

2177



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

Facultad de Química



EXAMEN 5 PROFESIONAL
FAC. DE QUIMICA

METODOS DE ANALISIS DE
FERTILIZANTES FOSFORADOS

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

PRESENTA

CARMELO SANCHEZ DIAZ

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

MEXICO, D. F.

1988



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

I.-	INTRODUCCION	1
II.-	GENERALIDADES	2-8
III.-	TOMA DE MUESTRA	9-10
IV.-	PREPARACION DE MUESTRA Y DETERMINACION DE HUMEDAD	11-12
V.-	DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO SOLUBLE EN AGUA (Método gravimétrico)	13-21
	Material y reactivos	13
	Obtención de:	
	Citrato amonico amoniacal y solución de cloruro magnésico	13-14
	Mezcla magnesiana	14-15
	Preparación de muestra	15
	Extracción	15-17
	Presipitación de fosfato amonico magnésico	17-20
	Fórmula para cálculo de porcentaje de anhidrido fosfórico	20-21
VI.-	DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO SOLUBLE EN AGUA (Método volumétrico)	22-36
	Material y REACTIVOS	22
	Obtención de:	
	Solución de hidróxido de sodio 0,5 normal y valoración de hidroxido de sodio	23-24
	Solución de ácido oxalico 1 normal	24-25
	Solución de ácido clorhidrico 0.5 normal	25

Solución de fenoftalefina	26
Solución de ácido nítrico	26
Solución de nitrato de amonio	26-27
Solución de molibdato amónico	27-28
Solución de hidróxido de amonio	28-29
Extracción de anhídrido fosfórico soluble en agua	30-31
Determinación volumétrica del contenido de anhídrido fosfórico	32-35
Fórmula para calcular por ciento de anhídrido fosfórico soluble en agua	35-36
VII.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO	
SOLUBLE EN CITRATO AMONICO AMONICAL	37-43
Material y reactivos	37-38
Análisis	37-42
Procedimiento para calcular por ciento de anhídrido fosfórico soluble en citrato amónico	42-43
VIII.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO ASIMILABLE	
(soluble en agua más soluble en citrato amónico)	44-52
Material	44-45
Reactivos	45
Obtención de citrato amónico	45
Extracción anhídrido fosfórico asimilable	46-48
Determinación de anhídrido fosfórico	48-51
por ciento de anhídrido fosfórico	51-52
IX.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO TOTAL	
	53-65

Material y reactivos	53-54
Preparación de molibdato amonico	53
Preparación de muestra	56-58
Precipitación de fosfomolibdato amonico	58-59
Control de precipitación	59
Disolución de precipitado	60
Precipitación de fosfomolibdato amonico	60-62
Gravimetria de precipitado	62-64
Porciento de anhídrido fosforico total	64-65
X.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO TOTAL	
(Método volumétrico)	66-71
Material y reactivos	66
Preparación de muestras	67
Procedimiento de análisis	67-71
Porciento de anhídrido fosforico	71
XI.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO INSOLUBLE	
EN CITRATO AMONICO	72-77
Material	72
Reactivos	73
Extracción de anhídrido fosforico soluble en agua	73-75
Determinación de anhídrido fosforico que esta en resi- duo del citrato amonico	75-77
Porciento de anhídrido fosforico insoluble en citrato amonico	77
XII.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO TOTAL	
EN ABONOS ORGANICOS POR MEDIO DE VANADOMOLIBDATO	
(método colorimetrico)	78-88

Material	78
Reactivos	78-79
Preparación de soluciones	79-81
Solución de vanadomolibdato amonico	79-80
Solución patrón de fosfato monopotásico	80-81
Preparación	81-83
Análisis colorimétrico	83-88
Porcentaje de anhídrido fosfórico	88
XIII.- DETERMINACION DE ANHIDRIDO FOSFORICO TOTAL EN	
ABONOS ORGANICOS (Método gravimétrico)	89-98
Material	89
Reactivos	89-90
Preparación de muestra	90-92
Procedimiento de análisis	92-99
Precipitación de fosfato amonico magnesico	94-97
Porcentaje de anhídrido fosfórico	97-98
XIV.- CONCLUSIONES	99
XV.- BIBLIOGRAFIA	100-101

I N T R O D U C C I O N

La importancia que se tiene en la producción de fertilizantes y la dosificación que se aplica a la superficie de -- cultivos, junto con las proporciones de los elementos fertilizantes que deben contener los mismos antes de salir de la fá-- brica, para que se distribuyan en el mercado le dá un lugar -- muy importante al control de calidad. Este control de calidad se hace por métodos de análisis, en este caso se trata de análisis de fertilizantes Fosforados y sabiendo que el control de calidad representa para una fábrica de compuestos químicos uno de los aspectos más importantes para su confiabilidad y prestigio dentro y fuera de la misma, así como la obtención del producto químico con las características requeridas, se desprende la importancia de un análisis químico de los compuestos obtenidos, que es el objetivo de este trabajo.

GENERALIDADES

Fertilizantes.- Son productos naturales ó manufacturados que se emplean para aumentar el desarrollo de las plantas suministrando los elementos químicos esenciales. Los que se aportan en grandes cantidades por los fertilizantes son fosfóro, nitrógeno y potasio, los cuales no son asimilables en forma elemental y se suministran en forma de combinación química, con uno o más elementos esenciales, tales como carbono, hidrógeno, óxígeno, calcio, magnesio, azufre y cloro. Se llaman fertilizantes manufacturados a los compuestos que llevan elementos nutrientes esenciales y sus mezclas, se venden como fertilizantes y pueden proceder del nitrógeno atmosférico, de depósitos minerales naturales, de salmueras salinas o derivarse de operaciones industriales. Las plantas necesitan tomar de los suelos elementos que les son indispensables, en proporciones adecuadas para lograr un desarrollo normal. Cuando a un suelo le falta o contiene una porción insuficiente de algún elemento esencial, la producción disminuye. La carencia de un elemento puede ser corregida, en muchos casos, por simple adición de fertilizantes que contengan dicho elemento faltante.

Los fertilizantes pueden usarse para aportar macro y micronutrientes, los primeros son Nitrógeno, Fósforo, Calcio, Magnesio, que junto con el Carbono, Oxígeno e Hidrógeno, son-

los elementos que se encuentran en mayor proporción en los -- vegetales, los segundos son Fierro, Zinc, manganeso, Cobre, - Boro, Molibdeno, que son esenciales para los vegetales, se en -- cuentran en pequeñas proporciones y se llaman microelementos.

Los fertilizantes que contienen macronutrientes son -- utilizados en grandes cantidades y su consumo ha dado lugar - a empresas gigantescas. Los más usados son los que contienen -- Nitrógeno, Potasio o mezclas de ellos. Se utilizan también -- abonos que contienen Calcio, Magnesio, Azufre. Otro tipo de - abonos es el de los organicos, procedentes de restos de mate- -- riales organicos como son plantas, vegetales o excrementos, - en diverso grado de descomposición, que se utilizan por su -- aporte de elementos nutritivos.

La industria de los fertilizantes tiene una estructura -- piramidal es decir, es una organización en cuya cúspide hay - pocas y grandes empresas productoras de materia prima.

En segundo escalón hay gran número de empresas medias- -- y pequeñas, que se suministran de las anteriores y realizan - la mezcla, acondicionamiento y preparación de las formulacio- -- nes acomodadas a las necesidades agrícolas locales y que su- -- ministran a almacenes distribuidores y estos a los consumido- -- res.

Ante las necesidades crecientes de alimentos para la humanidad el consumo de fertilizantes aumenta fuertemente. En los países desarrollados este aumento sigue una pauta normal, que viene a ser paralela a la producción agrícola cuyo crecimiento se debe en su mayor parte al rendimiento por hectarea. En los países subdesarrollados el despegue inicial exige un incremento muy pronunciado en consumo de fertilizantes. Evidentemente, el mayor consumo de fertilizantes no es la única causa del aumento en rendimiento agrícola, lo es también un índice del avance en los métodos de cultivo.

La obtención de fertilizantes está ligada a fuentes de materias primas que en unos casos son agotables y en otros no. El nitrógeno, que es el más importante para la nutrición tenía antes fuentes muy limitadas (los productos derivados de el pescado, sangre seca, estiercol y otros restos orgánicos, subproductos amoniacales del gas de hornos de coque, harinas de semillas oleaginosas, yacimientos de nitrato y guano), pero actualmente se dispone de la fuente inagotable que es el aire, ello es posible gracias a el descubrimiento del método-síntesis del amoniaco a partir de nitrógeno atmosférico, por Haber y Bosch, en 1913. El fósforo se obtiene de los yacimientos de fosforita, minerales que, aunque se encuentran en gran abundancia, son agotables.

El contenido de elementos nutrientes, de fertilizantes comerciales aumenta continuamente, ello es debido a la tenden

cia en reducir los gastos de transporte, manipulación y a la mejora de la tecnología. El potasio se extrae de yacimiento-- de cloruro de potasio como en el caso de fosforita, son agota**bles**. El uso de fertilizantes cada vez más concentrados ha fa**cilitado** la comercialización de nuevas formas de presentación. Actualmente se utiliza con frecuencia, directamente, el amoniac**o** anhidro, con un ochenta y dos por ciento de nitrógeno.-- Son cada vez mas usados los abonos mixtos, que contienen dos o más elementos fertilizantes.

Los más utilizados, dentro de este tipo son las mez--- clas de compuestos a base de Nitrógeno, Fósforo y Potasio. La riqueza de estos elementos se expresa mediante números que -- indican el contenido de cada elemento.

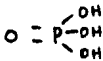
Los abonos a base de Nitrógeno, Fósforo y Potasio se - designan mediante tres números; el primero indica el porcenta**je** en Nitrógeno, el segundo el porcentaje en anhídrido fosfo**rico** y el tercero el porcentaje en oxido de potasio. Por ejem**plo** el abono de el tipo 16 -20 -15 es un abono que tiene 16 kg de Nitrógeno, 20 kg de anhídrido fosforico y 15 kg de oxido - de potasio. Se preparan abonos mixtos de distintas composicio**nes**, debido a las necesidades de cultivo que requieren fórmu**las** específicas de abonado.

Otra forma de presentación que se ha popularizado es - la de abonos líquidos, en ellos, los elementos nutritivos se-

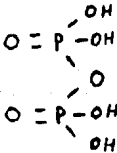
encuentran en forma disuelta. Los fertilizantes que se comercializan más frecuentemente en esta forma, son los nitrogenados.

También son muy frecuentes las formas granuladas. Estas se usan preferentemente, en abonos mixtos, presentando la ventaja de tener menor higroscopicidad que los polvos y de ser de mucho más fácil manejo.

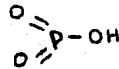
La adición de compuestos fosforados a los suelos, para suministrar a las cosechas las cantidades que de este elemento requieren los cultivos, es una de las prácticas de fertilización más importantes. El fósforo se suministra a los suelos como sales de los ácidos fosfóricos de diverso grado de deshidratación, como son:



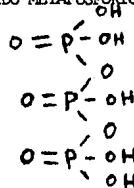
ACIDO ORTOFOSFORICO



ACIDO PIRÓFOSFORICO



ACIDO METAFOSFORICO



ACIDO TRIPOLIFOSFORICO

Las sales más utilizadas son los ortofosfatos y de --- ellos las sales de calcio y amonio. Los ortofosfatos cálcicos son los más solubles a medida que son más ácidas.

Los fosfatos amónicos son muy solubles (30 - 70 g/ml). Normalmente, la cantidad de Fósforo que es aprovechada por -- los cultivos en un año, siguiénte al abonado con fertilizant-- tes fosforados solubles, no excede del 25% de la cantidad ana-- dida siendo generalmente inferior al 15%. Practicamente todo-- el fósforo no absorbido queda fijado en los suelos siendo muy poco el que se pierde en los lavados. El fósforo fijado puede ser utilizado, paulatinamente, por los cultivos en años suce-- sivos, pero en cantidades decrecientes. Algunas investigacio-- nes realizadas controlando el fósforo de el suelo en las cose-- chas, indica que después de una aplicación de superfosfato, - el fósforo que van absorviendo las plantas disminuye rápida-- mente.

Tras una sola aplicación de superfosfatos, en una expe-- riencia con cultivos herbáceos, éstos extraen un 17% de anh-- drido fosforico aplicado, en el primer año, disminuyendo gra-- dualmente esta cantidad hasta llegar al 3% en el cuarto año.- La recuperación del fósforo añadido en el único abonado súma, en los cauro años, el 32%.

La fijación de los fósfatos es bastante rápida, por lo-

que la cantidad de fósforos solubles en la solución de suelo disminuye con el tiempo; por esto, los fertilizantes fosforados solubles deben añadirse inmediatamente antes de los períodos de crecimiento rápido e intensa utilización por los cultivos.

Cuando el suelo tiene una gran acumulación de fósforo--total este se solubiliza lentamente, proporcionando a los cultivos una cantidad anual de anhídrido fosfórico que permite disminuir y a veces suprimir, el aporte de fósforo en suelo --abonado.

Las tres fuentes principales de fertilizantes fosforados son:

- 1.- Fósforos minerales o de rocas.
- 2.- Escorias básicas, subproducto de el acero.
- 3.- Huesos, subproducto de la industria de la carne.

De las tres la más importante es la de fósforos minerales que contienen de 23 a 39% de anhídrido fosfórico. La mayor parte del fósforo de roca empleado como fertilizante se somete a procesos químicos para mejorar la utilidad de el fósforo en la producción de cosechas.

T O M A D E M U E S T R A

Para tomar la muestra de fertilizantes que se encuentran en envases en forma de sacos, se usa una sonda (fig. A) que esta formada por un tubo acanalado y tiene en uno de sus extremos una punta formada por un cono sólido, hecho de acero ó latón (no usar latón para muestras en que se determinarán micro nutrientes).

La longitud de la sonda será aproximadamente de la longitud de llenado del saco que se muestreara pero mayor de 25 in. (63.4 cm.) de longitud, el acanalado es mayor de 23 in. -- (58.42 cm.) con una anchura de 0.5 in. (1.27 cm.) ó mayor, -- con un diámetro mayor o igual a 5/8 de in. (1.5875 cm.). La toma de muestra es de la siguiente manera: Colocar el envase -- ó saco en forma horizontal e introducir la sonda hasta el centro del saco en diagonal.

Si el número de sacos de que se compone la muestra a -- analizar es inferior a diez, se tomaran diez submuestras, realizandose muestreo en cada uno de los sacos, si son más de --- diez los sacos deben tomarse submuestras de al menos 20% de -- ellos; si son más de 100 es suficiente tomar submuestras de -- un 10% y si son 1000 basta tomar el 5%.

En cualquier caso se procura tomar muestra de la parte-

PREPARACION DE MUESTRAS

Antes de proceder a los análisis químicos, la muestra obtenida por la mezcla uniforme de las diversas submuestras tomadas, debe dividirse en porciones más pequeñas, mediante cuarteo, hasta tener una cantidad de 250 gramos.

Cuando se analizan fertilizantes simples o mixtos que estén húmedos, la muestra de 250 gramos se pulveriza, en un mortero hasta que pase por un tamiz de aberturas circulares de 1 milímetro de diámetro. Los fertilizantes mixtos secos se pulverizan hasta que pasen por un tamiz de 0.5 milímetros de abertura.

La pulverización debe realizarse lo más rápidamente posible, para evitar las variaciones de humedad en el fertilizante.

Después las muestras se guardan en frascos de vidrio con cierre hermético hasta el momento del análisis.

DETERMINACION DE HUMEDAD EN DIVERSOS FERTILIZANTES.

- 1.- En un pesafiltro, se pesan 2 gramos de muestra y se secan, durante cinco horas, en una estufa a 100 grados centígrados.

- 2.- Se saca de la estufa el pesafiltro con la muestra, se deja enfriar media hora en un desecador y se pesa.
- 3.- La pérdida de peso originada por los pasos anteriores se da como porcentaje de humedad.

Determinación de anhídrido fosforico soluble en agua

(Método gravimétrico)

MATERIAL

Un vaso de 50 ml.

Un mortero de porcelana de 10 cm. de diámetro.

Un mortero de vidrio de 5 cm. de diámetro.

Un vidrio de reloj de 5 cm. de diámetro.

Un crisol de porcelana de 4 cm. de diámetro.

Un vaso de 500 ml. de diámetro.

Una mufla.

REACTIVOS

Acido nítrico concentrado (HNO_3) con.

Amóniaco concentrado (NH_3) con.

Cloruro de amonio (NH_4Cl)

Citrato amónico sólido ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$) (NH_4)₃

Cloruro magnésico solución (Mg Cl_2)

Nitrato de plata solución 0.1 normal (Ag NO_3)

Obtención de citrato amónico amoniacal y mezcla magnesiana.

Citrato amónico anoniacal ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$) (NH_4)₃. NH_4OH .

- 1.- En una capsula de porcelana de 10 cm. de diámetro se pesan 200 gr. de citrato amónico ($C_6H_5O_7$) (NH_4)₃.
- 2.- Se coloca la capsula en una vitrina con un buen tiro y se añade amoniaco concentrado (NH_3 con.), lentamente y agitando con una varilla de vidrio, hasta que se disuelva todo el citrato amónico ($C_6H_5O_7$) (NH_4)₃.
- 3.- Se pasa la solución a un matraz aforado de 500 ml. se lava la capsula con tres porciones de 25 ml. de amoniaco concentrado (NH_3 con.), se pasan los lavados al matraz aforado y se diluye hasta el enrase con amoniaco NH_3 .

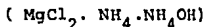
Solución de cloruro magnésico ($MgCl_2$)

- 1.- Se pesan 55 gr. de cloruro magnésico ($MgCl_2$) en un vaso de un litro y se diluyen con 300 ml. de agua destilada agitando con una varilla de vidrio.

Mezcla magnesiana, así se le llama a el cloruro amónico magnésico en solución amoniacal ($MgCl_2 \cdot NH_4OH$).

- 1.- Se añade la solución de cloruro amónico (NH_4Cl) a la de cloruro magnésico ($MgCl_2$) y se agita hasta que se mezcle bien.
- 2.- Se añaden 250 ml. de amoniaco concentrado (NH_3 con.)

- 3.- Se pasa la solución a un matraz aforado de un litro y se diluye a dicho volumen con agua destilada.



- 4.- Se agita y se deja reposar 24 horas.
- 5.- Se filtra, y el filtrado se guarda en un frasco bien tapado puede ser ambar o transparente.

Preparación de muestra

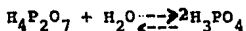
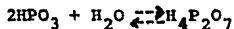
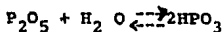
- 1.- Se pesan 10 gr. de muestra y se colocan en un mortero de porcelana de 10 cm. de diámetro.
- 2.- Se tritura la muestra hasta obtener un polvo que pasa por un tamiz de 1 mm. de diámetro.
- 3.- En un vidrio de reloj de 5 cm. de diámetro se pesan con exactitud 2.5 gr. de muestra, se pasan a un mortero de vidrio de 5 cm. de diámetro.

Extracción.

- 1.- A el mortero de vidrio de 5 cm. de diámetro que contiene la muestra, se le añaden 15 ml. de agua destilada y se --

tritura el abono con la mano de el mortero durante 30 seg.

Reacciones que suceden al agregar agua.

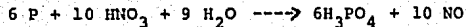
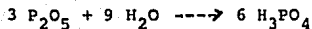
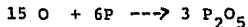
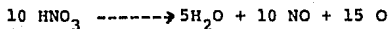


- 2.- Se deja reposar durante un minuto.
- 3.- Se pasa el líquido a un papel filtro, con pliegues, de -- 8 cm. de diámetro, colocado sobre un embudo, de tal manera que se pueda recoger el filtrado en un matraz, aforado de 250 ml.
- 4.- Se añaden al mortero de vidrio otros 15 ml. de agua destilada, se tritura y agita con la mano de el mortero durante 30 seg. se deja sedimentar durante un minuto y se pasa el líquido a el filtro con pliegues.
- 5.- Se repite el punto anterior otras diez veces. (Para disolver los fosfatos en su totalidad).
- 6.- Se añaden al mortero 15 ml. de agua destilada, calentada a 80°C. (se agrega agua caliente para aumentar solubili-

dad). Se agita con la mano del mortero y se pasa todo a el filtro con pliegues.

- 7.- Se lava el mortero con 15 ml. de agua destilada, calentada a 80°C y se vierte en el filtro con pliegues.
- 8.- Se lava el contenido del filtro con dos porciones de 15 ml. de agua destilada, calentada a 80°C.
- 9.- Se deja enfriar la solución recogida en un matraz aforado de 250 ml. y, si dicha solución esta turbia, se añaden dos ml. de ácido nítrico concentrado. (HNO₃ con. que esta contituida por 68% de HNO₃ y 32% de H₂O).

Reacción que se realiza:



- 10.- Se diluye con agua hasta el enrase del matraz aforado.

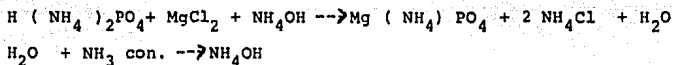
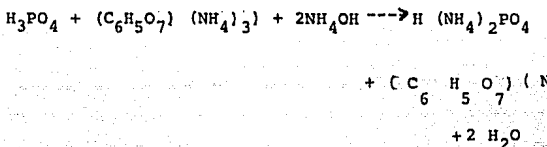
Presipitación de fosfato amónico de magnesio (NH₄MgPO₄).

- 1.- Con una pipeta se toman 100 ml. de la solución anterior--

mente obtenida y se vierte en un vaso de 400 ml.

- 2.- Se añaden al vaso 20 ml. de citrato amónico amoniacal ---
 $(C_6H_5O_7) (NH_4)_3.NH_4OH$, más 10 ml. de mezcla magnesiana
 $(NH_4Cl + MgCl_2 \rightarrow MgCl_2 + NH_4OH)$ y 75 ml. de amoniaco
 concentrado $(NH_3 \text{ conc.})$.

Reacciones que se realizan:

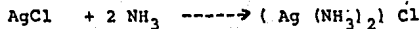
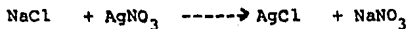


- 3.- Se agita la solución con una varilla de vidrio, sin tocar las paredes del vaso, para evitar que el presipitado se adhiera a las mismas, se lava la varilla con dos porciones de 5 ml. de agua destilada, vertiendo los lavados en el mismo vaso que contiene la solución.
- 4.- Se filtran 180 ml. del líquido sobrenadante, decantándolo a un papel filtro de cenizas conocidas, colocado sobre un embudo recogiendo los cristales de fosfato amónico de mag

nesio ($\text{Mg} (\text{NH}_4) \text{PO}_4$) en dicho filtro.

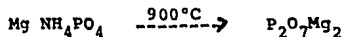
- 5.- Se pasa a el papel filtro, cuidadosamente, todo el precipitado, arrastrándolo con el líquido que queda por filtrar.
- 6.- Se lava el vaso con tres porciones de 25 ml. de amoníaco diluido (NH diluido), pasando los lavados al filtro que contiene el presipitado de fosfato amónico de magnesio -- ($\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4$).
- 7.- Se lava de nuevo el precipitado con 10 ml. de amoníaco -- diluido, recogiendo el líquido filtrado en un tubo de ensaye de 15 ml. se añaden 3 gotas de nitrato de plata ---- (AgNO_3), al 0.1 normal (0.1 N) al tubo de ensaye y se comprueba la ausencia de cloruro como cloruros de plata - (AgCl). Si se forma este precipitado, debe lavarse de nuevo el filtro que contiene el fosfato amónico de magnesio- ($\text{Mg} (\text{NH}_4) \text{PO}_4$) con solución de amoníaco diluido (NH_3 dil.) hasta que el filtrado se libre de cloruros (Cl^-).

Reacciones que suceden.



- 8.- Se pasa el papel filtro a un crisol de porcelana de 4 cm. de diámetro, previamente calcinado a 900°C, enfriando en desecador y pesado, se calienta en mechero Bunsen hasta que esté seco.
- 9.- Se pasa el crisol a una mufla y se calcina a 900°C durante una hora.

Reacción que sucede:



- 10.- Se deja enfriar la mufla hasta 300°C, se saca el crisol de la mufla con unas pinzas metálicas y se deja enfriar, en un desecador, durante media hora.
- 11.- Se pesa el crisol y su contenido, a partir del peso de pirofosfato magnésico obtenido ($\text{P}_2\text{O}_7\text{Mg}_2$), se calcula el contenido en anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en agua de la muestra analizada.

Porcentaje de anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en agua.

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 \text{ soluble en agua} = \left(\frac{142}{222.6} \right) \left(\frac{250}{V} \right) \left(\frac{100 P}{P_1} \right)$$

$$= (15948 P) / (V P_1)$$

Siendo:

142 = peso molecular de anhídrido fosforico (P_2O_7)

222.6 = peso molecular de priofosfato magnesico ($P_2O_7Mg_2$)

250 = volumen a que se diluye la muestra.

V = volumen de la solución de la muestra tomada para la -
precipitación (en mililitros)

P_1 = Peso de la muestra en gramos.

P = Peso obtenido de priofosfato magnésico ($P_2O_7Mg_2$).

Determinación de anhídrido fosfórico (P_2O_5) soluble en agua.

(Método volumétrico)

MATERIAL.-

Un embudo de vidrio de 8 cm. de diámetro

Un matraz aforado de 250 ml.

Una pipeta de 25 ml.

Una pipeta de 50 ml.

Una probeta de 10 ml.

Un aro, con nuez de 6 cm. de diámetro.

Un soporte de un metro.

Un vaso de 250 ml.

Un vaso de 400 ml.

Un vaso de un litro.

Una bureta de 50 ml.

REACTIVOS.-

Acido nítrico concentrado (NHO_3 conc.)

Acido clorhídrico concentrado (HCl conc.)

Amoniaco concentrado (NH_3)

Fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$)

Hidroxido de sodio en lentejas $NaOH$

Papel indicador de pH.

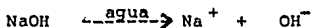
Papel filtro de ceniza conocida.

Trióxido de molibdeno (MoO_3)

a.- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 normal, valorada

- 1.- En un vaso de 250 ml. se pesan 21 gr. de hidróxido de sodio (NaOH) en lentejas.
- 2.- Se añaden 150 ml. de agua destilada (H_2O) y se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva la sosa ó hidróxido de sodio (NaOH).

Reacción de sosa en dilución.



- 3.- Se trasvasa la solución, a un matraz aforado de un litro, se lava el vaso con tres porciones de 25 ml. de agua destilada vertiendo los lavados en el aforo de un litro, se diluye al enrase con agua destilada, se tapa el matraz aforado y se agita para conseguir una solución homogénea.

Valoración de la solución de hidróxido de sodio (NaOH)

- 1.- Con una pipeta se toman 10 ml. de ácido oxálico ($C_2H_2O_4$) 1 normal y se vierten en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Utilizando una probeta de 50 ml. se añaden, al matraz 30ml. de agua destilada.

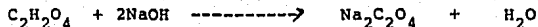
3.- Se añaden 2 gotas de solución de rojo de metilo ($C_{15}H_{15}O_2N_3$) al 0.1 por ciento de etanol (C_2H_6O).

4.- Se valora la ácidos con la solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 normal. Se repite esta valoración otras dos veces y se toma el valor medio de las tres valoraciones para calcular el factor de la solución en la siguiente forma;

$$10 \cdot l = V \cdot f \cdot 0.5$$

$$f = 20 / V$$

Reacción de la valoración:



Donde.-

V= volúmen de hidróxido de sodio aproximadamente 0,5 normal - empleado en esta valoración. (NaOH sosa ó hidroxido de so dio).

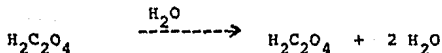
b.- Solucion de ácido oxálico 1 normal ($C_2H_2O_4$ 1 N.)

1.- En un vaso de 400 ml. se pesan 63.024 gramos de ácido oxálico ($C_2H_2O_4$).

2.- Se añaden 250 ml. de agua destilada y se agita, con una varilla de vidrio, para que se disuelva dicho ácido.

3.- Se trasvasa la solución, a un matraz aforado de un litro, se lava el vaso con tres porciones de 25 ml. de agua destilada, se tapa el matraz aforado y se agita para conseguir una solución homogénea.

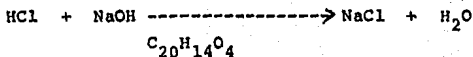
Reacción.-



c.- Solución de ácido clorhídrico 0.5 normal (HCl 0.5 N.) valorada.

44.5 mililitros de ácido clorhídrico (HCl) concentrado se diluyen a un litro, y se valoran con solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 normal valorada, utilizando solución de fenoftaleína ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) como indicador.

Reacción.-



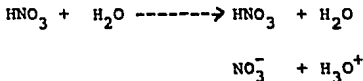
d.- Solución de fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$).

Se pesan 0.1 gramos de fenoftaleína y se disuelven en 100 mililitros de alcohol etílico (CH_3CH_2OH) al 90 por ciento.

e.- Solución de ácido nítrico 1.1 (HNO_3 sol. 1.1).

En un vaso de 250 ml. se vierten 100 mililitros de agua - destilada, medidos con una probeta, se añaden 100 mililitros de ácido nítrico concentrado (HNO_3 con.), medidos también con una probeta, se agita la mezcla con una varilla de vidrio para conseguir una solución uniforme.

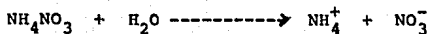
Reacción.-



f.- Solución de nitrato de amonio (NH_4NO_3 sol.)

En un vaso de 400 mililitros se pesan 100 gramos de nitrato de amonio (NH_4NO_3), se añaden 150 mililitros de agua - destilada, (H_2O) y se agita con una varilla de vidrio - hasta que se disuelva todo el nitrato de amonio (NH_4NO_3).

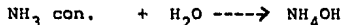
Reacción.-



g.- Solución de molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

1.- En un vaso de 400 ml. se vierten 136 mililitros de --
 agua destilada, se añaden 77 mililitros de amoniaco con--
 centrado (NH_3 conc.) y se agita con una varilla de vi---
 drio para conseguir una solución homogénea.

Reacción.-

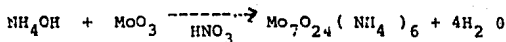
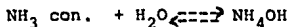


2.- Se añaden al vaso 50 gramos de trióxido de molibdeno ----
 (MoO_3) se calienta en una vitrina, sobre una rejilla, --
 con un mechero Bunsen, agitando con una varilla de vidrio
 hasta disolver dicho óxido, y se deja enfriar hasta tempe
 ratura ambiente.

3.- En un vaso de un litro se vierten 574 mililitros de agua
 destilada se añaden 244,5 mililitros de ácido nítrico --
 (HNO_3) concentrado y se agita con una varilla de vidrio.

- 4.- Una vez fría la solución de óxido de molibdeno (MoO_3), se añade a la solución diluida de ácido nítrico, enfriada hasta 20 grados centígrados.

Reacciones.-



- 5.- Se guarda la solución final obtenida, en una cámara a 30- grados centígrados durante 7 días o hasta que una porción de la misma, calentada a 40 grados centígrados, no deposite precipitado amarillo.
- 6.- Se decanta la solución, dejando en un vaso cualquier precipitado que pueda contener, y se guarda en un frasco de vidrio.
- 7.- Cuando se utilice se añaden, a cada 100 mililitros de esta solución 5 mililitros de ácido nítrico (HNO_3) concentrado y se filtra a través de papel filtro sin ceniza.
- H.- Solución de hidróxido de amonio (NH_4OH)

En un vaso de 100 mililitros se vierten 10 mililitros de amoníaco (NH_3) concentrado y se añaden 70 mililitros de

PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION

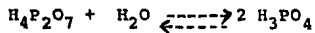
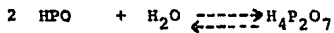
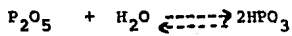
Extracción de anhídrido fosforico soluble en agua (P_2O_5)

- 1.- Se pesa con exactitud 1 gramo de muestra, en un papel filtro de 9 centímetros de diámetro, con pliegues.
- 2.- Se coloca el filtro en un embudo de vidrio sobre una ma--traz aforado de 250 mililitros y se lava su contenido con 2 porciones de 15 mililitros de agua destilada, dejando - que cada porción pase al matraz aforado antes de añadir - la porción siguiente, hasta tener un volumen de liquido - de unos 240 mililitros en el aforado.

El residuo final de la extracción puede servir para determinar el anhídrido fosforico insoluble en citrato amónico.

- 3.- Si el filtrado esta turbio, se añaden 2 mililitros de ácido nítrico (HNO_3) concentrado.
- 4.- Se diluye el liquido contenido en el matraz aforado has--ta el enrase con agua destilada, y se agita para conse---guir una solución uniforme.

Reacciones. -



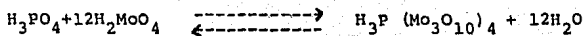
ANALISIS

Determinación volumetrica del contenido en anhídrido fosforico

(P_2O_5)

- 1.- Con una pipeta se toman 50 ó 25 mililitros de la solución obtenida en la extracción, según el contenido de la muestra en anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en agua (H_2O) - sea mayor ó menor del 20 por ciento.
- 2.- Se vierte este volumen del extracto de la muestra en un vaso de 250 mililitros ; se añaden 10 mililitros de ácido nítrico y se hierve durante 10 minutos. (HNO_3).
- 3.- Se enfría la solución y se neutraliza con amoníaco, (NH_3) utilizando fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) como indicador.
- 4.- Se diluye la solución, contenida en el vaso, hasta 75 mililitros y se enfría ó se calienta (Según sea necesario) hasta 30 grados centígrados.
- 5.- Se añaden lentamente 45 mililitros de solución acidificada de molibdato amonico (f) (MoO_4H_2 ácido molibdico) ---- ($Mo_7O_{24}(NH_4)_6 \cdot 4H_2O$ molibdato amonico)

Reacción. -



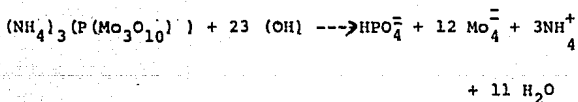
En presencia de iones amonio el ácido fosfomolibdico se transforma en fosfomolibdato amónico $(\text{NH}_4)_3\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4$.
(ácido fosfomolibdico $\text{H}_3\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4$)

- 6.- Se introduce el vaso de 250 mililitros en un baño de agua que se encuentra a 50 grados centigrados y se agita continuamente, durante 45 minutos.
- 7.- Se decanta el líquido sobrenadante y se filtra a través de un papel filtro de 8 centímetros de diámetro, procurando que la mayor parte de el precipitado quede en el vaso de 250 mililitros y recogiendo el líquido filtrado en un matraz de 500 mililitros.
- 8.- Se lava el matraz que contiene el precipitado con dos porciones de 25 mililitros de agua destilada (H_2O), agitando y dejando reposar después de cada adición, se decanta el líquido de lavado al papel filtro.
- 9.- Se transfiere el precipitado al filtro y se lava con 6 porciones de agua (H_2O) destilada fría de 20 mililitros.

10.- Se cambia el matraz que contiene el líquido por otro de 100 mililitros, se lava el precipitado llenando el filtro con agua destilada fría hasta 5 mililitros del borde superior. Se añade una gota de fenoltaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) y una gota de hidroxido de sodio (NaOH) 0.1 normal, se observa si aparece una coloración rosada en el líquido filtrado. En caso negativo se continua lavando el precipitado hasta que el líquido, procedente de llenar dos veces el filtro con agua destilada fría, dé color rosa al añadirle una gota de fenoftaleína y una gota de hidroxido de sodio 0.1 normal.

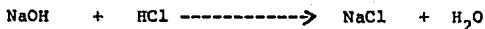
11. Se transfiere el precipitado y filtro a un vaso de 250 mililitros que contenga 50 mililitros de hidroxido de sodio (NaOH) 0.5 normal.

Reacciones. -



12.- Se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva el precipitado, se añaden tres gotas de solución alcohólica de fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) y se valora el exceso de hidroxido de sodio (NaOH) con ácido clorhídrico (HCl) 0.5 normal.

Reacciones.-



13.- Se calcula el contenido de anhídrido fosforico de la muestra, teniendo en cuenta que el extracto de p (peso de muestra extraído con agua) en gramos de muestra se diluye hasta 250 mililitros de los que se toman V (Volumen de solución de muestra tomada para la precipitación) mililitros para la determinación:

Porcentaje de anhídrido fosforico soluble en agua:

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 \text{ sol. en agua} = (V_1 f_1 - V_2 f_2) 0.5 \frac{250}{V} \frac{3.086}{1000} \frac{100}{P}$$

$$= (V_1 f_1 - V_2 f_2) \frac{38.57}{VP}$$

Siendo:

V= Volumen de solución tomada para la precipitación.

P= Peso de la muestra extraída con agua

V_1 = Volumen de hidroxido de sodio (NaOH) 0.5 normal, con factor f_1 empleado en la valoración.

V_2 = Volumen de ácido clorhídrico (HCl) 0.5 normal, con factor f_2 empleado en la valoración.

0.5 = normalidad de ácido clorhídrico y de hidróxido de sodio
empleados en la valoración.

250/ V = factor de dilución.

$$\frac{3.086}{1000} = \frac{142}{(46)(1000)} =$$

miliequivalente del anhídrido-
fosfórico (P_2O_5) en la reac-
ción de fosfomolibdato amónico
(NH_4)₃ ($P(Mo_3O_{10})_4$) con hi-
droxido de sodio (NaOH).

Determinación de anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en ci
trato amónico amoniacal ($(C_6H_5O_7)(NH_4)_3$). NH_4OH

MATERIAL.

Unas pinzas de acero inoxidable.
Un frasco de 250 mililitros con cierre hermético.
Un termómetro de 0 a 60 grados centigrados ($^{\circ}C$)
Un baño de agua caliente termostataado de 0 a 65 gra
dos centigrados ($^{\circ}C$).
Un embudo de 8 centímetros (cm.) de diámetro.
Un matraz aforado de 250 mililitros (ml.).
Una probeta de 25 mililitros (ml.).
Una probeta de 100 mililitros (ml.).
Una pipeta de 15 mililitros (ml.).
Una pipeta de 50 mililitros (ml.).
Un soporte de un metro.
Un aro, con nuez, de 6 centímetros de diámetro.
Un mechero Bunsen.
Una mufla.
Un pesasustancias.
Un vaso de 100 mililitros (ml.).
Dos vasos de 250 mililitros (ml.).
Un vaso de 400 mililitros (ml.).
Un vaso de 500 mililitros (ml.).
Un vaso de un litro.

Papel filtro de cenizas conocidas.

REACTIVOS.-

Citrato amónico amoniacal ($(C_6H_5O_7)(NH_4)_3$). NH_4OH .

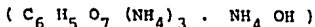
Solución de cloruro magnésico ($MgCl_2$ sol.).

Solución de cloruro amónico (NH_4Cl sol.).

Mezcla magnesiana (el cloruro amonico magnesico en solución amoniacal se llama mezcla magnesiana) ($MgCl_2 \cdot NH_4 \cdot 6$ acuosa).

Procedimiento.-

Extracción con citrato amónico amoniacal - - - - -



- 1.- Con unas pinzas bien limpias, se toma el filtro que contiene el residuo remanente de la extracción de anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en agua y se pasa a un frasco de 250 mililitros con cierre hermético.
- 2.- Se añaden al frasco 100 mililitros de solución de citrato amónico amoniacal ($C_6H_5O_7(NH_4)_3 \cdot NH_4OH$) calentada a 65 grados centigrados y se agita vigorosamente, de manera-

que el papel filtro se reduzca a pulpa.

3.- Se calienta el frasco, en un baño de agua caliente a 65 grados centigrados y se agita vigorosamente durante dos minutos y se vuelve a calentar a la misma temperatura, repitiendo esta operación cada cuarto de hora, hasta un total de 3 horas, después de la agitación que redujo el filtro a pulpa.

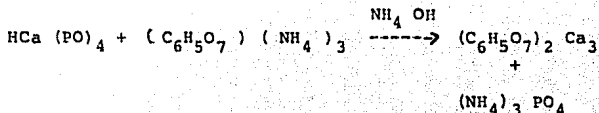
4.- Se pasa el contenido del frasco de 250 mililitros a un matraz aforado de 250 mililitros.

5.- Se lava el frasco con cuatro porciones de 25 mililitros de agua destilada y los lavados se pasan al matraz aforado de 250 mililitros.

6.- Se deja enfriar hasta temperatura ambiente el contenido del matraz aforado y se diluye hasta el enrase con agua (H₂O) destilada.

7.- Filtrar el contenido del matraz aforado, a través de papel filtro seco, con pliegues, colocado sobre un embudo de vidrios de 8 centímetros de diámetro.

Reacciones.-



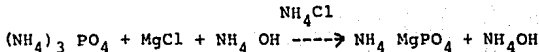
8.- Con una pipeta se toman 50 mililitros de la solución antes obtenida y se vierten en un vaso de 500 mililitros.

9.- Se añaden 100 mililitros de amoníaco concentrado (NH_3) y 15 mililitros de la solución de cloruro amónico - - (NH_4Cl) cloruro magnésico (Mg Cl_2) y amoníaco (NH_3) (esta mezcla recibe el nombre de mezcla magnésiana).

10.- Se agita durante tres horas, con una varilla de vidrio movida con un motor eléctrico a 45 revoluciones por minuto, ó en su lugar, se agita manualmente con una varilla de vidrio durante 10 minutos, sin tocar las paredes del vaso y se deja reposar durante doce horas.

11.- En cualquier caso, después de la agitación, se lava la varilla con dos porciones de 5 mililitros de solución acuosa de amoníaco ($\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \text{ ----} \rightarrow \text{NH}_4 \text{OH}$) y se añaden los lavados al vaso de 500 mililitros.

Reacciones.-



12.- Se filtran 180 mililitros del líquido sobrenadante, decantándolo a un papel filtro de cenizas conocidas, colocado sobre un embudo, recogiendo los cristales de fosfato amónico de magnesio arrastrados, en dicho filtro (el fosfato-

amonico magnesico es el siguiente NH_4MgPO_4).

13.- Se pasa a el papel filtro, cuidadosamente, todo el precipitado, arrastrandolo con el liquido que queda por -- filtrar.

14.- Se lava el vaso con tres porciones de 25 milili tros de amoniaco diluido, pasando los lavados al filtro que - contiene el precipitado de fosfato amonico de magnesio - - (NH_4MgPO_4).

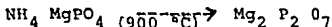
15.- Se lava de nuevo el precipitado con 10 mililitros de amoniaco diluido (NH_3 dil.), recogiendo el liquido filtrado en un tubo de ensaye de 15 mililitros, se añaden 3 gotas de -- nitrado de plata (AgNO_3) 0.1 normal al tubo de ensaye y se -- comprueba la ausencia de precipitado de cloruro de plata - - (AgCl). Si se forma este precipitado, debe lavarse de nuevo el filtro que contiene el fosfato amonico magnesico - - (NH_4MgPO_4) con solución de amoniaco hasta que el filtrado es te libre de cloruros.

16.- Se pasa el papel filtro a un crisol de porcelana de 4 centrimetros de diámetro, previamente calcinado a 900 -- grados centigrados, enfriado en un desecador y pesado, se ca- lienta en un mechero hasta que esté seco.

17.- Se pasa el crisol a un mufla y se calcina a 900-grados centigrados, durante una hora.

18.- Se deja enfriar la mufla hasta 300 grados centigrados, se saca el crisol de la mufla con unas pinzas metálicas y se deja enfriar en desecador, durante media hora.

Reacciones.-



19.- Se pesa el crisol y su contenido, a partir de el peso de pirofosfato magnesico ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$) obtenido, se calcula el contenido en anhídrido fosfórico (P_2O_5) en citrato amonico de la muestra.

% de anhídrido fosforico soluble en citrato mónico =

$$= \frac{142}{222.6} \quad \frac{250}{50} \quad \frac{100 \text{ P}}{\text{P}_1}$$

$$= \frac{318.9 \text{ P}}{\text{P}_1}$$

Siendo:

142 = peso molecular de anhídrido fosforico ($\text{P}_2 \text{O}_5$).

222.6 = peso molecular de pirofosfato magnésico ($P_2O_7Mg_2$)

250 = volumen a que se diluye la muestra.

50 = volumen de solución de la muestra tomada para la precipi
tación, en mililitros.

P_1 = peso de la muestra en gramos.

P = peso obtenido de pirofosfato magnésico ($P_2O_7Mg_2$).

Determinación del anhídrido fosfórico asimilable (P_2O_5) soluble en agua más soluble en citrato amónico ($C_6 H_5 O_7 (NH_4)_3 NH_4 OH$).

MATERIAL.

Un embudo de 8 centímetros de diámetro.

Un frasco de 250 mililitros con boca ancha y cierre hermético

Un densímetro para densidades del orden de 1.09

Una bureta de 50 mililitros.

Un cuentagotas.

Una probeta de 10 mililitros.

Una probeta de 50 mililitros.

Una probeta de 100 mililitros.

Una probeta de 250 mililitros.

Una probeta de 500 mililitros.

Un matraz aforado de 500 mililitros.

Unas pinzas de acero inoxidable.

Una pipeta de 100 mililitros.

Un potenciómetro medidor de pH.

Un termostato regulable a 65 grados centígrados ($^{\circ}C$), dotado con agitador para frascos de 250 mililitros.

Una pipeta de 10 mililitros.

Una pipeta de 15 mililitros.

Una pipeta de 25 mililitros.

Un vaso de 100 mililitros.

Un vaso de 250 mililitros.
 Un vaso de 400 mililitros.
 Un vaso de 500 mililitros.
 Un vaso de un litro.
 Papel filtro de cenizas conocidas.

REACTIVOS.-

Fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$).
 Acido nítrico concentrado (HNO_3).
 Acido cítrico cristalizado ($C_6H_8O_7$).
 Nitrato amónico (NH_4NO_3).
 Amoníaco concentrado (NH_3 con.).
 Trióxido de molibdeno (MoO_3).
 Hidróxido sódico en lentejas ($NaOH$).
 Acido clorhídrico centrado (HCl).

Obtención de citrato amónico ($C_6H_5O_7$) (NH_4)₃ con pH = 7; densidad = 1.09 a 20 grados centígrados.

1.- En un vaso de un litro se pesan 185 gramos de ácido cítrico cristalizado ($C_6H_8O_7$), se añaden 750 mililitros de agua destilada (H_2O) y se agita con una varilla de vidrio has ta que se disuelva todo el ácido.

2.- Lenta y cuidadosamente, se añaden 173 mililitros-

de amoniaco (NH_3) concentrado y se deja enfriar a temperatura ambiente.

3.- Se mide el pH de la solución utilizando un potenciometro.

4.- Se ajusta el pH de la solución a Ph 7, añadiendo solución de ácido cítrico al 10 por ciento (10 gramos en - - 100 mililitros de agua) ó hidroxido de amonio (NH_4OH) uno a siete según sea necesario.

5.- Se introduce en la solución un densímetro y si es necesario se diluye con agua destilada hasta que la densidad sea de 1.09 a 20 grados centígrados.

6.- Se guarda la solución en un frasco de vidrio y se manualmente se reajusta a un pH de siete.

Extracción de anhídrido fosforico (P_2O_5) asimilable.

1.- En un papel filtro de 9 centímetros de diámetro, con pliegues, se pesa con exactitud, un gramo de muestra, se coloca el filtro sobre un embudo de 8 centímetros de diámetro y se lava la muestra con doce porciones de 10 mililitros de agua destilada dejando filtrar totalmente cada porción del líquido antes de añadir otra.

2.- Con unas pinzas se toma el filtro, con el residuo de la extracción anterior, y se pasa a un frasco de 250 mililitros que contenga 100 mililitros de solución de citrato amónico ($C_6H_5O_7$) (NH_4)₃ calentada a 65 grados centígrados.

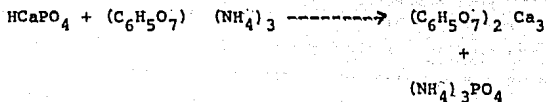
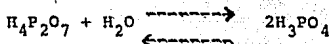
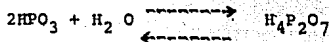
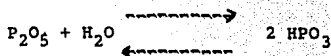
3.- Se lava el embudo con 10 mililitros de agua destilada, recogiendo los lavados en el matraz aforado de 500 mililitros.

4.- Se cierra herméticamente el frasco de 250 mililitros y se agita vigorosamente hasta que el filtro se reduzca a pulpa de papel.

5.- Se agita el frasco en un baño de agua calentada a 65 grados centígrados de forma que haya una dispersión continua de la muestra en la solución de citrato amónico ($C_6H_5O_7$)-(NH_4)₃.

6.- Exactamente una hora después de la adición del filtro al frasco se pasa todo el contenido de éste al matraz aforado de 500 mililitros.

Reacciones .-



7.- Se lava el frasco de 250 mililitros con seis porciones de 10 mililitros de agua (H_2O) destilada y se añaden al aforado de 500 mililitros.

8.- Se enfria el contenido del aforado hasta temperatura ambiente, se diluye hasta el enrase con agua destilada, se agita para homogenizar y se deja reposar durante dos horas.

Determinación de anhídrido fosfórico (C_2O_5)

1.- Se toman 25 mililitros del líquido transparente - que sobrenada en el matraz aforado de 500 mililitros y se vierten en un vaso de 250 mililitros.

2.- Se añaden 10 mililitros de ácido nítrico (HNO_3) y se hierve, durante 15 minutos.

3.- Se enfría hasta temperatura ambiente y se añaden 15 mililitros de la solución que contiene 10 gramos de nitrato amónico en 15 mililitros (NH_4NO_3).

4.- Se añade amoníaco hasta que se forme un precipitado que se disuelva lentamente tras una agitación vigorosa.

Este precipitado señala el punto de neutralización; si no se aprecia claramente dicho precipitado, se neutraliza la solución con amoníaco (NH_3), hasta pH 7 (utilizando papel indicador y una varilla de vidrio para apreciar el punto final) y después, se acidificara con ácido nítrico (HNO_3) normal.

5.- Se diluye hasta 100 mililitros y se determina el contenido de anhídrido fosfórico (P_2O_5) en la solución.

Reacciones.-



6.- Se añaden lentamente 45 mililitros de solución -- acidificada de molibdato amónico (f) ($\text{Mo}_7\text{O}_{24} (\text{NH}_4)_6 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$).

7.- Se introduce el vaso de 250 mililitros en baño de agua a 50 grados centígrados y se agita continuamente, duran-

te 45 minutos.

8.- Se decanta el líquido sobrenadante y se filtra a través de un papel filtro de 8 centímetros de diámetro, procurando que la mayor parte del precipitado quede en el vaso de 250 mililitros, recogiendo el líquido filtrado en un matraz o vaso de 500 mililitros.

9.- Se lava el precipitado con dos porciones de 25 mililitros de agua (H₂O) destilada agitando y dejando reposar después de cada adición, se decanta el líquido de lavado al papel filtro.

10.- Se transfiere el precipitado al filtro y se lava el precipitado con 6 porciones de 20 mililitros de agua (H₂O) destilada fría.

Reacciones.-



11.- Se cambia el vaso o matraz que contiene el líquido por otro de 100 mililitros, se lava el precipitado llenando el filtro con agua (H₂O) destilada fría hasta 5 milímetros del borde superior.

Se añade una gota de fenoftaleína (C₂₀H₁₄O₄) y una gota de sosa (NaOH) al 0.1 normal y se observa si aparece una

coloración rosada en el líquido filtrado. En caso negativo - se continúa lavando el precipitado hasta que el líquido, procedente de llenar dos veces el filtro con agua (H_2O) fría, de color rosa al añadirle una gota de hidróxido de sodio 0.1-normal (NaOH).

12.- Se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva el precipitado, se añaden 3 gotas de la solución alcohólica de fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) y se valora el exceso de hidróxido de sodio (NaOH) con ácido clorhídrico (HCl) 0.5 normal.

Reacciones.-



13.- Se calcula el contenido de anhídrido fosfórico (P_2O_5) de la muestra, teniendo en cuenta que el exceso de P_1 - (gramos de muestra) se diluyen hasta 500 mililitros y que se toman 25 mililitros para la determinación;

Porcentaje de anhídrido fosfórico asimilable (P_2O_5):

$$\% P_2O_5 \text{ asimilable} = (V_1 f_1 - V_2 f_2) 0.5 \frac{500}{25} \frac{3.086}{1000} \frac{100}{P_1}$$

V_1 = volumen de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 normal, con factor f_1 , empleado en la valoración.

V_2 = volumen de ácido clorhídrico (HCl) 0.5 normal, con factor f_2 , empleado en la valoración.

0.5 = normalidad de ácido clorhídrico (HCl) y hidróxido de sodio (NaOH) empleados. 500 / 25 factor de dilución.

$$\frac{3.086}{1000} = \frac{142}{46 \times 1000} = \text{millequivalente de anhídrido fosfórico (P}_2\text{O}_5\text{) en la reacción de fosfomolibdato amónico PO}_4\text{(NH}_4\text{)}_3 \cdot 12\text{MO}_3 \text{ con hidróxido de sodio (NaOH).}$$

De donde:

$$\% \text{ de P}_2\text{O}_5 \text{ asimilable} = 6.17 (V_1 f_1 - V_2 f_2)$$

Determinación de anhídrido fosforico (P_2O_5) total.

Para determinar el contenido total en anhídrido fosforico de los superfosfatos, se solubilizan éstos por disgregación con una mezcla de ácido clorhídrico (HCl) y ácido nítrico (HNO_3) concentrado, en proporción 3 a 1 de agua-regia, y después, se determina gravimétricamente o volumétricamente el contenido de el anhídrido fosforico (P_2O_5) en la solución de la muestra.

MATERIAL.

Un aro con nuez.

Un baño de agua caliente de 15 cm. de diámetro.

Un crisol de 4 cm. de diámetro.

Un desecador de 15 cm. de diámetro.

Un embudo de 8 cm. de diámetro.

Un matraz aforado de 500 ml.

Un matraz aforado de un litro.

Un matraz Erlenmeyer de 500 ml.

Un mechero Bunsen.

Una mufla.

Un pesafiltro.

Una pipeta de 10 ml.

Una pipeta de 50 ml.

Una probeta de 10 ml.
 Una probeta de 500 ml.
 Un soporte de 50 cm.
 Un vaso de 100 ml.
 Dos vasos de 250 ml.
 Un vaso de 400 ml.
 Dos vasos de 500 ml.
 Dos vasos de un litro.
 Papel filtro de cenizas conocidas.

REACTIVOS.

Molibdato amónico $(3(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{MoO}_3)_4\text{aq}$.
 Nitrato amónico (NH_4NO_3)
 Cloruro magnésico (MgCl_2)
 Cloruro amónico (NH_4Cl)
 Amoniaco concentrado (NH_3)
 Acido clorhídrico concentrado (HCl)
 Acido nítrico concentrado (HNO_3)
 Solución de cloruro magnésico (MgCl_2)
 Solución de cloruro amónico (NH_4Cl)
 Mezcla magnesiana $(\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{OH})$
 Solución de nitrato de plata (AgNO_3)

Preparación de reactivos.-

Molibdato amónico $(3(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{MoO}_3 \cdot 4 \text{ aq.}$

- 1.- Se pesan 75 gramos de molibdato amónico en un vaso de 500 mililitros y se disuelven en 300 mililitros de agua destilada.
- 2.- Se pasa la solución a un matraz aforado de 500 mililitros y se diluye al volumen con agua destilada.
- 3.- Se filtra.
- 4.- Al filtrado se le añaden, agitando, 500 mililitros de ácido nítrico (HNO_3) concentrado. Si la concentración de ácido nítrico es superior a la densidad 1.2, se produce un precipitado de ácido molibdico (H_2MoO_4) y debe diluirse, dicha solución, con un poco de agua destilada.
- 5.- Se agita la solución obtenida.
- 6.- Se deja reposar durante ocho días.
- 7.- Se filtra.

Solución de nitrato amónico (NH_4NO_3), al 15 %, con una porción de ácido nítrico (HNO_3).

Preparación de muestra.-

- 1.- Se pesan, con exactitud, 5 gramos de muestra en un pesafiltros.
- 2.- Se pasan, a un matraz Erlenmeyer de 500 mililitros.
- 3.- Se añaden 45 mililitros de la mezcla de ácido clorhídrico (HCl) concentrado (3;1) y ácido nítrico (HNO₃) concentrado.
- 4.- Se coloca el matraz en un baño de agua hirviendo, en una vitrina de buen tiro, y se mantiene en esas condiciones hasta que no se desprendan vapores nitrosos por espacio de una hora.
- 5.- Se deja enfriar.
- 6.- Se pasa la solución a un matraz aforado de 500 mililitros.
- 7.- Se lava el matraz con agua destilada y se pasan los lavados al matraz aforado de 500 mililitros.
- 8.- Se diluye la solución de la muestra hasta 500 mililitros con agua destilada.

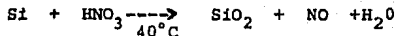
9.- Se filtra.

La sílice (SiO_2) interfiere en la determinación de fosfatos.

Si se sospecha su presencia en la disolución de la muestra, se toma la alícuota que se utilizara en la determinación analítica y se procede de la siguiente forma:

- 1.- Se evapora a sequedad calentando suavemente.
- 2.- Al residuo obtenido se agregan 5 mililitros de ácido nítrico (HNO_3) concentrado en agua destilada.
- 3.- Se agita y se calienta hasta 40 grados centígrados con lo cual queda precipitado el bióxido de silicio (SiO_2).
- 4.- Se filtra sobre un matraz aforado de igual volumen que la alícuota tomada.
- 5.- Se lava bien el filtro con agua caliente hasta que el líquido de lavado no presente acidez, recogiendo dicho líquido en el mismo matraz aforado.
- 6.- Se diluye al volumen con agua destilada.

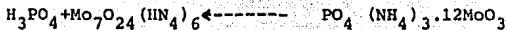
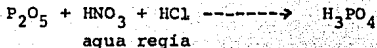
Reacción.-



Precipitación de fosfomolibdato amónico ($\text{PO}_4(\text{NH}_4)_3 \cdot 12\text{MoO}_3$)

- 1.- Se toman 50 mililitros de la solución de la muestra equivalente a 0.5 gramos de la misma y se vierten en un frasco de vidrio, cuya capacidad debe ser de 250 mililitros - si el producto a analizar contiene entre 20 y 50 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5).
- 2.- Se introduce el vaso en un baño de agua caliente a 90 grados centigrados.
- 3.- Se añaden, sin que el líquido añadido toque las paredes - del vaso 100 mililitros, de la solución de molibdato amónico $\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6$ por cada 0.1 gramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) que contenga la parte alícuota de muestra tomada para este análisis (100 mililitros para un abono -- que contenga 20 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5) ó 250 mililitros para un abono que contenga 50 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5) .
- 4.- Se deja depositar el precipitado de fosfomolibdato amónico ($\text{PO}_4(\text{NH}_4)_3 \cdot 12 \text{MoO}_3$) durante 6 horas.

Reacciones.-



Control de la precipitación:

- 1.- Sin remover el precipitado, se decanta una pequeña porción del líquido sobrenadante a un embudo que contenga un papel filtro, recogiendo el líquido filtrado en un vaso de 100 mililitros.
- 2.- Se recogen veinte mililitros del líquido filtrado y se añaden 2 mililitros de la solución de molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$).
- 3.- Se calienta suavemente y se observa si se forma precipitado amarillo. En caso negativo, puede asegurarse que no quedan fosfatos en la solución.
- 4.- Si aparece precipitado amarillo, se juntan las soluciones y precipitados obtenidos, se calienta en un baño de agua a 90 grados centígrados, se añaden 100 mililitros de la solución de molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en la --

forma antes indicada.

Disolución del precipitado.-

- 1.- Si filtra la mayor parte de el líquido, a través de papel con cenizas conocidas, decantándolo sin remover el precipitado.
- 2.- Se lava el vaso y el filtro, con solución de nitrato amónico dos veces.
- 3.- Se añade al vaso, que debe contener la mayor parte del -- precipitado, 15 mililitros de amoniaco (NH_3) concentrado- y 85 mililitros de agua destilada (H_2O).
- 4.- Se pasa, a dicho vaso, el papel filtro que contiene el -- resto del precipitado.
- 5.- Se agita con una varilla de vidrio, hasta que se logre la solución de todo el precipitado de fosfomolibdato amónico ($\text{PO}_4(\text{NH}_4)_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$).

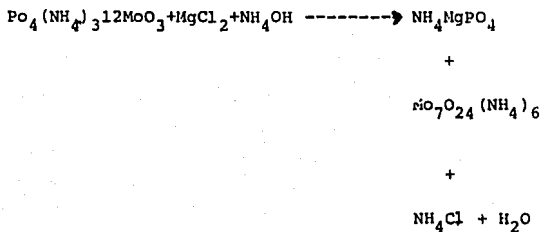
Precipitación de fosfato amónico magnésico (NH_4MgPO_4).

- 1.- A la solución obtenida en el apartado anterior, se le agrega mezcla magnesiana ($\text{MgCl}_2 + \text{NH}_4\text{OH}$), gota a gota, hasta

que no se produzca más precipitado (12 mililitros).

- 2.- Se agita con una varilla de vidrio, sin tocar las paredes del vaso para evitar que el precipitado quede adherido -- a las mismas.

Reacciones.-



- 3.- Se deja depositar el precipitado durante seis horas.

Control de precipitación.-

Para comprobar que la precipitación ha sido cuantitativa, se realizan las siguientes operaciones.-

- 1.- Se decanta una pequeña porción del líquido sobrenadante - a un embudo que contenga un papel filtro de cenizas conocida sin pliegues, recogiendo en un vaso de 100 mililitros

el líquido filtrado.

- 2.- Se recogen 20 mililitros de el líquido filtrado, se añaden 4 gotas de mezcla magnesiana ($MgCl + NH_4OH$) y se observa si se forma precipitado blanco. En caso negativo - puede afirmarse que no queden fosfatos en la solución y - se realiza, a continuación, la gravimetría del precipitado.

Si aparece un precipitado blanco, correspondiente a fosfato amónico magnésico (NH_4MgPO_4) se vierte el líquido filtrado en el vaso que contiene el precipitado, se lava, se añaden 5 mililitros de mezcla magnesiana ($MgCl_2 + NH_4OH$), se agita con una varilla de vidrio, se deja reposar 6 horas y se vuelve -- a realizar el control de la precipitación antes descrito.

Gravimetría del precipitado.-

- 1.- Se decanta la mayor parte del líquido sobrenadante, filtrándolo a través de el mismo filtro.
- 2.- Junto con las últimas porciones de líquido sobrenadante se transfiere el precipitado al filtro, se arrastran las partículas remanentes en un vaso con 10 mililitros de solución de amoníaco (NH_3) (amoníaco - agua) (1-2) se lava el vaso y el filtro con 20 mililitros de solución de amo-

niaco (NH_3).

- 3.- Se repite el lavado de el vaso y el filtro, con 4 porciones de 10 mililitros que contienen solución de amoniaco - (NH_3).
- 4.- Para comprobar que el precipitado esta bien lavado, se recoge el líquido de el último lavado en un vaso de 100 mililitros, se le agrega ácido nítrico (HNO_3), gota a gota, hasta que tenga una reacción ácida frente al papel indicador, se agregan 3 gotas de nitrato de plata 0.1 normal -- y se observa si se forma un precipitado blanco (AgNO_3 NITRATO DE PLATA): en caso afirmativo se continua con el lavado con amoníaco (NH_3) diluido, en caso negativo se da por terminado dicho lavado.
- 5.- Se pasa el precipitado que esta en el papel filtro y que es fosfato amónico magnésico (NH_4MgPO_4), a un crisol debidamente preparado y pesado.
- 6.- Se seca el papel y el precipitado sobre el mechero con -- una llama pequeña dentro de una vitrina.
- 7.- Se introduce el crisol, con el precipitado, en una mufla a 100 grados centigrados y se calcina a 900 - 1000 grados centigrados durante una hora o hasta que el residuo tenga

color blanco o gris.

- 8.- Se deja enfriar la mufla hasta 300 grados centigrados.
- 9.- Se saca el crisol de la mufla e inmediatamente, se coloca en un desecador y se deja enfriar en el durante una hora.
- 10.-Se pesa el crisol con el precipitado calcinado.
- 11.-Se calcula el porcentaje de anhídrido fosforico (P_2O_5) total contenido en la muestra.

Porcentaje de anhídrido fosforico total:

$$\begin{aligned} \% \text{ anhídrido fosforico total} &= \frac{142}{222.6} \cdot \frac{500}{50} \cdot \frac{100 P}{P_1} \\ &= 637.9 \cdot \frac{P}{P_1} \end{aligned}$$

Siendo:

142 = peso molecular de anhídrido fosforico (P_2O_5).

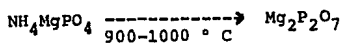
22.6 = peso molecular del pirofosfato magnesico ($Mg_2P_2O_7$).

500/50 = la muestra se diluye hasta 500 mililitros y se toman 50 mililitros para la precipitación.

P = peso del pirofosfato magnésico obtenido ($Mg_2P_2O_7$).

P_1 = peso de muestra disuelto y diluido hasta 500 mililitros

Reacción.-



Determinación volumétrica de anhídrido fosfórico (P_2O_5) total

MATERIAL

- Una pipeta de 25 mililitros.
- Un matraz aforado de 100 mililitros.
- Un matraz aforado de 200 mililitros.
- Un embudo de 8 centímetros de diámetro.
- Dos pipetas de 10 mililitros graduadas.
- Un baño de agua.
- Una probeta de 100 mililitros.
- Una bureta de 50 mililitros.
- Un vaso de 100 mililitros.
- Un vaso de 200 mililitros.
- Un vaso de 400 mililitros.
- Un vaso de un litro.

REACTIVOS

- Acido nítrico concentrado (HNO_3) con.
- Amoniaco (NH_3)
- Fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$).
- Hidróxido de sodio en lentejas ($NaOH$).
- Acido clorhídrico (HCl).
- Nitrato amónico (NH_4NO_3).
- Trióxido de molibdeno (MoO_3).

Preparación .-

- 1.- En un vaso de 200 mililitros se pesan, con exactitud, un gramo de muestra, se coloca en una vitrina con buen tiro y se añaden 10 mililitros de ácido nítrico (HNO_3) concentrado y 30 mililitros de ácido clorhídrico (HCl) concentrado.
- 2.- Se calienta hasta ebullición agitando con una varilla -- de vidrio durante 30 minutos.
- 3.- Se deja enfriar hasta temperatura ambiente y se diluye-- con agua destilada hasta 100 mililitros.
- 4.- Se pasa la solución de la muestra a un matraz aforado de 200 mililitros, se lava el vaso con tres porciones de 20 mililitros de agua destilada, se pasan los lavados al ma-- traz aforado, se diluye hasta el enrase con agua destila-- da y se agita para conseguir una solución homogénea. Si quedan partículas sin disolver, se filtra la solución a-- traves de papel filtro seco, recogiendo el filtrado en - un matraz Erlenmeyer de 250 mililitros.

Procedimiento.-

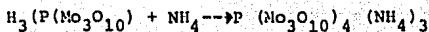
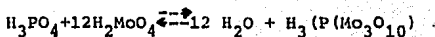
- 1.- Con una pipeta, se toma una porción de la solución que - contenga 0.2 gramos de muestra contenidos en anhídrido -

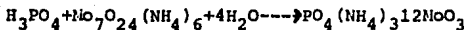
fosforico (P_2O_5) menores del 20 por ciento, y 0.1 gramos-- con contenido superior al 20 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5). Se añaden 10 mililitros de ácido nítrico -- (HNO_3) concentrado y, luego, hidroxido de amonio (NH_4OH)-- hasta que se forme precipitado que se disuelve poco a poco, al agitar vigorosamente.

2.- Se diluye la solución hasta 100 mililitros y se enfría -- 6 se calienta según sea necesario hasta 30 grados centí-- grados.

3.- Si la muestra contiene menos de el 20 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5), se añaden 35 mililitros de la solución acidificada de molibdato amónico ($Mo_7O_{24}(NH_4)_6 \cdot 4H_2O$) para que precipite todo el fósforo, y se contiene más del 20 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5) se añade suficiente molibdato amónico para que precipite todo el fósforo, lo cual se reconoce realizando la precipitación-- mediante adiciones sucesivas de 25 mililitros de solución acidificada de molibdato amónico ($3(NH_4)_2MoO_4 \cdot 4MoO_3$) y observando el momento en que se forma el precipitado.

Reacciones.-





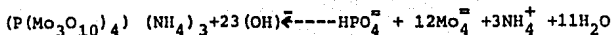
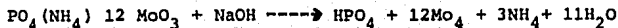
- 4.- Se agita la solución durante 30 minutos a temperatura am
biente.
- 5.- Se decanta el líquido sobrenadante, se filtra y se contin
ua el análisis en la forma siguiente.
- 6.- Se decanta el líquido sobrenadante, y se filtra a tra--
vés de papel filtro de 8 centímetros de diámetro, procur
ando que la mayor parte de el precipitado quede en el -
vaso de 250 mililitros y recogiendo el líquido en un ma-
traz de 500 mililitros.
- 7.- Se lava el precipitado con dos porciones de 25 mililitros
de agua destilada, agitando y dejando reposar despdes de
cada adición, y se decanta luego el líquido de lavado al
papel filtro.
- 8.- Se transfiere el precipitado al filtro y se lava con 6-
porciones de 20 mililitros de agua destilada fría.
- 9.- Se cambia el vaso ó matraz que contiene el líquido por--
otro de 100 mililitros, se lava el precipitado llenando-
el filtro con agua destilada fría hasta 5 mililitros del
borde superior. Se añade una gota de fenoftaleína -----

($C_{20}H_{14}O_4$) y una gota de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1-normal y se observa si aparece una coloración rosada en el líquido filtrado. En caso negativo se continúa lavando el precipitado hasta que el líquido, procedente de llenar dos veces el filtro con agua destilada fría, de color rosa al añadirle una gota de fenoftaleína ---- ($C_{20}H_{14}O_4$) y una gota de hidróxido de sodio 0.1 normal (NaOH).

10.- Se transfiere el precipitado y el filtro a un vaso de 250 mililitros que contenga 50 mililitros de hidróxido de sodio 0.5 normal (NaOH).

11.- Se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva el precipitado, se añaden tres gotas de solución alcohólica de fenoftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) se valora el exceso de hidróxido de sodio (NaOH) con ácido clorhídrico ---- (HCl) 0.5 normal.

Reacciones.-



12.- Se calcula el contenido de anhídrido fosforico (P_2O_5)-- total, teniendo en cuenta el volumen a que se diluyo la muestra y el volumen de la parte alícuota tomada para la determinación.

$$\text{Porcentaje de anhídrido fosforico} = (V_1 f_1 - V_2 f_2) \cdot 0.5 \frac{3.086}{100} \frac{200}{25}$$

100

$$\text{siendo.-} \quad = \frac{P}{V_1 f_1 - V_2 f_2} \cdot 1.2 \frac{3}{P} \frac{4}{4}$$

P= peso de muestra tomado para el análisis

V_1 = volumen de hidróxido de sodio 0.5 normal, con factor f_1 empleado en la valoración. $f_1 = 20$ / volumen de sosa -- NaOH empleado en valoración de ácido oxalico.

V_2 = volumen de ácido clorhídrico 0.5 normal , con factor f_2 - empleado en la valoración . $f_2 = V_1 f_1 / 25$ mililitros de - ácido clorhídrico, V_1 y f_1 de sosa (NaOH).

Determinación de anhídrido fosfórico (P_2O_5) insoluble en citrato amónico ($C_6H_5O_7$) $(NH_4)_3$.

MATERIAL

- Un embudo de 8 centímetros de diámetro.
- Un aro, con nuez, de 6 centímetros de diámetro.
- Un soporte de un metro.
- Un frasco de 250 mililitros con cierre hermético.
- Un termómetro para $65^{\circ}C$ (grados centígrados).
- Un baño de agua termostataado de 65 grados centígrados.
dotado de agitador para vasos de 250 mililitros.
- Un matraz Kitasato de 250 mililitros.
- Un embudo Buchner de 5 centímetros de diámetro.
- Una pipeta de 25 mililitros.
- Una probeta de 25 mililitros.
- Una mufla.
- Un crisol de porcelana.
- Unas pinzas metálicas para mufla.
- Un matraz aforado de 250 mililitros.
- Una pipeta de 100 mililitros
- Papel filtro de cenizas conocidas.

Reactivos.-

Nitrato amónico (NH_4NO_3).

Trióxido de molibdeno (MoO_3).

Hidróxido de sodio en lentejas (NaOH).

Acido clorhídrico concentrado (HCl).

Acido nítrico concentrado (HNO_3).

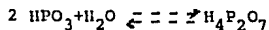
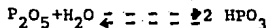
Extracción de anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en agua --- (H_2O), y soluble en citrato amónico ($(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) (\text{NH}_4)_3$).

- 1.- En un papel filtro de 9 centímetros de diámetro, con pliegues, se pesan, con exactitud, un gramo de muestra, se coloca el filtro sobre un embudo de ocho centímetros de diámetro y se lava la muestra con doce porciones de 10 - mililitros de agua destilada, recogiendo el extracto en un matraz aforado de 500 mililitros y dejando filtrar totalmente cada porción de líquido antes de añadir otra.
- 2.- Con unas pinzas se toma el filtro, con el residuo de la extracción anterior, y se pasa a un frasco de 250 mililitros que contenga 100 mililitros de la solución de citrato amónico ($(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) (\text{NH}_4)_3$) calentada a 65 grados centígrados.

- 3.- Se lava el embudo con 10 mililitros de agua destilada, re cogiendo los lavados en el matraz aforado de 500 mililitros.
- 4.- Se cierra herméticamente el frasco de 250 mililitros y se agita vigorosamente hasta que el filtro se reduzca a pulpa de papel.
- 5.- Se agita el frasco en un baño de agua calentada a 65 grados centígrados, de forma que haya una dispersión continua de la muestra en la solución de citrato amónico $((C_6H_5O_7)(NH_4)_3)$.
- 6.- Exactamente una hora después de la adición al frasco de 250 mililitros del filtro con la extracción de anhídrido fosforico (P_2O_5) soluble en agua, se detiene el aparato agitador y se saca el frasco del baño de agua caliente.
- 7.- Inmediatamente se filtra rápidamente, con succión, a través de papel Watman # 5, sobre un embudo Buchner de 5 centímetros de diámetro.
- 8.- Se lava el residuo, con porciones de 25 mililitros de agua (H_2O) destilada calentada a 65 grados centígrados, hasta tener un volumen de 350 mililitros, dejando filtrar todo el líquido antes de cada nueva adición.

Si el filtrado tiende a enturbiarse, al lavar con agua destilada (H_2O), se lava con solución de citrato amónico al 5 por ciento ($(C_6H_5O_7)(NH_4)_3$), en lugar de lavar con agua.

Reacciones.-



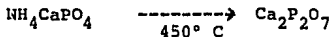
Determinación de anhídrido fosforico (P_2O_5) que esta en el residuo del citrato amonico $(C_6H_5O_7)(NH_4)_3$.

- 1.- Con unas pinzas se toma cuidadosamente el papel filtro que contiene el residuo de la extracción con citrato amónico $(C_6H_5O_7)(NH_4)_3$ y se pasa a un crisol de porcelana de cuatro centímetros de diámetro.
- 2.- Se seca el papel filtro, calentando el crisol con la llama del mechero Bünsen, con el residuo de la extracción y se pasa a una mufla.
- 3.- Se calcina el contenido del crisol a 450 grados centígrados durante dos horas; se deja enfriar la mufla hasta 300

grados centígrados, se saca el crisol con una pinzas metálicas y se observan las cenizas, que deben ser blancas o grises. En caso contrario, se vuelve a calcinar durante una hora a 450 grados centígrados.

- 4.- Una vez que las cenizas sean blancas o grises, se deja enfriar el crisol y su contenido, hasta temperatura ambiente y se añaden 15 mililitros de ácido clorhídrico -- (HCl) concentrado.
- 5.- Se agita con una varilla de vidrio, se calienta dentro de una vitrina con un buen tiro, hasta que hierva la solución, se vuelve a agitar con una varilla de vidrio y se mantiene en ebullición suave durante 5 minutos.
- 6.- Se enfría la solución, se diluye hasta 30 mililitros con agua (H₂O) destilada, se filtra, a través de papel filtro a un matraz aforado de 250 mililitros, se lava el crisol y el filtro, con seis porciones de 10 mililitros de agua destilada y se diluye el contenido del matraz aforado -- hasta el enrase con agua (H₂O) destilada.
- 7.- Se determina el contenido de anhídrido fosforico (P₂O₅)- insoluble en citrato amónico (C₆H₅O₇) (NH₄)₃.NH₄OH teniendo en cuenta el peso de la muestra tomada, y las disoluciones realizadas.

Reacciones.-



Porcentaje de anhídrido fosforico (P_2O_5) insoluble en citrato-amónico ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$) (NH_4)₃+ NH_4 OH

% de P_2O_5 insoluble en citrato amónico =

$$= (V_1 F_1 - V_2 F_2) \cdot 0.5 \frac{250}{100} \frac{3.086}{1000} \frac{100}{P_1}$$

$$= (V_1 F_1 - V_2 F_2) \frac{0.3357}{P_1}$$

Donde:

P_1 = peso de muestra tomada

V_1 = volumen de NaOH 0.5 N, con factor F_1 empleado en la valoración.

V_2 = volumen de ácido clorhídrico (HCl) 0.5 N, con factor F_2 empleado en la valoración.

Determinación anhídrido fosforico (P_2O_5) total en abonos orgánicos por medio de vanadomolibdato ($Mo_7O_{24}(VO_3)_6$) en el método colorimétrico.

MATERIAL

- Una probeta de 50 mililitros.
- Una probeta de 250 mililitros.
- Un matraz aforado de un litro.
- Un matraz Kjendahl de 200 mililitros.
- Un matraz aforado de 250 mililitros.
- Nueve matraces aforados de 100 mililitros.
- Una pipeta de 5 mililitros.
- Un espectrofotómetro.
- Un vaso de 250 mililitros.
- Un vaso de un litro.
- Un mechero de gas.
- Un trípode.
- Una rejilla.
- Unas pinzas para matraz.
- Una nuez metálica.

REACTIVOS

- Acido sulfurico concentrado (H_2SO_4).
- Acido perclórico concentrado ($HClO_4$).

Molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6$).

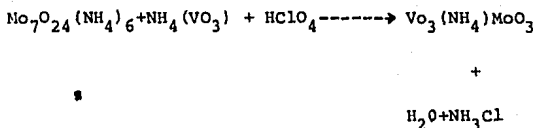
Nitrato de sodio ó nitrato de potasio (NaNO_3 , KNO_3)

Vanadato amónico ($\text{NH}_4(\text{VO}_3)$).

Solución de Vanadomolibdato amónico ($\text{VO}_3(\text{NH}_4)$. MoO_3).

- 1.- En un vaso de 250 mililitros, se pesan 20 gramos de molibdato amónico, tetranidratado, se le añaden 200 mililitros de agua (H_2O) destilada, calentada a 90 grados centígrados, se calienta suavemente, se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva la sal y se deja enfriar la solución.
- 2.- En un vaso de un litro se vierten 125 mililitros de agua (H_2O) destilada, se calienta hasta ebullición, se añade un gramo de vanadato amónico ($\text{NH}_4(\text{VO}_3)$), se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva la sal y se deja enfriar la solución.
- 3.- Al vaso de un litro, que contiene la solución de vanadato amónico ($\text{NH}_4(\text{VO}_3)$), se le añaden 225 mililitros de ácido perclórico (HClO_4) del 70 por ciento.
- 4.- Se añade lentamente y agitando la solución de molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6$) a la solución ácida de vanadato amónico ($\text{NH}_4(\text{VO}_3)$).

Reacciones.-

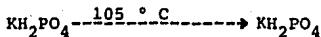


Solución patrón de fosfato monopotásico (KH_2PO_4).-

- 1.- En un pesafiltro se colocan 2.5 gramos de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) y se secan a 105 grados centígrados durante dos horas.
- 2.- En un vaso de 100 mililitros se pesan 1.917 gramos de fosfato monopotásico (KH_2PO_4), seco, se añaden 50 mililitros de agua (H_2O) destilada y se agita con una varilla de vidrio hasta que se disuelva.
- 3.- Se pasa la solución a un matraz aforado de un litro, se lava el vaso de 100 mililitros con 5 porciones de 20 mililitros de agua (H_2O) destilada, pasando los lavados al matraz aforado de un litro y se diluye la solución, hasta el enrase con agua destilada (H_2O). Esta solución contiene un miligramo de anhídrido fosfórico (P_2O_5) por mililitro.
- 4.- Con las pipetas correspondientes se toman 20, 25, 30, --

35, y 40 mililitros de la solución de un miligramo de anhídrido fosforico (P_2O_5) por mililitro, se vierte cada uno de estos volúmenes en un matraz aforado de 50 mililitros y se diluyen todos, hasta el enrasc con agua destilada. Estos matraces aforados contendrán 0.4, 0.5, -- 0.6, 0.7, y 0.8 miligramos de anhídrido fosforico por mililitro (P_2O_5).

Reacción.-



Preparación.-

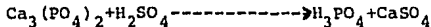
- 1.- Se pesa un gramo de muestra y se pasa, a un matraz kjendal de 200 mililitros.
- 2.- Se añaden 30 mililitros de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado, se calienta hasta ebullición y se hierve, durante 10 minutos.
- 3.- Se deja enfriar y se añaden 4 gramos de nitrato de sodio ($NaNO_3$) ó nitrato de potasio (KNO_3).
- 4.- Se calienta de nuevo y se hierve durante 30 minutos ó --

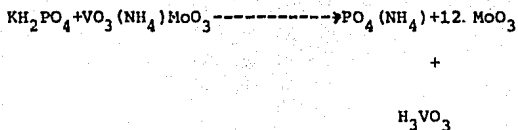
más tiempo si la solución permanece oscura y no se hace--
transparente en ese tiempo.

- 5.- Cuando la solución está casi incolora se deja enfriar y se añaden 0.3 gramos de nitrato de sodio (NaNO_3).
- 6.- Se calienta de nuevo hasta que la solución esté practicamente incolora.
- 7.- Se enfría, se añaden 150 mililitros de agua destilada --- (H_2O) y se hierve durante 10 minutos.
- 8.- Se deja enfriar, se transfiere la solución, a un matraz - aforado de 250 mililitros y se diluye hasta dicho volumen con agua (H_2O) destilada.

Si el contenido en anhídrido fosforico (P_2O_5) de la -- muestra es superior al 5 porciento, debe diluirse la solución obtenida de manera que la solución contenga 0.4 y 1 miligramo por mililitro de anhídrido fosforico (P_2O_5).

Reacciones.-





Análisis colorimétrico.-

Se toman nueve matraces aforados de 100 mililitros y se vierten en ellos las cantidades que se indican de las soluciones siguientes.-

En el primer aforado, 5 mililitros de agua (H_2O) bi--destilada.

En el segundo, 5 mililitros de la solución patrón que contiene 0.4 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por mililitro (en el matraz aforado habrá 2 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por 100 mililitros).

En el tercero, 5 mililitros de la solución patrón que contiene 0.5 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por mililitro.

En el aforado número cuatro, 5 mililitros de la solución patrón con 0.6 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por mililitro.

En el quinto matraz aforado, 5 mililitros de la solución patrón con 0.7 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) - por mililitro.

En el sexto matraz aforado, 5 mililitros de la solución patrón con 0.8 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) - por mililitro.

En el séptimo matraz aforado, 5 mililitros de la solución patrón con 0.9 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) - por mililitro.

En el octavo matraz aforado, 5 mililitros de la solución patrón con un miligramo de anhídrido fosforico (P_2O_5) por mililitro (en este matraz aforado habra 5 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por cien mililitros.

En el noveno matraz aforado, 5 mililitros de solución con la muestra.

2.- Se añaden 45 mililitros de agua destilada a cada uno de los matraces aforados.

3.- Se añaden a los mismos, 20 mililitros de la solución de molidovanadato amónico ($VO_3(NH_4).MoO_3$), se agita para conseguir una mezcla homogénea y se anota la hora en que-

se realiza la adición a cada matraz aforado.

4.- Se diluyen las soluciones contenidas en los matases aforados, hasta su enrase con agua destilada.

5.- Se tapan bien los matraces aforados y se agitan, por volteo, para conseguir soluciones homogéneas.

6.- Se deja reposar diez minutos.

7.- Se toman dos celdas del espectrofotómetro y se señalan, por la parte no utilizable, con un lápiz grueso, para poder diferenciarlas.

8.- A los diez minutos de la adición del molibdo vanadato amónico ($\text{VO}_3(\text{NH}_4) \cdot \text{MoO}_3$), se llenan las dos celdas del espectrofotómetro con la solución que contiene 2 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por cien mililitros, se ajusta el espectrofotómetro de cero, a 460 micrometros con una de las celdas se mide la absorción óptica a 460-micrometros de la solución contenida en la otra celda con referencia a la primera.

La segunda celda debe tener una absorción igual a la primera o dar una lectura de 0.001 de absorbancia como máximo.

Si la segunda celda tiene una absorción menor que la primera, se invierte el orden de las mismas. De esta forma podrán corregirse las diferencias de absorción que existen entre las celdas.

9.- Se ajusta el espectrofotómetro con la celda que da menos absorción y se mide la absorción óptica a 460 micrometros de las otras soluciones utilizando la otra celda y con el aparato ajustado a cero con la solución que contiene dos miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por cien -- mililitros.

10.-Para controlar el ajuste de el aparato se mide de nuevo la absorción de esta última solución al final de cada serie.

11.-Se dibuja una curva patrón que relacione las absorciones ópticas de las soluciones patrones con su contenido en anhídrido fosforico (P_2O_5) y se calcula el contenido en anhídrido fosforico (P_2O_5) de la muestra, teniendo en cuenta que un gramo de la misma se diluyo hasta 250 mililitros si no se ha hecho otra dilución, de los cuales se han tomado cinco mililitros para la determinación.

12.-Si la absorción óptica es menor que la correspondiente a la solución que contiene 2 miligramos de anhídrido fos

fosforico (P_2O_5) por 100 mililitros, se toma otra parte alícuota de 5 mililitros de solución muestra, se vierte en un matraz aforado de 100 mililitros, se añaden 45 mililitros de agua (H_2O) destilada, 5 mililitros de la solución patrón con 0.4 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por mililitro y 20 mililitros de la solución de molibdovanadato amónico, ($VO_3(NH_4).MoO_3$) se agita, se diluye hasta el volumen del aforado, se vuelve a agitar se deja reposar y a los 10 minutos de la adición de molibdovanadato amónico, ($VO_3(NH_4).MoO_3$) se mide la absorción óptica en el espectrofotómetro a 460 micrometros en la forma indicada anteriormente.

En este caso, al calcular el contenido de anhídrido fosforico (P_2O_5) de la muestra, debe sustraerse el anhídrido fosforico (P_2O_5) añadido del encontrado.

Teniendo en cuenta que se aforó a 250 mililitros y se tomaron 5 mililitros para la determinación:

Porcentaje de anhídrido fosforico (P_2O_5) en la muestra.-

$$\% \text{ de } P_2O_5 = \frac{\text{[miligramos de } P_2O_5 \text{ encontrados} - 2]}{\text{-----}} \cdot 100$$

20

13.-Si la absorción óptica de la solución con muestra es superior a la que contiene 5 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) por 100 mililitros, se toma, con una pipeta,

una parte alícuota de la solución con muestra que esta contenida en el matraz aforado de 250 mililitros y se diluye a el volumen adecuado para que en un volumen de 5 mililitros haya 2 y 5 miligramos de anhídrido fosforico (P_2O_5) de esta solución en la misma forma expuesta anteriormente.

El contenido de anhídrido fosforico (P_2O_5) en la muestra se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ de } P_2O_5 = \frac{\text{miligramos de } P_2O_5 \text{ encontrados en curva patrón}}{\text{miligramos de la muestra en la alícuota tomada}} \cdot 100$$

Determinación de anhídrido fosfórico (P_2O_5) total en abonos-orgánicos. (método gravimétrico de pirofosfato magnésico --- (MgP_2O_7)).

MATERIAL

Una capsula de porcelana de 10 centímetros de diámetro.

Un baño de arena.

Un matraz Erlenmeyer de 200 mililitros.

Una probeta de 25 mililitros.

Un embudo de 8 centímetros de diámetro.

Un áro, con nuez, de 6 centímetros de diámetro.

Un soporte de un metro

Una mufla.

Un vaso de 100 mililitros.

Un vaso de 250 mililitros.

Un crisol de porcelana de 4 centímetros de diámetro.

REACTIVOS

Hidroxido de calcio ($Ca(OH)_2$).

Acido clorhídrico concentrado (HCl).

Acido nítrico concentrado (HNO_3).

Cloruro magnésico ($MgCl_2$).

Cloruro amónico (NH_4Cl).

Amoniaco concentrado ($\text{NH}_4\text{OH} \rightleftharpoons \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$)

Molibdato amónico ó anhidrido molibdico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$).

Preparación de muestra.-

Se pesan dos gramos de muestra en una capsula de porcelana de 5 centímetros de diámetro.

- 2.- Se añade agua destilada, lentamente, hasta que la muestra este uniformemente humedecida.
- 3.- Se añaden 0.1 gramos de hidroxido de calcio (CaOH) y se mezcla todo uniformemente con una varilla de vidrio.
- 4.- Se seca la muestra humedecida, calentandola en un baño de arena.
- 5.- Se calcina la muestra en una mufia a 450 grados centígrados durante dos horas.
- 6.- Se pasa el residuo de la calcinación a un matraz Erlenmeyer de 200 mililitros.
- 7.- Se vierten en la cápsula 15 mililitros de ácido clorhídrico concentrado, se remueve el residuo adherido a la -

capsula con una varilla de vidrio y se pasa todo el matraz Erlenmeyer de 200 mililitros.

- 8.- Se lava la cápsula con 10 mililitros de agua (H_2O) destilada, pasando el líquido de lavado a el matraz de 200 mililitros.
- 9.- Se vierten en la cápsula otros 15 mililitros de ácido --- clorhídrico (HCl) concentrado, se remueve con la varilla de vidrio, se pasa el líquido al matraz Erlenmeyer y se lava de nuevo la cápsula con 10 mililitros de agua destilada.
- 10.-Se calienta la solución hasta que comience a hervir y se mantiene la ebullición durante 15 minutos.
- 11.-Se pasa el contenido del matraz a una cápsula de porcelana de 5 centímetros de diámetro, se lava el matraz con -- cuatro porciones de 10 mililitros de agua destilada y se vierten los lavados en la cápsula de 5 centímetros de diámetro.
- 12.-Se evapora el agua hasta sequedad para insolubilizar la sílice (Si).
- 13.-A el residuo se le añaden 10 mililitros de ácido nítrico-

(HNO_3) concentrado y 10 mililitros de agua (H_2O) destilada, y se calienta en baño de arena, durante 5 minutos.

14.-Se filtra la solución recogiendo el filtrado en un vaso de 250 mililitros.

15.-Se lava la cápsula con porciones de 5 mililitros de agua (H_2O) destilada calentada a 60 grados centígrados hasta que una gota del líquido del lavado, filtrado, no de reacción ácida frente a el papel indicador de pH.

Procedimiento de análisis.-

1.- Se toman 50 mililitros de solución con muestra equivalente a 0.5 gramos de la misma, y se vierten en un vaso de vidrio, cuya capacidad debe ser de 250 mililitros si el producto a analizar contiene 20 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5), ó 400 mililitros si el producto a analizar contiene entre el 50 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5).

2.- Se introduce el vaso a un baño de agua caliente a 90 grados centígrados.

3.- Se añaden, sin que el líquido añadido toque las paredes del vaso, 100 mililitros, aproximadamente, de solución --

de molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) por cada 0.1 gramos de anhídrido fosforico que contenga la porción alícuota de muestra tomada para este análisis (100 mililitros para un abono que contenga 20 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5) ó 250 mililitros para un abono que contenga un 50 por ciento de anhídrido fosforico (P_2O_5)).

- 4.- Se deja reposar el precipitado de fosfomolibdato amónico durante 6 horas.

Control de la precipitación.-

- 1.- Sin mover el precipitado, decantar una pequeña porción de líquido sobrenadante a un embudo que tenga papel filtro, recogiendo el líquido filtrado en un vaso de 100 mililitros.
- 2.- Se recogen 20 mililitros del líquido filtrado y se añaden 2 mililitros de solución con molibdato amónico ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).
- 3.- Se calienta suavemente y se observa si se forma precipitado amarillo. En caso negativo, puede asegurarse que no quedan fosfatos (H_3PO_4) en la solución.
- 4.- Si aparece precipitado amarillo, se juntan las soluciones

y precipitados obtenidos, se calientan en un baño de agua (H_2O) a 90 grados centigrados, se añaden 100 mililitros de la solución con molibdato amónico ($Mo_7O_{24}(NH_4)_6 \cdot 4H_2O$) y se precipita el fosfomolibdato amónico ($PO_4(NH_4)_3 \cdot 12MoO_3$).

Disolución del precipitado.-

- 1.- Se filtra la mayor parte del líquido, a través de papel de cenizas conocidas, decantandolo sin remover el precipitado.
- 2.- Se lava el vaso, que debe contener la mayor parte de el precipitado, 15 mililitros de amoniaco concentrado (NH_3) y 85 mililitros de agua destilada.
- 4.- Se pasa a dicho vaso, el papel filtro que contiene el resto del precipitado.
- 5.- Se agita con una varilla de vidrio, hasta que se logre la solubilidad de todo el precipitado de fosfomolibdato amónico ($PO_4(NH_4)_3 \cdot 12MoO_3$).

Precipitación de fosfato amónico magnésico (NH_4MgPO_4).

- 1.- A la solución obtenida en el apartado anterior, se le a-

grega mezcla magnesiana ($MgCl_2 + NH_4OH$ ----- $NH_4Cl + MgCl$), -
gota a gota, hasta que no produzca más precipitado, se --
agregan 12 mililitros.

- 2.- Se agita con una varilla de vidrio, sin tocar las paredes del vaso para evitar que el precipitado quede adherido a las mismas.
- 3.- Se deja depositar el precipitado durante 6 horas.

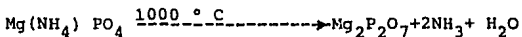
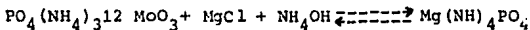
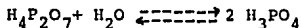
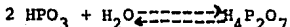
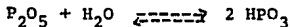
Control de la precipitación.-

Para comprobar si la precipitación ha sido cuantitativa, se hace lo siguiente.-

- 1.- Se decanta una pequeña porción del líquido sobrenadante - a un embudo que tenga un papel filtro de cenizas conocidas, sin pliegues, recogiendo en un vaso de 100 mililitros el líquido filtrado.
- 2.- Junto con las últimas porciones de líquido, se transfiere el precipitado al filtro, se arrastran las partículas remanentes en el vaso con 10 mililitros de solución de amoníaco (NH_3) (amoníaco - agua 1-2) y se lava el vaso y el filtro con 20 mililitros de dicha solución diluida de amoníaco (NH_3).

- 3.- Se repite el lavado del vaso y del filtro, con 4 porciones de 10 mililitros de amoníaco (NH_3).
- 4.- Para comprobar si el precipitado esta bien lavado, se recoge el líquido lavado en un vaso de 100 mililitros, se le agrega ácido nítrico (HNO_3), gota a gota, hasta que -- tenga una reacción ácida frente a el papel indicador, se agregan tres gotas de solución de nitrato de plata (AgNO_3) 0.1 normal y se observa si se forma un precipitado blanco. En caso afirmativo se continúa el lavado con amoníaco --- (NH_3) diluido y en caso negativo se da por terminado dicho lavado.
- 5.- Se pasa el papel filtro, que contiene el precipitado de - fosfato amónico magnésico (NH_4MgPO_4), a un crisol debidamente preparado y pesado.
- 6.- Se seca el papel filtro y el precipitado sobre el mechero con una llama pequeña y en una vitrina.
- 7.- Se introduce el crisol, con el precipitado, en una mufla a 100 grados centígrados y se calcina a 1000 grados - centígrados durante una hora hasta que el residuo tenga - un color blanco ó gris.
- 8.- Se deja enfriar la mufla hasta 300 grados centígrados.

Reacciones.-



9.- Se saca el crisol de la mufla e, inmediatamente, se coloca en un desecador y se deja enfriar en el durante una hora.

10.-Se pesa el crisol con el precipitado calcinado.

11.-Se calcula el contenido de anhídrido fosforico (P_2O_5) total de la muestra:

$$\begin{aligned} \text{Por ciento de anhídrido fosforico} &= \frac{142 \times 100 P}{222.6 R_1} \\ &= 63.79 \frac{P}{P_1} \end{aligned}$$

Siendo:

P = Peso de pirofosfato magnésico (MgP_2O_7)

P_1 = peso de muestra analizada

142 = peso molecular de anhídrido fosforico (P_2O_5)

22.6 = peso molecular de pirofosfato magnésico.

(MgP_2O_7)

CONCLUSIONES

El campo a nivel mundial ocupa un lugar muy importante, esto se debe a que de este sitio obtenemos cereal, frutas y legumbres, en general alimentos de origen vegetal los cuales son indispensables en la alimentación del hombre por lo que es muy importante que los vegetales ó plantas tengan la cantidad adecuada de fertilizantes ya que su carencia repercute en el desarrollo de las plantas y por lo tanto se tendrá un faltante en alimentos de origen vegetal. De ahí la importancia del análisis químico de fertilizantes siendo el que nos ocupa un análisis de fertilizantes fosforados. Por lo que un control de calidad en fertilizantes es importantísimo ya que de él dependen las características de los compuestos fosforados que saldrán de las fábricas para adicionarse a las plantas, siendo los análisis químicos más importantes los que a continuación se enumeran:

- 1.- Anhídrido fosforico soluble en agua.
- 2.- Anhídrido fosforico soluble en soluciones acuosas de citrato amónico.
- 3.- Anhídrido fosforico asimilable.

Esto se debe a que, la absorción, por las plantas, de los fosfatos calícos se relacionan con su solubilidad.

B I B L I O G R A F I A

Association of Official Agricultural Chemists, Official Methods of Analysis . A. O. A. C. , 1965.

F. E. Bear, Soils and Fertilizer, Cuarta Edición, 1953.

Fausser, G. , Chemical Fertilizers. Pergamon Press. Tamburini Editore. Milán, 1968.

Frear, D. E. H. Tratado de Química Agrícola, tomo II Salvat - Ed. Barcelona, 1956.

G. H. Collings, Comercial Fertilizers, quinta edición, 1955.

J. M. Turrentine, Potash in North America 1943.

K. D. Jacob editor, Fertilizer Technology and Resources in the United States 1953.

Mc Vickar, M. H. , Bridger, G. L. y Nelson, L. B. Fertilizer Technology and Usage. Soil Science Soc, Ame. Wisconsin, - 1963.

Sauchelli , V. , Fertilizer Nitrogen, its Chemistry and Technology Reinhold Publisher . Co. Nueva York, 1964.

Sauchelli , V., Chemistry An Technology of Fertilizers.

Reinol Publish Co. Nueva York, 1960

Slack, A. V., Chemistry and Technology of Fertilizers Inters-

science Publishers. Nueva York, 1967.