

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

---

**FACULTAD DE QUIMICA**

**DETERMINACION COLORIMETRICA DE  
FOSFORO EN ROCAS**

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

**Q U I M I C O**

P R E S E N T A

MARTA SUSANA GARCIA RODRIGUEZ

MEXICO, D. F.

1973

M-174429



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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 esta 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.

PRESIDENTE	PROF:	FRANCISCO FERNANDEZ
VOCAL	PROF:	ANTONIO CAMPERO
SECRETARIO	PROF:	ALBERTO OBREGON P.
1er SUPLENTE	PROF:	ENRIQUE FUENTES C.
2º SUPLENTE	PROF:	CARLOS ARANGO

Sitio donde se desarrolló el tema: Instituto de Geología

Sustentante: Marta Susana García Rodríguez

Asesor del tema: Ing. Quim. Alberto Obregón Pérez

## INTRODUCCION

En el año de 1970 se organizaron los trabajos de análisis de rocas en el Instituto de Geología de la U.N.A.M. sobre bases nuevas, muchas de ellas tomadas de los diversos métodos de análisis rápidos de rocas (7), aún cuando se logró un avance efectivo en el rendimiento de Laboratorios, con el tiempo se lograron detectar ciertas fallas e incertidumbres en algunas de las determinaciones, que poco a poco se fueron corrigiendo, mediante la revisión de otros métodos o técnicas. Entre los que dejaban de desear, estaba la determinación de fósforo por el método del vanadomolibdato. -- Shapiro (4) lo usa y recomienda, pero el equipo con el que cuenta para la medición fotométrica del color producido, es indudablemente superior en resolución al existente en los Laboratorio del Instituto. El reactivo en sí es ligeramente colorido, lo que obliga siempre a corregir las lecturas para fósforo con una corrección de importancia, sobre todo dado el bajo porcentaje del elemento de las rocas.

El objetivo del presente trabajo, es no solamente proponer un método que ya ha sido estudiado exhaustivamente, sino incorporarlo a las soluciones de las muestras que se logran en la disolución de las rocas según las técnicas seguidas (10) de tal suerte, que no hubiera que cambiar todas las determinaciones anexas.

## GENERALIDADES SOBRE EL TEMA

La determinación de trazas de ortofosfato es una de las determinaciones más frecuentemente ejecutadas en el análisis colorimétrico, sin embargo, no son muy precisas debido al hecho de que el fósforo se encuentra en un porcentaje muy bajo en las rocas.

El fósforo es esencial para la formación del esqueleto resultante en la formación del complejo de fosfato tricálcico. Los compuestos de fósforo tales como el fosfato de creatina, están presumiblemente involucrados en la contracción de los músculos y en la utilización de los carbohidratos. Los fosfatos también juegan un papel muy importante, regulando el pH de la sangre. La determinación de pequeñas cantidades de fósforo, a menudo se lleva a cabo en el suero sanguíneo, en los tejidos y en otras muestras biológicas.

Compuestos de fosfatos, particularmente superfosfatos ( $\text{CaH}_2\text{PO}_4$ ), son utilizados como fertilizantes. La determinación de fosfatos en suelos y plantas es muy importante para conocer la fertilidad de los suelos.

El fósforo se encuentra en la mayoría de las rocas metamórficas y básicas ígneas y, prácticamente, nunca está enteramente ausente. Esto afecta especialmente las rocas con alto contenido de cal, hierro y algo de magnesio. Con una o dos excepciones, existen en forma de fosfatos en el reino mineral. El fósforo se encuentra generalmente en la apatita, aunque también puede ser formado en la xenotima y monazita. En general, el fósforo es un constituyente esencial de la material, ya que está presente en un gran número de minerales y productos metalúrgicos y, por lo mismo, los métodos para determinarlo en forma correcta son de mucha importancia.

La determinación de fósforo se presenta, generalmente, en un rango de 0.1 a 0.5% de  $P_2O_5$ , y es una parte necesaria en cualquier análisis. La determinación se hace en una porción separada de la muestra, nunca en la solución preparada por fusión del piro sulfato al calcinarse el residuo de  $R_2O_3$ , ni tampoco en cualquier solución que haya sido evaporada durante largo tiempo con  $H_2SO_4$ .

En el Instituto Geológico de Canadá, generalmente se combina la determinación de fósforo con la de sodio en un análisis rápido de rocas y la de manganeso en un análisis de rocas y minerales (9). Cuando la cantidad de muestra es muy pequeña, también puede determinarse el fósforo en una alícuota del filtrado de la separación de la sílice.

En las rocas sílicas y minerales, el fósforo generalmente se presenta como ortofosfato (apatita es el mineral más común) y como esta es la forma requerida en los diferentes métodos para su determinación, solamente es necesario poner la muestra en solución.

Las alternativas usuales; descomposición ácida y fusión alcalina, sirven para convertir cualquier pirofosfato o metafosfato presente en la forma orto. El fósforo puede estar presente, sin embargo, como monazita o xenoxita, y estos raros minerales complejos no son descompuestos fácilmente; un residuo arenoso negro no puede ser ignorado, aunque la mayor parte consista, probablemente de cuarzo. Este residuo, o cualquier residuo no arenoso blanco (el cual puede ser fosfato de titanio), puede ser recobrado y fundido con  $Na_2CO_3$ , lavado con agua, filtrado, acidificado con  $HNO_3$ , y combinado con la solución principal.

El fósforo es parcialmente volatilizado, cuando la solución que lo contiene es evaporada fuertemente con  $H_2SO_4$ , sin embargo, no hay pérdidas importantes si la solución es calentada hasta los primeros vapores de  $SO$  y evaporada a sequedad con otros ácidos como  $HCl$ ,  $HNO_3$ ,  $HF$ , etc. El  $HNO_3$  es preferible, pero el  $HF$  es generalmente necesario para descomponer el silicato. El exceso de  $HF$  puede ser removido por evaporación de la solución hasta sequedad con  $HNO_3$ , y la interferencia del fluor puede prevenirse agregando ácido bórico a la solución.

Cuando el filtrado de la sílice es tratado con  $NH_4OH$ , cualquier fósforo que esté presente, estará acompañado de hierro, aluminio y titanio; si aquel es preponderante, causará la precipitación de las tierras alcalinas y, en casos extremos, su precipitación completa. Si no se prevee este efecto, la determinación será errónea.

La pérdida de fósforo durante el análisis es ocasionada principalmente por descuido o por un tratamiento impropio de los compuestos insolubles. Un caso común de pequeñas pérdidas de fósforo es desechando filtros que aparentemente están limpios. Otra forma de perder fósforo fácilmente, es precipitando el fosfomolibdato en soluciones que contienen  $Ti$ ,  $Zr$  o  $Zn$ ; se pierde de  $0.1 - 1$  mg. de fósforo como fosfato invisible que permanece en el filtro después de extraer el fosfomolibdato de amonio con  $NH_4OH$ .

Métodos colorimétricos - Para la mayor parte de las rocas silíceas y minerales, la determinación de fósforo es más conveniente hacerla midiendo la intensidad del complejo amarillo formado por el ortofosfato, vanadato y molibdato o del color azul formado por la reducción selectiva del complejo ortofosfato-molibdato (el cuál forma un complejo heteropolar similar al amarillo). En ambos métodos, se hace una separación preliminar del fósforo para eliminar la interferencia del arseniato y de la sílice y cuando se emplea

el primer método también del molibdato y de elementos tales como Cu, Ni y Cr, el cual forma soluciones coloridas; generalmente sólo es necesario eliminar la sílice por volatilización con HF.

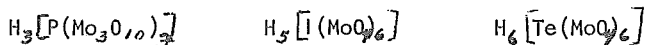
Los ácidos heteropolares (14), en los cuáles se basan ambos métodos colorimétricos, son oxiácidos que contienen algunos átomos de un elemento (diferente del oxígeno) coordinado alrededor de un átomo central, el cual puede ser: boro, silicio, germanio, fósforo, arsénico, telurio o yodo; los átomos coordinados son generalmente molibdeno o tungsteno, aunque también se puede incluir el vanadio. Uno de los ácidos heteropolares más conocidos es el ácido Fosfomolibdico ( $H_3P(Mo_3O_{10})_4 \cdot 29H_2O$ ), del cual la sal de amonio es amarilla e insoluble y se usa para precipitar fósforo en solución de  $HNO_3$  diluido.

Como ejemplo de ácidos heteropolares se tienen los siguientes:



En las fórmulas anteriores se ha omitido el agua de hidratación.

Existe otra serie de ácidos heteropolares de los cuales son representativos los siguientes:

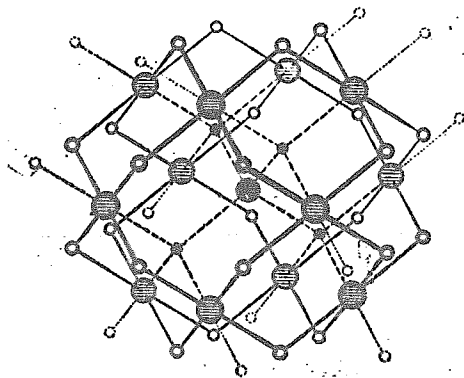


Además existen otros ácidos en los cuales el número de átomos de hidrógeno reemplazables es incierto y sólo se pueden escribir fórmulas empíricas, tales como:  $P_2O_5 \cdot 20 MoO_3 \cdot xH_2O$ , etc.

En el único ácido heteropolar del cual se conoce se estructura con cierta certeza, el átomo central de fósforo está unido tetraédricamente a 4 átomos de oxígeno como en el ion ortofosfato. Cada uno de estos átomos de oxígeno está combinado también tetraédricamente; una valencia va al átomo central



de fósforo y las otras tres a átomos de molibdeno. Los átomos de molibdeno, sin embargo, tienen un número de coordinación de seis y cada uno está rodeado por seis átomos de oxígeno en un arreglo octaédrico. Cuatro de estos átomos están unidos con otros átomos de molibdeno, dos por un lado y dos por el otro lado del octaedro. El resultado es que hay tres átomos de oxígeno para cada molibdeno en adición a los cuatro átomos de oxígeno alrededor del átomo central de fósforo. Los cristales de estos ácidos tienen un gran número de moléculas de agua de hidratación. Como ejemplo tenemos el siguiente diagrama:



Los ácidos heteropolares son por sí mismos muy solubles en agua, lo mismo que sus sales. La sal heteropolar, mejor conocida en química analítica como Fosfomolibdato de amonio o Molibdofosfato de amonio tiene como fórmula:  $(\text{NH}_4)_3 [\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4] \cdot 2 \text{HNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , la cual secada a  $130^\circ\text{--}150^\circ\text{C}$  se convierte en:  $(\text{NH}_4)_3 [\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$ . Sin embargo, no es recomendable en determinaciones de fósforo, ya que su composición no es reproducible.

Los métodos colorimétricos que emplean la formación de estos complejos heteropolares son: uno en el cual se mide la intensidad del color del ácido heteropolar y otro en el cual el ácido heteropolar se reduce a una dispersión coloidal azul muy intensa, y la intensidad de este color azul es la que se mide.

En solución ácida la reducción de los ácidos molibídico y tungsténico forma una solución coloidal de un azul muy intenso. La constitución del compuesto azul es incierta y verdaderamente no es uniforme ya que depende de las condiciones en que se lleve a cabo la reducción. El molibdeno y el tungsteno no parecen estar en un estado de oxidación de +5. Bajo condiciones controladas el color azul es reproducible y, por lo tanto, aplicable al análisis. El punto importante es que el ácido heteropolar es más fácilmente reducible que los ácidos molibídico y tungsténico por sí mismos, esto es, con reactivos convenientes, los ácidos heteropolares son reducidos bajo circunstancias en las cuales los ácidos molibídico y tungsténico no pueden ser reducidos enteramente; esto sugiere que el compuesto azul es un compuesto heteropolar por sí mismo, tal como  $H_3PO_4 \cdot 12 Mo_2O_3$ .

El color de este compuesto es intenso y por reducción a "azul" se obtiene un aumento en la sensibilidad. Los agentes reductores incluyen sulfato de hidracina, bencidina, óxido cuproso, cloruro estanoso, sulfato cuproso, etc.

Los iones que no interfieren en esta determinación son: aluminio, amonio, cadmio, cromo(III), calcio, fierro(II), magnesio, manganeso(II), níquel, zinc, acetato, citrato, silicato, vanadato, borato, fluor, cloro, bromo. Los iones que pueden estar ausentes son: estaño(II), nitrato y arsenato. La concentración de fierro (III) no debe exceder de 200ppm. Solamente - 10ppm de tungsteno pueden ser toleradas (4).

## PARTE EXPERIMENTAL

### Preparación de las Soluciones

1.- Solución estandar de fósforo. Preparación a partir de fosfato di-hidrogenado de potasio.

Se pesan 0.1098 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  recristalizado y secado y se disuelven en agua redestilada y se afora a 1 litro, para tener una solución de 50ppm de  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

De esta solución se toman 219 ml. y se aforan a un litro para tener una solución que tenga 25ppm de  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

2.- Solución de molibdato de amonio en ácido sulfúrico 10N. Preparación a partir de molibdato de amonio.

Se pesan 5 g de  $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  y se disuelven en 200 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  10N, se diluyen hasta 250ml con el mismo  $\text{H}_2\text{SO}_4$  10N, y se guarda en un bote de polietileno.

La solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  10N se prepara diluyendo 70ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  36N a 250ml.

3.- Solución de sulfato de hidrazina. Preparación a partir de sulfato de hidrazina.

Se pesan 0.15g de sulfato de hidrazina y se disuelven en agua destilada, diluyéndose hasta 100ml. Se obtiene una solución al 0.15%.

Establecimiento de las condiciones óptimas para la determinación de fósforo.

1.- Variación de la extinción de la solución con el tiempo de calentamiento.

Método.- De la solución estandar de fósforo se tomó una alícuota de 25ml y se pasó a un matraz aforado de 50ml., se le agregó 5 ml de solución de molibdato de amonio y 2ml de sulfato de hidrazina.

Se hicieron cuatro muestras iguales y se aforaron a la marca del matraz.

Se colocaron en un baño de agua hirviendo, variando los tiempos de calentamiento.

Una vez que transcurrió el tiempo requerido, se llevaron a un baño de agua corriente y una vez que se enfriaron se llevaron al colorímetro para leer la extinción correspondiente a cada uno y determinar el tiempo de calentamiento óptimo.

Las lecturas de extinción se hicieron en un colorímetro fotoeléctrico marca Lange, Modelo "J", ajustando a cero con agua destilada y a 1.0 con la  $Si_n$  más concentrada de  $KH_2PO_4$ .

Una vez ajustado el colorímetro se hicieron las lecturas correspondientes, obteniéndose los siguientes resultados:

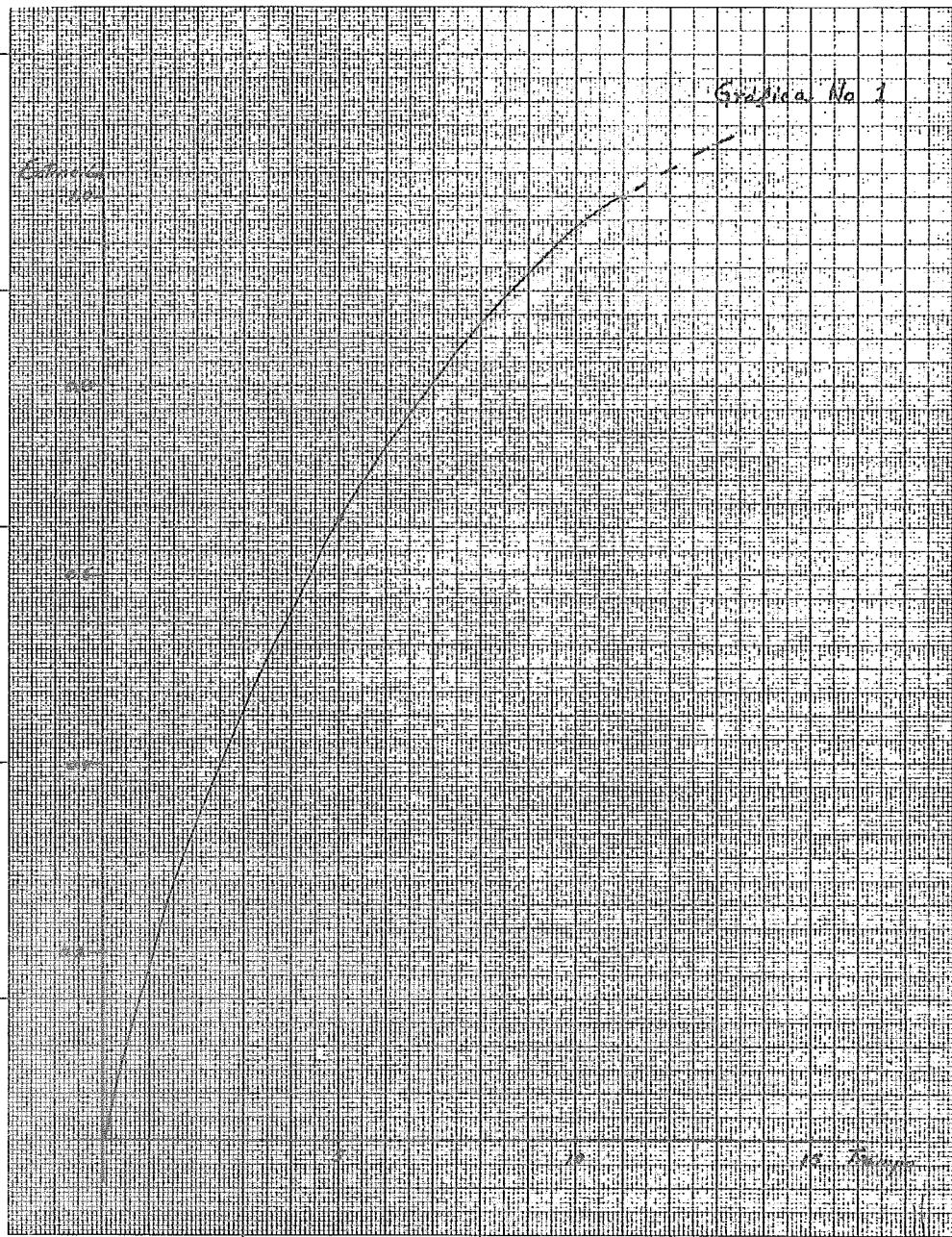
<u>Muestra</u>	<u>Tiempo</u>	<u>Extinción</u>
1	5 mn	0.66
2	10 mn	1.0
3	15 mn	se sale
4	20 mn	se sale

#### Gráfica N° 1

Puesto que el color comienza a desarrollarse a los 3 mn aproximadamente, es necesario dejarlo como mínimo 10mn que es el tiempo recomendado por el método y el que se toma como óptimo.

#### 2.- Variación de la extinción con la concentración de molibdato de amonio en agua.

Se prepararon cuatro muestras tomando una alícuota de 25ml de solución estandar. de fósforo, se les agregó 2ml de sulfato de hidrazina y diferentes concentraciones de una solución de molibdato en agua.



Se aforaron a 50ml y se llevaron al baño de agua hirviente. Se dejaron durante 10mn y se sacaron para llevarlos a un baño de agua corriente para enfriarlos.

Una vez fríos, se llevaron al colorímetro para leer la extinción correspondiente y determinar si es posible utilizar solución de molibdato en agua, en lugar de molibdato en  $H_2SO_4$ . Las lecturas que se obtuvieron fueron:

<u>Muestra</u>	<u>ml de Mo/H<sub>2</sub>O</u>	<u>Extinción</u>
1	1 ml	0.25
2	2 ml	0.55
3	.5 ml	0.72
4	10 ml	0.82

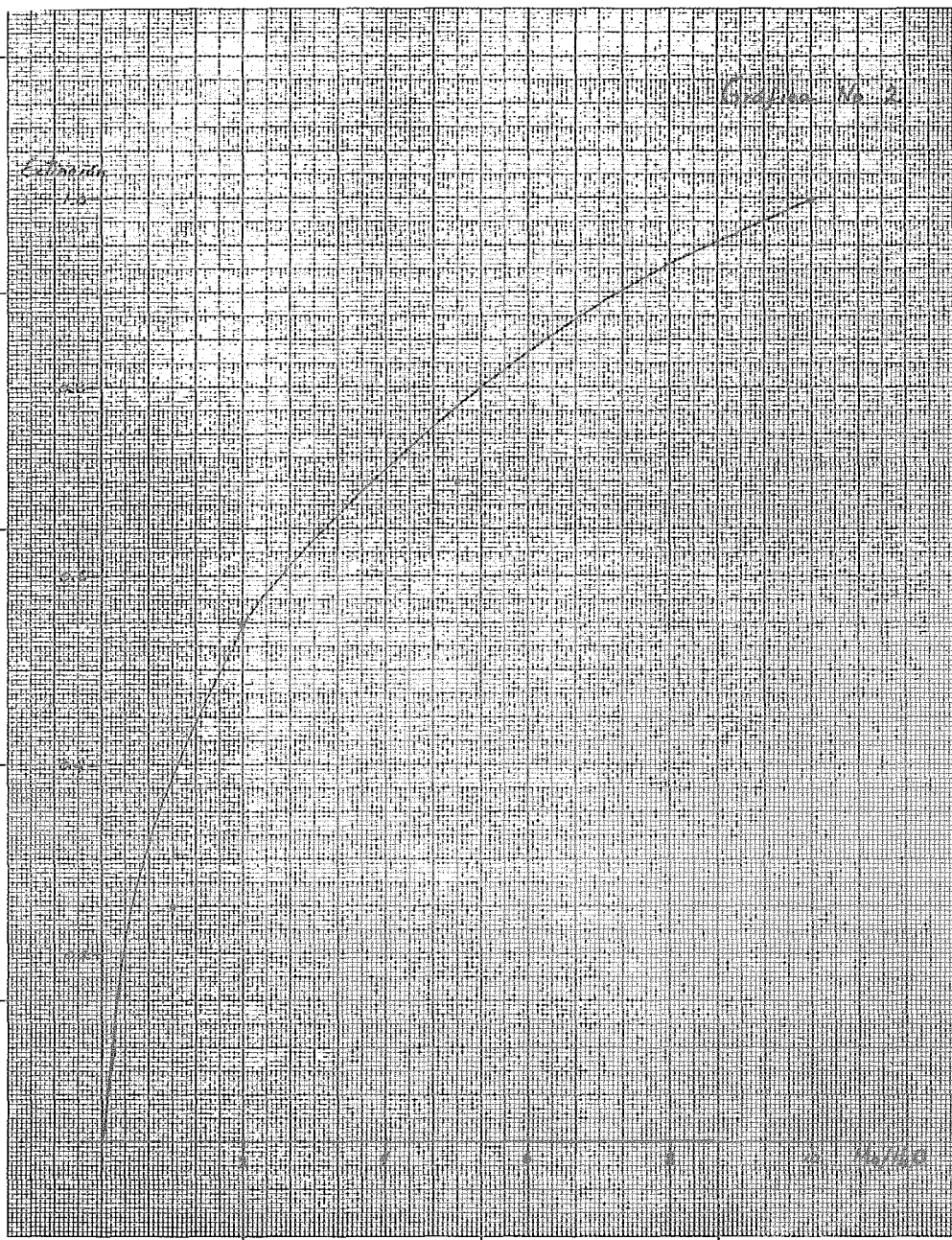
### Gráfica N° 2

Ya que el método nos indica que la reducción se debe llevar a cabo en soluciones acidificadas hasta 1N , a pesar de que se desarrolla color en las muestras, no se puede determinar correctamente el contenido de fósforo y los resultados serán erróneos.

### 3.- Variación de la extinción con la acidez.

Se hicieron cinco muestras de la siguiente manera: en matraces aforados de 50ml se ponen alícuotas de 25ml de la solución estándar de fósforo, 5ml de molibdato de amonio, 2ml de sulfato de hidrazina y  $H_2SO_4$  (1:1) en diferentes cantidades ( de 0.5 a 2.5ml).

Se pusieron en baño hirviente de agua durante 10mn, se enfriaron en un baño de agua corriente y se llevaron al colorímetro para hacer las lecturas correspondientes. Se obtuvieron las siguientes lecturas:



<u>Muestra</u>	<u>ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></u>	<u>Extinción</u>
1	0.5 ml	1.0
2	1.0 ml	0.88
3	1.5 ml	0.53
4	2.0 ml	0.51
5	2.5 ml	0.07

### Gráfica N° 3

Al agregar un exceso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, la muestra desarrolla menos color, por eso es que al agregar 0.5ml casi no se altera la normalidad de 0.1 que se tiene. No vale la pena agregar tan poco H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ya que la acidez óptima la da la solución de molibdato en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10N.

#### 4.- Variación de la extinción con la concentración de sulfato de hidrazina.

Se hicieron cuatro muestras tomando 25ml de la solución estándar de fósforo y se pusieron en un matraz aforado de 50ml, se les agregó 5ml de molibdato de amonio y sulfato de hidrazina en diferentes cantidades ( de 1 a 10ml).

Se aforaron a la marca y se llevaron a un baño de agua hirviendo durante 10mn, después de los cuáles se sacaron y enfriaron en un baño de agua corriente. Se llevaron al colorímetro a alcanzar la temperatura ambiente, obteniéndose las siguientes lecturas:

<u>Muestra</u>	<u>ml de Hidrazina</u>	<u>Extinción</u>
1	1.0 ml	0.88
2	2.0 ml	1.0
3	5.0 ml	1.0
4	10.0 ml	1.0

### Gráfica N° 4

Dado que al agregar 2ml se obtiene el máximo de extinción, que es la cantidad que se recomienda en el método, es la que se toma como óptima.



Grafton No. 3

Estimación

1.0

0.8

0.6

0.4

0.2

0.5

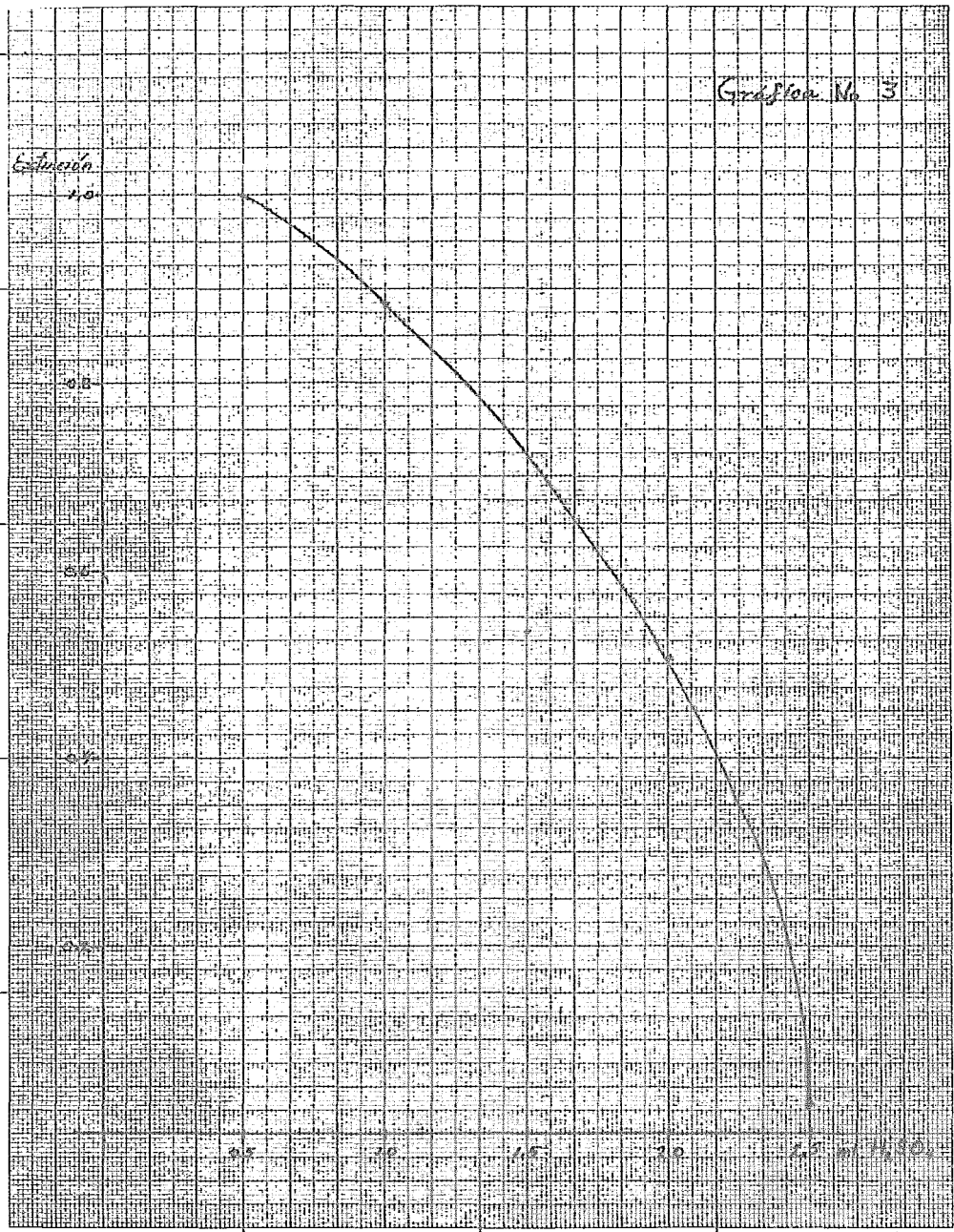
1.0

1.5

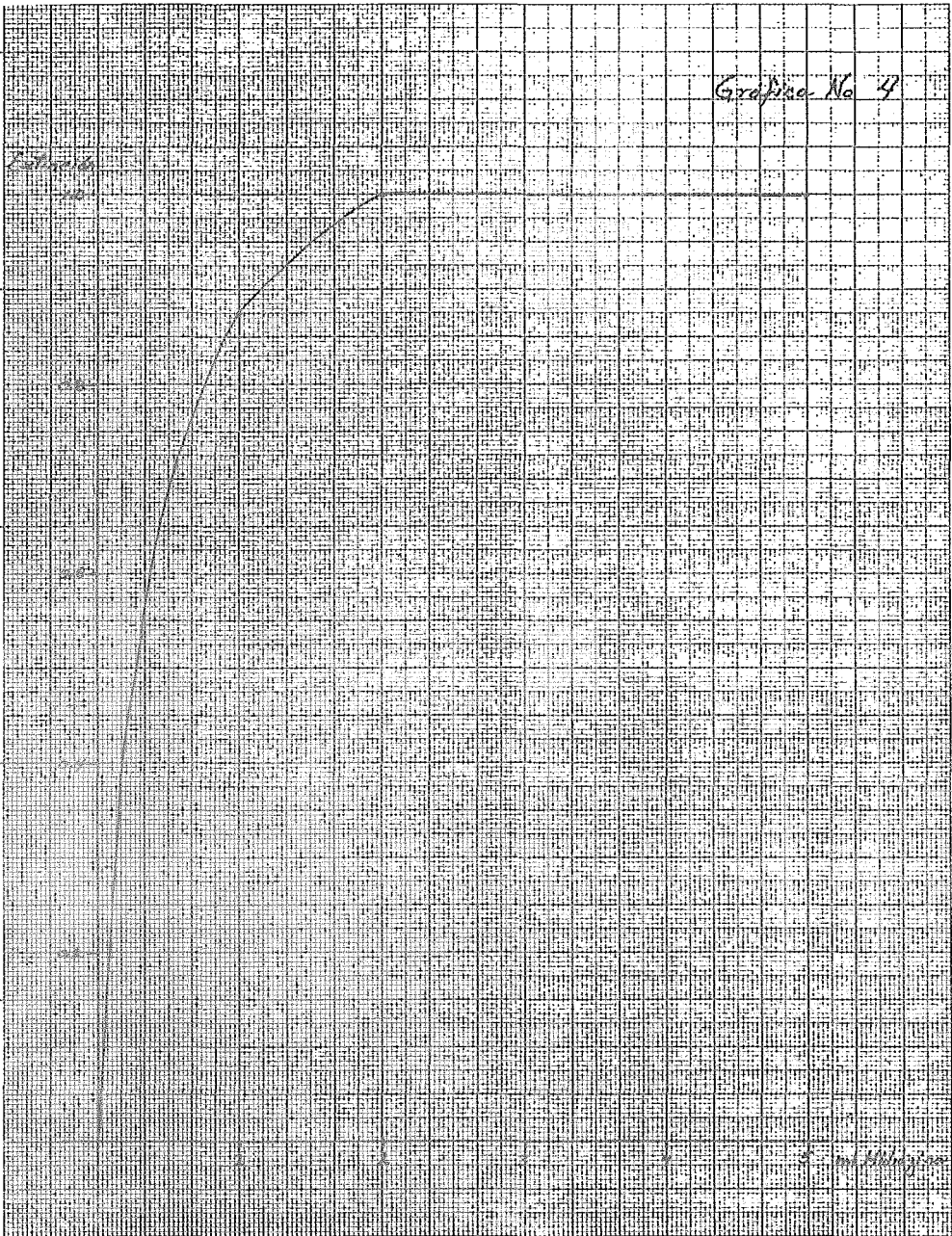
2.0

2.5

3.0



Grafica No 4



S. M. M. M. M.

5.- Estabilidad del color del complejo heteropolar azul.

Para comprobar la estabilidad del complejo formado, se hizo una muestra tomando una alícuota de 25ml de solución estandar de fósforo y pasándola a un matraz aforado de 50ml se le agregó 5ml de molibdato de amonio y 2ml de sulfato de hidrazina. Se puso en un baño de agua hirviendo durante 10mn, se enfrió en un baño de agua corriente y se leyó la extinción correspondiente a los diferentes tiempos a los que se hicieron las lecturas. Las lecturas que se obtuvieron fueron:

<u>Tiempo</u>	<u>Extinción</u>
5 mn	0.92
10 mn	0.92
15 mn	0.92
20 mn	0.92
25 mn	0.92
30 mn	0.92
40 mn	0.92
60 mn	0.92
2 Hrs	0.96
4 Hrs	0.96
5 Hrs.	0.96
10 Hrs.	0.96
12 Hrs.	0.96
24 Hrs.	0.96

Como se puede ver, el color azul obtenido es bastante estable, aún después de 24 horas. Sin embargo, las mediciones es mejor hacerlas en seguida.

Una vez que se comprobó que no era posible hacer ninguna variación al método propuesto, se procedió a hacer la curva estandar tomando para esto la solución estandar de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ .

Se tomaron las alícuotas correspondientes para tener concentraciones de

0.0ppm hasta 5.0ppm de  $P_2O_5$  (no se hicieron soluciones más concentradas dado el bajo porcentaje de fósforo en las muestras).

Las alícuotas se pasaron a matraces aforados de 50ml, se les agregó - 5ml de molibdato de amonio en  $H_2SO_4$  10N, y 2ml de sulfato de hidrazina. Se aforó a la marca y se metieron en baño de agua hirviente durante 10 mn, se enfriaron en un baño de agua corriente, se corrigió el aforo y se procedió a hacer las lecturas correspondientes obteniéndose los siguientes resultados:

<u>atraz</u>	<u>ppm de <math>P_2O_5</math></u>	<u>ml de Sin. de <math>KH_2PO_4</math></u>	<u>ml de Mo-libdato</u>	<u>ml de Hidraz</u>	<u>Aforo</u>	<u>Lectura</u>
1	0.5 ppm	2.5 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.14
2	1.0 ppm	5.0 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.21
3	1.5 ppm	7.5 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.30
4	2.0 ppm	10.0 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.37
5	2.5 ppm	12.5 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.41
6	3.0 ppm	15.0 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.58
7	3.5 ppm	17.5 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.69
8	4.0 ppm	20.0 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.72
9	4.5 ppm	22.5 ml	5 ml	2 ml	50 ml	0.86
10	5.0 ppm	25.0 ml	5 ml	2 ml	50 ml	1.0

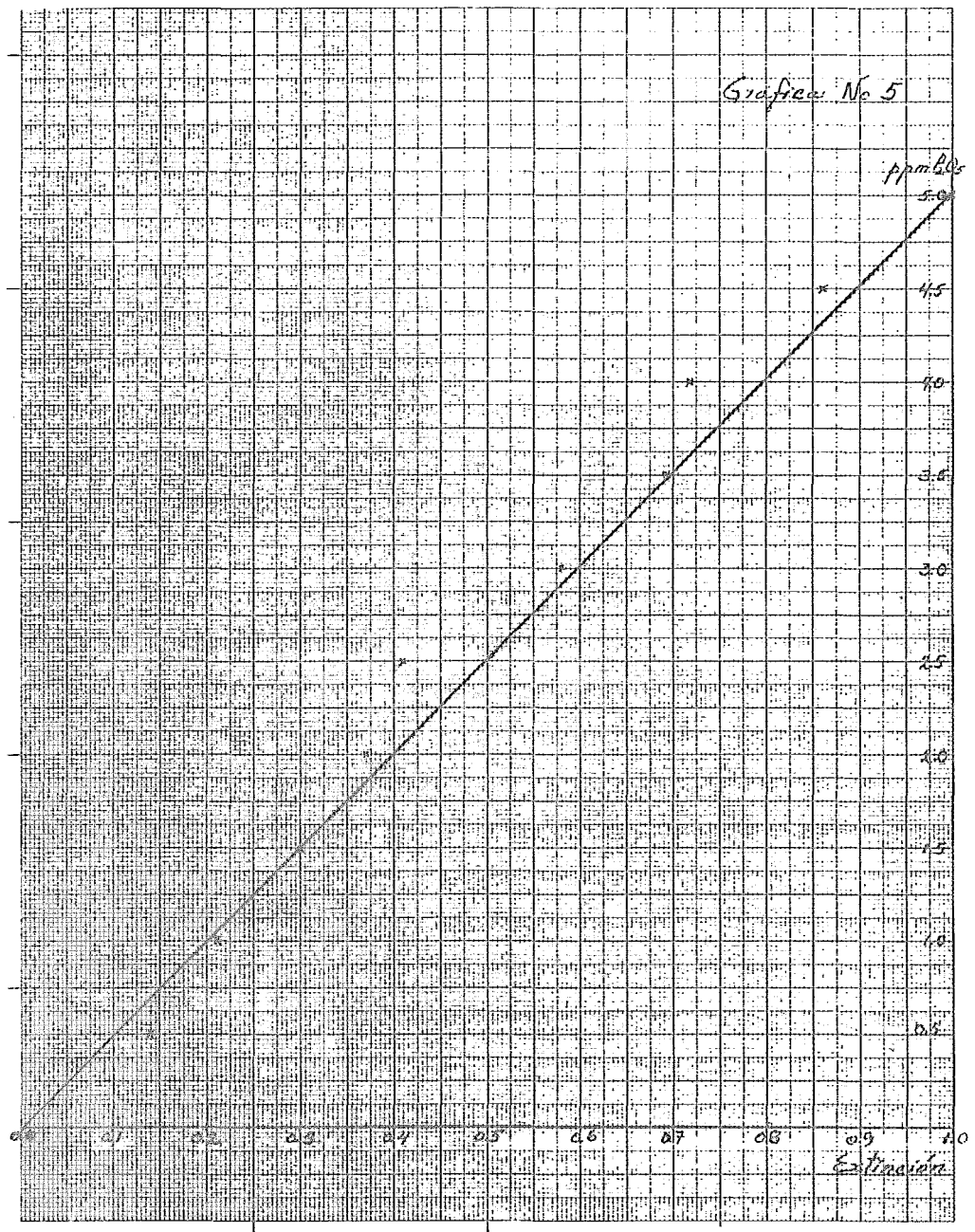
Para estas determinaciones, se ajustó la extinción del colorímetro a - uno con la solución más concentrada de  $KH_2PO_4$ , y a cero con agua destilada.

#### Gráfica N° 5

Obtenida la curva estándar se procedió al análisis de fósforo en 23 muestras existentes en el Laboratorio de Química del Instituto de Geología de la U.N.A.M.

Las muestras analizadas se encontraban en solución (ya que así se utilizan en el Instituto para hacer otros análisis); la solución de las - muestras se obtiene de la siguiente manera (10):

Grafica No 5



Se pesan 1,000 g de muestra molida a 100 mallas, pasándola a una cápsula o crisol de platino de capacidad adecuada. Se le agregan 10ml de  $H_2SO_4$  (1:1), 2ml de  $HNO_3$  ( $\rho=1,42$ ) y 20ml de HF al 48%. Se pone el crisol en una parrilla de bajo calor hasta que la totalidad del HF se haya evaporado y empiecen a aparecer humos de  $SO_3$ .

Se sube ligeramente el calor y se continúa la evaporación hasta que el residuo seco no desprenda más vapores de  $SO_3$ . Esta operación conviene llevarla a cabo durante la noche.

Se retira del calor y se le agregan exactamente 10ml de  $H_2SO_4$  (1:1) y 20ml de  $H_2O$ , y se calienta suavemente para desprender todo el residuo de las paredes del recipiente.

Se traspasa residuo y solución a un vaso de 250ml y se agrega 150ml de agua caliente, poniendo el vaso cubierto en una parrilla, de suerte que tenga una ebullición suave que debe continuar por espacio de una hora o cuando menos hasta que se hayan disuelto todas las sales.

Se retira del calor y enfría, aforando la solución así preparada a 200ml en un matraz volumétrico. Esta es la solución de la que se toman las alícuotas para el análisis.

Las muestras se trataron de acuerdo con el siguiente método (9):

Se transfirieron 5ml de la solución preparada a un matraz aforado de 50ml. Se agregaron 5ml de solución de molibdato de amonio en  $H_2SO_4$  10N, y 2ml de solución de sulfato de hidrazina. Se diluyeron hasta la marca con agua destilada y se mezclaron con agitación. Se pusieron en un baño de agua hirviendo durante 10mn, después de los cuales se removieron

y se pusieron a enfriar en un baño de agua corriente. Se agitaron nuevamente las muestras y se ajustó el menisco a la marca con unas gotas de agua destilada cuando fué necesario.

La medición de la extinción del complejo heteropolar se hizo en celdas de 1 cm, utilizando agua destilada para ajustar a cero el colorímetro.

Para llevar a cabo el análisis de las muestras, se tomó como base la curva estandar de la Gráfica N<sup>o</sup> 5. En esta Gráfica, se obtienen ppm de  $P_{2}O_{5}$ , las extinciones leídas en la Gráfica fueron transferidas a % de  $P_{2}O_{5}$ .

Los resultados obtenidos se muestran en las tablas que a continuación se presentan.

METODO DEL VANADOMOLIBDATO

<u>Muestra</u>	<u>ppm de <math>P_2O_5</math></u>	<u>% de <math>P_2O_5</math></u>
KB 51 - 72	0.2	0.11
KB 54 - 72	0.2	0.11
KB 60 - 72	0.3	0.15
KB 65 - 72	0.4	0.18
KB 67 - 72	0.0	0.0
KB 100 - 72	0.4	0.19
KB 108 - 72	0.3	0.15
KB 170 - 72	0.2	0.11
KB 171 - 72	0.3	0.15
KB 172 - 72	0.0	0.0
KB 179 - 72	0.2	0.12
KB 180 - 72	0.0	0.0
KB 181 - 72	0.2	0.11
KB 182 - 72	0.3	0.14
KB 183 - 72	0.0	0.0
KB 184 - 72	0.4	0.16
KB 185 - 72	0.8	0.34
KB 187 - 72	0.8	0.35
KB 151	0.4	0.19
KB 219	0.6	0.24
KB 220	0.4	0.18
KB 221	0.3	0.15
KB 223	0.5	0.22



METODO DEL AZUL HETEROPOLAR

<u>Muestra</u>	<u>ppm de <math>P_2O_5</math></u>	<u>% de <math>P_2O_5</math></u>
KB 51 - 72	0.2	0.11
KB 54 - 72	0.3	0.14
KB 60 - 72	0.4	0.16
KB 65 - 72	0.4	0.18
KB 67 - 72	0.0	0.0
KB 100 - 72	0.3	0.13
KB 108 - 72	0.3	0.13
KB 170 - 72	0.4	0.18
KB 171 - 72	0.3	0.15
KB 172 - 72	0.0	0.0
KB 179 - 72	0.2	0.11
KB 180 - 72	0.0	0.0
KB 181 - 72	0.3	0.11
KB 182 - 72	0.2	0.12
KB 183 - 72	0.0	0.0
KB 184 - 72	0.5	0.2
KB 185 - 72	0.6	0.27
KB 186 - 72	0.6	0.28
KB 151	0.5	0.21
KB 219	0.6	0.24
KB 220	0.4	0.18
KB 221	0.5	0.20
KB 223	0.4	0.17

En la siguiente tabla comparativa se muestran los valores obtenidos para las muestras en % de  $P_2O_5$ . (los resultados obtenidos por el método del vanadomolibdato fueron proporcionados por el Instituto de Geología):

<u>Muestra</u>	<u>% de <math>P_2O_5</math> por el método Vanadomolibdato</u>	<u>Azul Heteropolar</u>
KB 51 - 72	0.11	0.11
KB 54 - 72	0.11	0.14
KB 60 - 72	0.15	0.16
KB 65 - 72	0.18	0.18
KB 67 - 72	0.0	0.0
KB 100 - 72	0.19	0.13
KB 108 - 72	0.15	0.13
KB 170 - 72	0.11	0.18
KB 171 - 72	0.15	0.15
KB 172 - 72	0.0	0.0
KB 179 - 72	0.12	0.11
KB 180 - 72	0.0	0.0
KB 181 - 72	0.11	0.11
KB 182 - 72	0.14	0.12
KB 183 - 72	0.0	0.0
KB 184 - 72	0.16	0.2
KB 185 - 72	0.34	0.27
KB 187 - 72	0.35	0.28
KB 219	0.19	0.21
KB 219	0.24	0.24
KB 220	0.18	0.18
KB 221	0.15	0.20
KB 223	0.22	0.17

## CONCLUSIONES

Como resultado de todas las pruebas efectuadas en este trabajo se tiene:

Que la determinación de fósforo en soluciones de muestras empleadas para otras determinaciones sí es posible llevarla a cabo siempre y cuando dicha determinación se apegue al método.

Esto es, el tiempo de calentamiento no debe de excederse de 10 minutos, pues de lo contrario se obtiene un color azul más intenso y la determinación será errónea.

La cantidad de reductor deberá ser de 2ml como lo especifica el método, ya que de otra forma habrá reducción de otros elementos.

En cuanto a la acidez de la solución, deberá ser de cerca de 0.1N para que la reducción pueda llevarse a cabo.

Aunque la estabilidad del complejo es grande, no vale la pena dejar las lecturas para el siguiente día.

Como se ve en la tabla comparativa, los resultados obtenidos por el método del azul heteropolar coinciden en algunos casos con los obtenidos por el método del vanado molibdato y es un poco más alto el contenido de  $P_2O_5$  debido a la precisión del método del azul heteropolar.

## BIBLIOGRAFIA

- 1.- Barton, C. J., Photometric Analysis of Phosphate Rocks. Anal. Chemistry, Vol 20 (1948)
- 2.- Bennet, H., and Hawley, W. G., Methods of Silicate Analysis  
Academic Press,  
London (1965)
- 3.- Berka A., Vulterin J., and Zyka J., Hidrazine and its salts and derivatives as reductimetric reagents. Chemist Analyst, 52 (2), 1963
- 4.- Boitz, D. F.  
Colorimetric Determination of Non-metals  
Chem. Analysis  
Vol 7  
Interscience Publishers Inc.  
N. Y. (1958)
- 5.- Cotton, F. A., And Wilkinson, G.  
Advanced Inorganic Chemistry  
Interscience Publishers  
U.S.A. 1962
- 6.- Hillebrand, W. F.,  
Applied Inorganic Analysis  
2<sup>o</sup> Ed.  
John Wiley & Sons  
N. Y. (1953)
- 7.- Kassner, J. L., Crammer, H. P., Ozier, M.A., Determination of P O  
in Phosphate Rock. Analysis Chemistry, Vol 20 (1948)

8.- Martínez Silva A.

Estudio comparativo de los métodos modernos de análisis rápidos de silicatos.

Tesis Profesional. U.I.A.

1964

9.- Maxwell,

Rock and Mineral Analysis

Chem. Analysis

Vol 27

Interscience Publishers Inc.

N. Y. (1968)

10.- Obregón, P. A.

Métodos de análisis químico de rocas y materiales similares.

Instituto de Geología. U.N.A.M.

1971

11.- Peck, L., Systematic Analysis of Silicates. Geological Survey Bulletin

1170. Washington (1964)

12.- Sandell, Ernest B.

Colorimetric determination of traces of metals

2<sup>o</sup> Ed.

Interscience Publishers Inc.

1950

13.- The Merck Index

Eight Edition

14.- Walton, H. F.

Principles and Methods of Chem. Analytic.

2<sup>o</sup> Ed.

Prentice-Hall Inc.

New Jersey (1964)

15.- Washington, H. S.

Chem. Analysis of Rocks

4<sup>o</sup> Ed.

John Wiley & Co.

N. Y. (1930)