



Application Note AN-RS-049

Determinación de la concentración de fosfato mediante espectroscopia Raman

Una alternativa rápida y sin reactivos a la cromatografía y otros métodos químicos húmedos.

Los fosfatos son compuestos inorgánicos vitales que se encuentran ampliamente en la naturaleza y se crean mediante procesos industriales. Desempeñan un papel crucial en los sistemas biológicos y son esenciales para la vida. En la agricultura, los fosfatos son un componente principal de los fertilizantes, mejorando la fertilidad del suelo y aumentando el rendimiento de los cultivos. Industrialmente se utilizan en detergentes, aditivos alimentarios y como inhibidores de corrosión.

La espectroscopia Raman, combinada con el

modelado PLS (mínimos cuadrados parciales), determina de forma rápida y cuantitativa la concentración total de fosfato. En comparación con otras técnicas como la titulación termométrica, Raman requiere una preparación mínima de la muestra y determina con precisión la concentración de fosfato en varios órdenes de magnitud. Además, el análisis Raman se realiza en unos pocos minutos, en comparación con el mayor tiempo de análisis requerido para la cromatografía y otros métodos químicos húmedos.

MÉTODOS ACTUALES PARA EL ANÁLISIS DE FOSFATO

El contenido de fosfato se analiza tradicionalmente mediante métodos colorimétricos químicos húmedos. En colorimetría, un reactivo formador de color reacciona con fosfatos en solución para formar un producto de reacción con un cambio de color medible. La cromatografía iónica también se utiliza para el análisis cuantitativo de iones fosfato, especialmente en concentraciones bajas. Si bien son

eficaces, ambos métodos requieren una preparación de muestras extensa y que lleva mucho tiempo. La cromatografía iónica es bastante sensible pero requiere varios minutos para completar una determinación. Además, estos métodos pueden generar residuos que pueden dañar el medio ambiente y son costosos de eliminar adecuadamente.

ANÁLISIS DE FOSFATO CON RAMAN

La espectroscopia Raman se puede utilizar tanto para el análisis de especiación como para la cuantificación utilizando la Huella espectral única de los estados de protonación del ácido fosfórico. Es sensible y no destructiva, lo que la hace ideal para el análisis de mediciones rápidas durante el proceso. Esta nota de aplicación demuestra la capacidad de Raman para determinar la concentración de fosfato en un amplio rango.

Preparación de muestras: Se obtuvo una muestra de producción de ácido fosfórico al 68% directamente de un fabricante de fosfato (**Figura 1**). Las muestras de ácido fosfórico se prepararon mediante dilución en serie de la solución concentrada para obtener muestras con concentraciones que oscilaban entre 0,14% y 28%.



Figure 1. Muestra de ácido fosfórico proporcionada por el fabricante.

MEDIDA

Se dispensó una alícuota de 1 mL de cada dilución en viales de vidrio y luego se colocó en el accesorio de soporte de viales en un espectrómetro Raman portátil MIRA XTR. Las muestras se midieron utilizando Excitación láser de 785 nm a 50 mW de potencia. Cada muestra se midió durante 6 segundos y Se promediaron 5 mediciones consecutivas para obtener

el espectro Raman.

Análisis de datos: Los datos Raman se importaron al software Vision para construir el modelo PLS utilizado para la especiación y cuantificación. La intensidad del pico Raman es proporcional a la concentración de fosfato total en una muestra.

RESULTADOS

La banda Raman principal para iones fosfato, observada entre 850 y 950 cm^{-1} [1], cambia con el estado de protonación de la molécula. La desprotonación ocurre en función de la concentración y el pico de fosfato varía de 890 a 897 cm^{-1} , y las concentraciones de muestra más bajas cambian a números de onda e intensidades más bajos (Figura 2). Esta banda se utilizó para el análisis cuantitativo de la concentración total de iones fosfato.

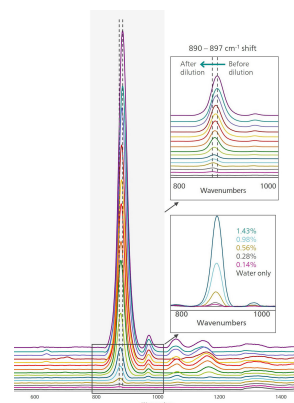


Figure 2. Espectros Raman superpuestos y suavizados de ácido fosfórico en concentraciones variables. El desplazamiento Raman del pico del analito se presenta como un rango debido a su dependencia de la concentración.

El modelo de mínimos cuadrados parciales (PLS) desarrollado a partir del conjunto de muestras demostró un valor R^2 fuerte y un error estándar bajo, lo que indica que la espectroscopia Raman se puede utilizar para la cuantificación de rutina o en tiempo real (Figura 3). La concentración más baja de iones fosfato examinada en este estudio de viabilidad e idoneidad fue del 0,14%. Se pueden realizar mejoras adicionales en el límite de detección (LOD) y el límite de cuantificación (LOQ) modificando los parámetros de recopilación de datos (aumentando el tiempo de integración, promediando) o cambiando el método de muestreo (por ejemplo, utilizando una sonda de inmersión para suministrar mayor potencia láser).

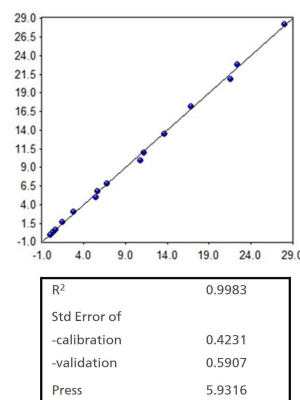


Figure 3. Modelo de calibración PLS de muestras de fosfato de dihidrógeno entre 0,0 y 28 % y estadísticas del modelo.

Se prepararon cinco muestras de ácido fosfórico de la solución de producción para validar el modelo de calibración. Las concentraciones previstas frente a las concentraciones reales de la muestra (de la dilución)

se muestran en **Tabla 1** La alta precisión predictiva del modelo demuestra su capacidad para determinar la concentración de ácido fosfórico en una muestra.

Tabla 1. Validación del modelo de calibración.

Muestra	Concentración (%)	Predicción (%)	% Error
1	5,4	5,45	0,9
2	10,8	10,67	1,2
3	21,6	21,59	0,45
4	6,8	6,96	2,35
5	13,6	13,49	0,8

CONCLUSIÓN

La espectroscopia Raman ofrece un método confiable y eficiente para el análisis cuantitativo de fosfatos totales en solución. Sus ventajas incluyen una preparación mínima de muestras, análisis no destructivo y alta precisión en un amplio rango de

concentración. Esta técnica es particularmente valiosa para aplicaciones industriales donde la determinación rápida y precisa de fosfato es crucial para el control de calidad y el cumplimiento normativo.

REFERENCIAS

1. Reimaginando la medición del pH: utilización de la espectroscopia Raman para una mayor precisión en sistemas de ácido fosfórico | Química analítica.
<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.analchem.9b05708> (consultado el 22/05/2025).

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



MIRA XTR Basic

El MIRA XTR es una alternativa para los sistemas de alta potencia de 1064 nm. Con un procesamiento computacional avanzado, el MIRA XTR utiliza una luz láser de 785 nm más sensible junto con algoritmos XTR para extraer los datos Raman de la fluorescencia de la muestra. El MIRA XTR también cuenta con el escaneo Orbital Raster Scanning (ORS) para proporcionar una mejor cobertura de la muestra, aumentando así la exactitud de los resultados.

El paquete Basic es un paquete de elementos básicos que contiene los componentes esenciales necesarios para manejar el MIRA XTR. El paquete Basic incluye un patrón de calibración y el accesorio universal inteligente. Operación de láser de clase 3B. El MIRA XTR es compatible con las librerías Raman de mano de Metrohm.