled. Considering the close similarity among them, a unique method was integrated (extraction in water and colorimetric determination) to be applied to five fertilizers and one standard. The latter was used to determine the accuracy of the method. Laboratories from eight institutions participated in the experimental comparison. The results showed, that the precision expressed as repeatability ("r" = 0,613) and reproducibility ("R" = 1,674) does not depend on the P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> content of the samples, in the range of 6,70 and 52,15 % of P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> soluble in water. P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> recovery in the standard sample (between 98,05 and 101, 11 %) indicated that the method used is precise and could be adopted as a methodology in the laboratories of the country.

**Key words:** Water soluble phosphorus, fertilizer, inter laboratory studies, fertilizer analysis.

### INTRODUCCIÓN

El Grupo Interinstitucional para Uniformar Metodologías Analíticas (GIUMA) continuando con las actividades iniciadas en 1993, desarrolló las comparaciones experimentales de los métodos analíticos para determinar las diferentes fracciones de fósforo que pueden estar presentes en los fertilizantes.

El fósforo es un constituyente importante de los fertilizantes simples y mixtos, de las materias primas y de los productos intermedios para su elaboración, por lo que su determinación es uno de los análisis más frecuentes requeridos en los laboratorios, y es necesario disponer de métodos rápidos y precisos

(NAFDC, 1979). La manera de reportar la riqueza o cantidad de nutrientes en un producto fertilizante es mediante la Fórmula o Grado. La norma COVENIN 113-1998 la define como: "La expresión del contenido de nutrientes en un fertilizante, expresado en % en peso según el orden N, P, K y otros; considerando N como elemento, P como  $P_2O_5$  y K como  $K_2O$ " (Ministerio de Fomento, 1998). La fórmula se designa mediante una serie de números enteros separados entre sí por guiones, cada número indica la cantidad del nutriente que el fabricante garantiza que como mínimo contiene ese producto, de acuerdo al análisis químico realizado, utilizando un determinado procedimiento analítico, que excluye las formas del elemento consideradas como no disponibles para la nutrición de las plantas (UNIDO e IFDC, 1998 y Arvelo de Valls, 2000).

La solubilidad en agua de un compuesto químico, es una medida simple de su disponibilidad, es decir, que el elemento químico en el fertilizante debe estar disuelto en la solución del suelo para poder ser absorbido por las plantas a través de las raíces. (UNIDO e IFDC, 1998). En el caso de los fertilizantes nitrogenados y potásicos que son altamente solubles en agua, este parámetro se acepta como medida de aprovechabilidad de esos elementos para las plantas, mientras que en los fertilizantes fosfatados, los compuestos químicos a base de fósforo presentan una variedad de solubilidades en agua y otros reactivos, considerándose los solubles como inmediatamente disponibles y los poco solubles como no disponibles, por lo que existen diferentes métodos para evaluar su disponibilidad agronómica. Por esta razón, se determinan diferentes tipos de fósforo: fósforo total, fósforo soluble en agua, fósforo disponible y otros, basados en su solubilidad en soluciones de citrato de amonio neutro o alcalino, o de ácido cítrico o de ácido fórmico, expresados como % de  $P_2O_5$  (UNIDO e IFDC, 1998). Existe una estrecha relación entre la forma química como el fósforo está presente en el fertilizante, la absorción por la planta y el método de análisis que se aplica para su determinación (Arvelo de Valls, 1998).

Los métodos de análisis constan de dos etapas, una de extracción y otra de determinación, siendo la primera la más importante porque implica la utilización de reactivos muy específicos para extraer las formas de fósforo que se desea determinar (Carrillo de Cori, 1993). Posteriormente se aplica un método espectrofotométrico, volumétrico o gravimétrico para su cuantificación. González (1991) comparó seis métodos originales y catorce combinaciones de extracciones y determinaciones para fósforo total, once métodos para fósforo disponible y diez para fósforo soluble en agua, encontrando que todos ellos presentaron igual precisión y los que consumieron menos tiempo fueron los espectrofotométricos (amarillos).

Carrillo de Cori (1993) recomienda realizar una revisión exhaustiva de las normas COVENIN, ya que en algunos casos no se recomienda el método más idóneo y apropiado, además de presentar algunos errores en el texto de los métodos que pueden confundir y causar resultados erróneos.

Carrillo de Cori *et al.*, (1999) definieron un método para determinar fósforo total en fertilizantes inorgánicos combinando las técnicas y modalidades de dos métodos de extracción (basados en digestiones en ácido nítrico y ácido clorhídrico) comparados experimentalmente, y usando para la determinación un método espectrofotométrico fundamentado en el desarrollo del color amarillo del complejo vanadomolibdofosfórico, utilizado por PEQUIVEN (1996) y aplicado con algunas modificaciones.

La mayoría de los fertilizantes fosfatados utilizados en el mundo presentan el fósforo bajo una forma química soluble en agua o hidrolizable a formas hidrosolubles, como es el caso de los fosfatos de amonio y los superfosfatos. El criterio de la solubilidad para el control de la calidad de los fertilizantes varía entre los países, por ejemplo, en Alemania, el fosfato es expresado como la suma del  $P_2O_5$  soluble en agua y el soluble en citrato de amonio alcalino, debiendo ser la fracción soluble en agua al menos, el 90% de la suma en un superfosfato y 30% en un fertilizante compuesto (UNIDO e IFDC, 1998).

La norma venezolana COVENIN 1130-77 (Ministerio de Fomento, 1977) define al fósforo soluble en agua como "la cantidad de fósforo soluble en agua presente en un fertilizante". Establece la extracción con agua destilada y utiliza un método volumétrico para su determinación. Este método se basa en precipitar el fósforo soluble en agua como fosfomolibdato de amonio en medio ácido, disolver el precipitado con un volumen conocido de hidróxido de sodio y titular el exceso con una solución valorada de HCl o  $HNO_3$ . El método volumétrico es bastante laborioso y requiere del uso de fibra de asbesto, producto que presenta riesgos potenciales para la salud pública (Carrillo de Cori *et al.*, 1999). La normativa oficial

en Venezuela referente a estos métodos, no ha sido revisada por veintisiete años, por lo que muchos laboratorios no aplican la norma COVENIN sino que han hecho modificaciones con base a métodos internacionales o a sus propias experiencias. En la Facultad de Agronomía, UCV, en el laboratorio de Química V aplican un método espectrofotométrico basado en el color amarillo que se desarrolla al agregar el reactivo vanadato-molibdato a una solución que contiene iones ortofosfatos (Arvelo de Valls *et al.*, 1999).

Por otra parte, Carrasquero y Adams (1995) mencionan que la formación del cromóforo amarillo sirve de base para un método de análisis que además de ser aplicado a diferentes matrices, es muy simple y poco afectado por la presencia de iones distintos al fosfato y detecta cantidades superiores a  $1 \text{ mg P.L}^{-1}$ . Estos investigadores consiguieron la formación de dos complejos absorbentes vanadofosfomolibdatos con relaciones molares de 1/8 y 1/2 independiente de la concentración de fósforo en el medio y únicamente el complejo con relación 1/2 obedece a la ley de Beer, siendo las longitudes de ondas más adecuadas de 400 y 440 nm.

El método para analizar fósforo soluble en agua, utiliza agua destilada como reactivo de la extracción, aplicándose procedimientos sencillos, aspectos que son sumamente importantes a considerar en el momento de requerirse un análisis de laboratorio, ya que dependiendo de la naturaleza del producto y el fin que se persiga con el análisis, se podrá aplicar este método en vez del de fósforo total, el cual es más costoso y largo.

Esta investigación se realizó con el objeto de establecer un método único para analizar fósforo soluble en agua en fertilizantes, además de determinar su precisión y exactitud.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Se compilaron ocho modalidades analíticas para determinar fósforo soluble en agua, que aplican organismos nacionales e internacionales: COVENIN (1977), FUSAGRI, MAC-SASA (MAC, 1993), PEQUIVEN (1989), UCV-Agronomía (Arvelo de Valls *et al.*, 1999), UNERG-Agronomía, AOAC (1990) y NAFDC (1979), las cuales presentan las siguientes características generales:

1. Todos los métodos incluyen dos etapas: extracción y determinación del fósforo.
2. Aunque hay variaciones en las técnicas aplicadas, la extracción se realiza lavando la muestra con agua destilada y recogiendo el filtrado en un balón de 250 mL.
3. La mayoría indica que no debe emplearse más de una hora en la operación de extracción con agua.
4. La determinación puede ser espectrofotométrica, volumétrica o gravimétrica, siendo la espectrofotométrica (amarilla) la más usada.

Se seleccionaron cinco productos comerciales de diferente naturaleza representativos de los tipos de fertilizantes existentes en el mercado nacional, que corresponden a la siguiente denominación genérica: roca fosfórica (RF), roca fosfórica parcialmente acidulada (RFA), complejo nacional NPK (NPKn), complejo importado NPK (NPKi) y fosfato monoamónico importado (FMA). Además se analizó el  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  grado reactivo, previamente secado a  $105^\circ\text{C}$ , para determinar la exactitud de los métodos y calcular el porcentaje de recuperación mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Rec} = (\text{P}_2\text{O}_5 / 52,19) \times 100$$

Siendo:

Rec.: % de recuperación del  $\text{P}_2\text{O}_5$

$\text{P}_2\text{O}_5$ : Porcentaje de fósforo obtenido en el análisis, expresado como  $\text{P}_2\text{O}_5$

52,19: Porcentaje teórico de  $\text{P}_2\text{O}_5$  soluble en agua en el  $\text{KH}_2\text{PO}_4$

Para evaluar la recuperación obtenida, se utilizaron los criterios sugeridos por Buresh *et al.* (1982) en sus investigaciones con  $^{15}\text{N}$ .

El método usado se describe a continuación: Se pesa 1 g de muestra en un vidrio de reloj, se transfiere a un embudo con papel de filtro semicuantitativo de 11cm colocado en un balón aforado de 250 mL. Se lava con pequeñas porciones de agua destilada añadidas en forma circular alrededor de la periferia del filtro, tratando que se mezcle completamente con los sólidos, permitiendo la filtración completa antes de agregar más agua. Se lava casi hasta la marca de enrase, empleando no más de una hora en esta

operación. Si el filtrado es turbio se añade 1 a 2 mL de HNO<sub>3</sub>. Se enrasa y homogeniza.

Los extractos fueron analizados por el método espectrofotométrico aplicado por el GIUMA (Carrillo de Cori et al., 1999), basado en la formación del complejo amarillo vanadomolibdofosfórico. Cada muestra se analizó por triplicado y simultáneamente se incluyó un blanco, cuyo contenido de fósforo se restó al valor obtenido en la muestra. Los análisis fueron realizados por el personal técnico y en los laboratorios de ocho instituciones: EDAFOFINCA, INIA-Anzoátegui, INIA-Yaracuy, MARN-Lara, SERVIFÉRTIL-Morón, UCLA-Agronomía, UCV-Agronomía y UNERG-Agronomía.

El ensayo se estableció como un muestreo al azar simple, incluyendo las 8 instituciones y los cinco fertilizantes, resultando cuarenta (40) extracciones, las que repetidas tres veces dieron un total de ciento veinte (120) análisis.

A los datos obtenidos se les hizo una prueba de normalidad de Wilk-Shapiro antes de proceder al análisis de varianza de una vía. Habiendo encontrado diferencias estadísticas entre instituciones, se realizó la prueba de medias de Tukey, para evaluar esas diferencias para cada producto.

La precisión del método se calculó aplicando la norma COVENIN 2972-92 (Ministerio de Fomento, 1992), para evaluar los resultados en términos de repetibilidad (r) y reproducibilidad (R): Se calculó el promedio y la varianza de cada laboratorio; mediante la prueba de Cochran se detectó que laboratorio (s) presentaba(n) problemas de repetibilidad y con la prueba de Dixon, en los laboratorios que continuaban en evaluación, se detectó aquellos que presentaban problemas de reproducibilidad. La repetibilidad permitió conocer la variabilidad del ensayo en cada laboratorio bajo condiciones constantes (el mismo laboratorio, el mismo operador y el mismo equipo) a intervalos reducidos de tiempo; se expresa como:

$$r = t \sqrt{2 \sigma_r}$$

La reproducibilidad mide la variabilidad entre laboratorios, ensayos realizados en condiciones ampliamente variables (laboratorios diferentes con operadores y equipos distintos) y se expresa como:

$$R = t \sqrt{2 \sigma_R}$$

En ambas expresiones:

“t” es el factor t de student para dos colas, para un nivel de confianza de 95 %.

“ $\sigma_r$ ” es la desviación estándar de repetibilidad

“ $\sigma_R$ ” es la desviación estándar de reproducibilidad

De acuerdo a la norma COVENIN 2972-92 (Ministerio de Fomento, 1992) y a FONDONORMA (2002), en la práctica, como los valores exactos de “ $\sigma_r$ ” y “ $\sigma_R$ ” no se conocen, se reemplazan por sus valores estimados “ $s_r$ ” y “ $s_R$ ” y el factor  $t\sqrt{2}$  se aproxima a 2,8, lo cual conduce a las expresiones  $r = 2,8 s_r$  y  $R = 2,8 s_R$ , las cuales se utilizaron en este trabajo para el cálculo de “r” y “R” respectivamente.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El contenido de fósforo soluble en agua en las muestras seleccionadas y el estándar, analizados por ocho laboratorios, se presenta en el Cuadro 1. Los resultados promedio de tres repeticiones, variaron entre 0,01 % y 52,15 %, representando éste un rango muy amplio.

Al aplicar la prueba de normalidad de Wilk Shapiro a los datos de cada fertilizante, sólo la RF no presentó una distribución normal, por lo cual no se le realizó el análisis de varianza. Ese comportamiento se debe a que la RF no contiene cantidades significativas de fósforo hidrosoluble y que las cifras de 0,06 y 0,03 obtenidas por los laboratorios 1 y 5, están dentro de los límites del error del método aplicado. Es por ello, que el fósforo soluble en agua no se determina en roca fosfórica.

La aplicación del análisis de varianza al resto de las muestras analizadas, reveló diferencias significativas entre instituciones. Aunque se establecieron las condiciones generales para aplicar los métodos, es inevitable que existan variables en cada laboratorio (operador, equipos, instrumentación, reactivos, adaptación del método a las condiciones de cada laboratorio y manejo de las muestras), como lo contempla la Norma COVENIN 2972-92, relacionada con ensayos interlaboratorios para normalizar métodos (Ministerio de Fomento, 1992).

**Cuadro 1.** Contenido de fósforo soluble en agua (% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), promedio de tres repeticiones, en cinco fertilizantes y un estándar, analizados por ocho instituciones

Instituciones	F E R T I L I Z A N T E S					Estándar
	RF*	RFA	NPKn	NPKi	FMA	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (grado reactivo)
1	0,06	6,05 b	13,58 ab	11,69 a	44,67 c	51,17 c
2	0,00	7,35 a	13,42 ab	11,90 a	44,41 c	52,47 ab
3	0,00	6,17 b	13,63 ab	10,65 b	45,64 b	52,50 a
4	0,00	7,09 a	13,04 b	10,63 b	45,58 b	52,77 a
5	0,03	6,20 b	13,80 a	11,45 a	45,39 b	51,58 bc
6	0,00	6,13 b	13,38 ab	10,60 b	46,45 a	52,38 ab
7	0,00	7,33 a	13,53 ab	11,74 a	43,70 d	52,45 ab
8	0,00	7,19 a	13,29 ab	11,23 ab	45,69 b	51,87 abc
<b>Promedio</b>	<b>0,01</b>	<b>6,70</b>	<b>13,50</b>	<b>11,24</b>	<b>45,18</b>	<b>52,15</b>

En cada columna, medias seguidas por la misma letra, no son estadísticamente diferentes, a un nivel de significación del 5% según la prueba de medias de Tukey

\* Los datos de la roca fosfórica no presentaron una distribución normal

**Precisión del método.** Los resultados de la aplicación de la Norma COVENIN 2972-92 (Ministerio de Fomento, 1992), a los datos obtenidos, se presentan en el Cuadro 2, donde se aprecia la repetibilidad y la reproducibilidad obtenida para cada fertilizante en un mismo laboratorio y entre laboratorios respectivamente.

De acuerdo con estos resultados, la repetibilidad y la reproducibilidad, no dependen del nivel de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de la muestra. Cuando los valores de "r" y "R" se expresan como % respecto al promedio de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, tienden a disminuir a medida que aumenta el contenido de fósforo soluble en agua del fertilizante. En los casos de falta de dependencia, como es el presente, se pueden adoptar los valores promedios,  $s_r = 0,219$  y  $s_R = 0,598$ , los que al multiplicarlos por el factor 2,8, dan como resultado valores promedios de  $r = 0,613$  y  $R = 1,674$ .

**Exactitud del método.** Los valores promedio de fósforo soluble en agua, obtenidos por los diferentes laboratorios al analizar el estándar, se presentan en el Cuadro 3, donde se aprecia que la recuperación del fósforo varió entre 98,05 % y 101,11%. Aplicando los criterios de Buresh *et al.* (1982) para análisis que requieren gran exactitud, se concluye que el método puede considerarse bastante exacto. Esto se comprueba al observar el promedio general, (52,15%), el cual casi coincide con el contenido teórico de fósforo soluble en agua en el estándar (52,19 %).

**Cuadro 2.** Repetibilidad (**r**) y Reproducibilidad (**R**) del método para determinar fósforo soluble en agua, aplicado a seis niveles de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

	FERTILIZANTE						Promedio
	RF	RFA	NPKi	NPKn	FMA	ESTÁNDAR	
Nivel	1	2	3	4	5	6	
Rango del % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,00-0,06	5,40-7,73	10,16-12,30	12,90-13,98	43,58-46,56	51,00-52,96	
% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> Promedio	0,01	6,70	11,24	13,50	45,18	52,15	
<b>r</b>	0,008	0,688	0,576	0,537	0,521	0,735	
% del promedio		10,97	5,12	3,98	1,15	1,41	
<b>s<sub>r</sub></b>		0,246	0,205	0,192	0,187	0,263	0,219
<b>R</b>	0,063	1,768	1,599	0,795	2,553	1,653	
% del promedio		25,67	14,15	5,89	5,64	3,16	
<b>S<sub>R</sub></b>		0,631	0,571	0,285	0,912	0,590	0,598

**Cuadro 3.** Contenido de fósforo soluble en agua (% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), promedio de tres repeticiones, porcentaje de recuperación (Rec.) y Δ 100 del fósforo en el KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, analizado por ocho instituciones

	I n s t i t u c i ó n								Promedio
	1	2	3	4	5	6	7	8	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	51,17	52,47	52,50	52,77	51,58	52,38	52,45	51,87	<b>52,15</b>
% Rec	98,05	100,54	100,59	101,11	98,83	100,36	100,50	99,39	<b>99,92</b>
Δ 100	-1,95	0,54	0,59	1,11	-1,17	0,36	0,50	-0,61	<b>- 0,08</b>

$$\% \text{ Rec.} = (\% \text{ P}_2\text{O}_5/52,19) \times 100 \quad \Delta 100 = \% \text{ Rec.} - 100$$

$$52,19 = \% \text{ teórico de P}_2\text{O}_5 \text{ soluble en agua en el KH}_2\text{PO}_4$$

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

1. La modalidad analítica aplicada para determinar fósforo soluble en agua, es un método sencillo y que consume pocos reactivos.
2. La precisión del método expresada en términos de repetibilidad ("r" = 0,613) y reproducibilidad ("R" = 1,674) no depende del nivel de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de las muestras analizadas, en el rango comprendido entre 6,70 y 52,15 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.
3. El método puede considerarse de una alta exactitud

Las conclusiones anteriores permiten recomendarlo para ser adoptado como método único a ser utilizado en los laboratorios nacionales para analizar la fracción de fósforo soluble en agua presente en fertilizantes.

### LITERATURA CITADA

- Arvelo de Valls, C.A., R. Istúriz de G., F. Sosa y J. G. Escalona. 1999.** Métodos de laboratorio utilizados en las prácticas de Química V (actualizadas en marzo de 1999). Cátedra de Química V (Q. Agrícola), Departamento de Química y Tecnología, Facultad de Agronomía, UCV. Maracay. 49p.
- Arvelo de Valls, C.A. 2000.** Conceptos básicos sobre fertilizantes y su relación con la normalización de métodos y el registro de fertilizantes. *En:* Taller GIUMA "Los fertilizantes, normativa oficial para su análisis y registro en Venezuela". Instituto de Edafología y Departamento de Química y Tecnología, Facultad de Agronomía, UCV y SVCS. Maracay. pp. 9-13.
- Arvelo de Valls, C.A. 1998.** Fundamento de los análisis de nutrientes en los fertilizantes. *En:* Taller GIUMA "Los análisis de los fertilizantes y su importancia en el uso eficiente de los mismos". UNELLEZ, Guanare. 3p.
- Buresh, R.J., E.R. Austin y E.T. Craswell. 1982.** Analytical Methods in <sup>15</sup>N research. *Fert. Res.* 2:227-245.
- Carrasquero, A y M. Adams. 1995.** Estudio del complejo amarillo vanadomolibdofosfórico para el análisis de fósforo en suelos. *VENESUELOS*, Vol. 3 (2): 83-88.
- Carrillo de Cori, C. E. 1993.** Evaluación de metodologías utilizadas en Venezuela para el análisis de nitrógeno, fósforo y potasio en fertilizantes. *Apuntes Técnicos PALMAVEN*, Vol.1, N° 1. 78p.
- Carrillo de Cori, C. E.; C.A. Arvelo de V., M. Ruiz, A. Sánchez, J.G. Escalona, L. Castillo, E. Arteaga, M. Túa, R. Gutiérrez, O. Gamboa, I. Arrieché, T. Díaz y F. Sosa. 1999.** Análisis de fósforo total en fertilizantes inorgánicos. Método colorimétrico. *VENESUELOS*: Vol 7 (1 y 2):33-37
- FONDONORMA. 2002.** "Tratamiento estadístico de los resultados analíticos". Curso dictado por FONDONORMA en el marco de la norma ISO 17.025, en INIA, Portuguesa. Duración 16 horas. 176 p.
- González, L. 1991.** Evaluación de metodologías utilizadas en Venezuela para el análisis fósforo en fertilizantes comerciales. Tesis de grado. Facultad de Agronomía, UCV. Maracay. 130 p.
- Ministerio de Agricultura y Cría. 1993.** Laboratorio Nacional de Fertilizantes y Plaguicidas. Métodos aplicados. Inédito. 3p.
- Ministerio de Fomento. Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN). 1977.** Determinación de fósforo soluble en agua. Norma Venezolana 1130-77. 5p.
- Ministerio de Fomento. Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN). 1992.** Norma venezolana. Precisión de los métodos de ensayo. Determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de ensayo normalizado mediante ensayos realizados por diferentes laboratorios. COVENIN 2972-92 (ISO-5725-86). 53p.
- Ministerio de Fomento. Comisión Venezolana de Normas Industriales (COVENIN). 1998.** Norma venezolana. Fertilizantes, Enmiendas y acondicionadores de suelos. Definiciones. COVENIN 113:1998 (1ª rev.). FONDONORMA, ASOQUIM, Caracas. 3p
- National Fertilizer Development Center (NAFDC). 1979.** Laboratory Manual. General Analytical Laboratory. Phosphorus. Muscle Shoals, Ala. USA pp: 107-135.

**Official Methods of Analysis of AOAC Internacional (AOAC). 1997.** AOAC Official Methods 977.01. Phosphorus (water soluble) in fertilizers. Preparation of solution: Chapter 2. 16<sup>th</sup> Ed., 3<sup>rd</sup> rev. 1997. Gaithersburg, M.D. USA.

**Petroquímica de Venezuela (PEQUIVEN). 1996.** Ensayos de laboratorio. Determinación de fósforo total en fertilizantes. Método colorimétrico. PEQUIVEN, Morón, método PQM 3200, 1996. 5 p.

**Petroquímica de Venezuela (PEQUIVEN). 1989.** Ensayo de laboratorio. Determinación de fósforo soluble en agua contenido en fertilizantes, roca fosfática y ácido fosfórico. Método directo (volumétrico). PEQUIVEN, Morón. Método PQM-493, 1989. 4p.

**United Nations Industrial Development Organization (UNIDO) and International Fertilizer Development Center (IFDC). 1998. Fertilizer Manual. Kuther Academic Publishers. 615p.**