

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA**



**MÉTODOS DE ANALISIS COMPLEJOMÉTRICO PARA LA
CUANTIFICACIÓN DE MINERALES EN FERTILIZANTES**

**TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR
MELISA ADRIADNA LÓPEZ GARCÍAGUIRRE**

**16 DE FEBRERO
DE 1841**
**PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA EN QUÍMICA Y FARMACIA**

AGOSTO 2006

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA



©2004, DERECHOS RESERVADOS

**Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador**

<http://virtual.ues.edu.sv/>

SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTORA

Dra. Maria Isabel Rodríguez

SECRETARIA GENERAL

Licda. Alicia Margarita Rivas Recinos

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANO

Lic. Salvador Castillo Arévalo

SECRETARIA

MSc. Miriam del Carmen Ramos de Aguilar

COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACION

COORDINADORA GENERAL

Licda. Maria Concepción Odette Rauda Acevedo

**ASESORA DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS
FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS**

MSc. Rocío Ruano de Sandoval

**ASESORA DE AREA DE INDUSTRIA FARMACEUTICA, COSMETICA Y
VETERINARIA**

Licda. Ana Cecilia Monterrosa Fernández

DOCENTE DIRECTOR

Lic. Arturo Alfonso García Mazzini

AGRADECIMIENTOS

A lo largo de este trabajo tengo que agradecer en primer lugar a mi asesor el Lic. Arturo Alfonso García Mazzini quien me apoyo siempre y confió en mi en todo momento y me explico con mucha paciencia, a su esposa Lic. Digna de García que estaba siempre pendiente del análisis.

Al comité de procesos de graduación por orientarme a través de sus evaluaciones a un mejor desarrollo de este trabajo de tesis.

A laboratorios Merck por haber colaborado en la parte experimental de este trabajo de graduación.

A los laboratoristas de la Facultad de Química y Farmacia por su colaboración y disponibilidad.

A todas las personas que de una u otra forma hicieron posible llegar a culminar esta investigación mis más sinceros agradecimientos.

Melisa Adriadna López Garciaguirre

DEDICATORIA

Este trabajo va dedicado en primer lugar a Diosito Todopoderoso por haberme guiado e iluminarme mi mente y pensamientos.

A mi mamá Ana Cleotilde Garciaguirre por el sacrificio de todos estos años por su apoyo en todo momento, por creer siempre en mí y por estar siempre a mi lado desvelándose para que no me sintiera sola.

A mi papá Marco Antonio López por su ayuda económica durante tantos años.

A mi hermana que quiero mucho Xiomara Elizabeth López Garciaguirre con cariño por brindarme su colaboración en todo momento.

A mi esposo Jaime Alexander Rojas Castro a quien amo mucho por ayudarme y comprenderme en todo momento y enseñarme a ser mejor persona cada día, por su paciencia y amor.

A mis familiares con mucho aprecio y agradecimiento por su cariño.

A mis amigos Oscar Marvin de Jesús Rivas Rivera, Nelson Borja, Fátima, Rosibel, por haberme apoyado en esta investigación y compartir alegrías y tristezas.

Al Lic. Arturo García Mazzini por ayudarme, escucharme y tener mucha paciencia.

Gracias a todas aquellas personas que colaboraron en el desarrollo de mi carrera.

Melisa Adriadna López Garciaguirre

INDICE

	Pagina
Capitulo I	
Resumen	
1.0 Introducción	xvi
Capitulo II	
2.0 Objetivos	19
Capitulo III	
3.0 Marco Teórico	22
3.1 Generalidades de los fertilizantes	22
3.1.1 Fertilizantes Orgánicos	23
3.1.2 Fertilizantes Minerales	23
3.1.3 Fertilizantes Órgano – Minerales	23
3.2 Generalidades del Análisis Volumétrico	24
3.3 Generalidades del Análisis Complejométrico	25
3.3.1 Titulación Directa	25
3.3.2 Titulación Indirecta	26
3.3.3 Titulación por Retroceso	26
3.3.4 Titulación por Sustitución	28
3.4 Ventajas del EDTA	28
3.5 Generalidades de los Indicadores	31

3.5.1	Indicadores Metalocrómicos	32
3.5.2	Indicadores Metálicos Incoloros	33
3.6	Tratamiento de la Muestra	34
3.6.1	Digestión	34
3.7	Tipos de Errores	35
Capitulo IV		
4.0	Diseño Metodológico	38
4.1	Investigación Bibliográfica	38
4.2	Investigación de Campo	38
4.3	Parte Experimental	39
Capitulo V		
5.0	Resultados y Discusión de Resultados	64
Capitulo VI		
6.0	Conclusiones	95
Capitulo VIII		
7.0	Recomendaciones	98
Bibliografía		
Glosario		
Anexos		

INDICE DE TABLAS

TABLA No.		Pág.
1.	Cuadro Resumen de las Cuantificaciones.	87
2.	Cuadro Resumen de las Valoraciones.	88

INDICE DE ANEXOS

ANEXO No.

1. Lista de Material, Equipo y Reactivos.
2. Preparación de Reactivos.
3. Fotografías de Preparación de Muestras.
4. Fotografías del Proceso de Análisis.
5. Tabla de Composición Química de los Fertilizantes.
6. Reactivos que se emplean para la Digestión.
7. Tabla Periódica de los Elementos.

INDICE DE FIGURAS

FIGURA No.		Pág.
1.	Estructura de un Quelato Metal – EDTA	31
2.	Estructura del Negro de Eriocromo T (NET)	33

NOMENCLATURA QUIMICA

Acetato de Amonio	$\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$
Acetato de Uranilo	$\text{UO}_2 (\text{C}_2\text{H}_3\text{O})_2$
Acetato de Zinc	$\text{Zn} (\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$
Acido Acético	CH_3COOH
Acido Clorhídrico	HCl
Acido Nítrico	HNO_3
Acido Sulfúrico	H_2SO_4
Bióxido de Carbono	CO_2
Carbonato de Amonio	$\text{CO}_3 (\text{NH}_4)_2$
Carbonato de Calcio	CaCO_3
Cianuro de Potasio	KCN
Cloruro de Amonio	NH_4Cl
Cloruro de Bario	BaCl_2
Cloruro de Magnesio	MgCl_2
Cloruro de Potasio	KCl
Cloruro de Sodio	NaCl
Etanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
Hidróxido de Amonio	NH_4OH
Hidróxido de Sodio	NaOH
Nitrato de Potasio	KNO_3

Nitrato de Torio	$\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Pentóxido de Fósforo	P_2O_5
Sulfato de Cobre	CuSO_4
Sulfato de Zinc	ZnSO_4
Sulfato de Magnesio	MgSO_4
Tartrato de Sodio y Potasio	$\text{KNaC}_2\text{H}_4\text{O}_6$

ABREVIATURAS

Acido Etilendiaminotetracético	EDTA
Gramos	g
Kilogramos	Kg
Litros	L
Mililitros	mL
Molaridad	M
Negro de Eriocromo T	NET
Partes por Millón	ppm
Peso Equivalente	Peq
Peso Molecular	PM
Peso de Muestra	Pmx
Peso sobre Peso	P/ P
Trietanolamina	TEA
Reactivo Analítico	AR
Peso sobre Volumen	p/v

RESUMEN

El presente trabajo trata sobre “Métodos de Análisis Complejométricos para la Cuantificación de Minerales en Fertilizantes”.

El objetivo de la investigación es buscar métodos más sencillos para la cuantificación de los minerales en fertilizantes de tal manera que sirvan como herramienta para otros investigadores.

Para la realización de este análisis primero se estudiaron los conceptos referente a los fertilizantes estableciendo su clasificación, uso y formas de presentación. Así también se establecieron los conceptos básicos del Análisis Complejométrico y su clasificaciones.

Teniendo un marco de referencia claro, se inicio con las investigaciones de campo para luego generar la metodología a utilizar en el laboratorio tanto como para la muestra y los reactivos a emplear para cada una de las determinaciones de los minerales.

Se ejecuto la cuantificación de cada uno de los minerales utilizando 3 muestras de fertilizantes de diferentes casas productoras y dos muestras adicionales de Cobre y Sodio utilizando el método complejométrico el cual nos lleva conclusión de que las cantidades etiquetadas en las muestras de fertilizantes no concuerdan con los datos obtenidos en este análisis.

CAPITULO I
INTRODUCCION

1.0 INTRODUCCION

El análisis químico realiza un papel muy importante ya que es el examen de una sustancia para determinar que es lo que contiene, y se puede dividir en dos clases principales:

Análisis Cualitativo; en donde el Químico esta interesado por el descubrimiento e identificación de los componentes que constituyen la muestra, los resultados se expresan en palabras, nombres ó símbolos de las clases, o agrupamientos especiales de átomos, iones ó moléculas.

Análisis Cuantitativo; en donde se trata de determinar la cantidad de uno o varios elementos presentes en una muestra, la información obtenida se expresa en números con indicación de las unidades que estos representan. ⁽¹²⁾

El análisis cuantitativo es indispensable en una amplia variedad de operaciones y técnicas como lo es: agricultura, alimentos, medicamentos, minería, metalurgia, productos manufacturados, suministro de aguas, etc. No hay ningún material en donde la Química Analítica no tome parte. ⁽⁴⁾

La Química Analítica permite el análisis de muestras de fertilizantes minerales; para así cuantificar los elementos tales como: Fósforo, Calcio, Magnesio,

Manganeso, Azufre, Cobre, Hierro, Zinc, Cobalto, y Sodio utilizando el método volumétrico, basándose en el análisis complejométrico, el cual se clasifica en:

1. Titulación Directa.
2. Titulación Indirecta.
3. Titulación por Retroceso.
4. Titulación por Sustitución.

El problema específico de esta investigación es poca existencia de métodos sencillos para el análisis de los diferentes minerales.

Este trabajo de investigación le permitirá al alumno y al docente realizar el análisis a diferentes minerales utilizando el método Complejométrico.

Por lo tanto el interés de este trabajo se hace con el fin de establecer una documentación que permita ofrecer una información fiable y tangible sobre el análisis Complejométrico ya que es poca la información con la que cuenta la Facultad de Química y Farmacia.

Se pretende además beneficiar a docentes y estudiantes de la Facultad de Química y Farmacia y otras facultades de la Universidad de El Salvador en el desarrollo de cualquier tipo de análisis ya que son métodos sencillos de realizar y la mayoría de reactivos se encuentran disponibles en la Facultad de Química y Farmacia.

CAPITULO II

OBJETIVOS

1.0 OBJETIVOS

2.0 OBJETIVO GENERAL

Realizar métodos de análisis complejométricos para la cuantificación de minerales en fertilizantes.

2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

2.2.1 Dar a conocer los diferentes métodos de valoraciones complejométricas

2.2.2 Llevar a cabo el método de preparación de las diferentes muestras de fertilizantes previos al análisis, así como también la preparación de cada uno de los reactivos.

2.2.3 Llevar a cabo el análisis cuantitativo en las diferentes muestras de fertilizantes minerales.

2.2.4 Enunciar los diferentes tipos de indicadores para cuantificar cada uno de los minerales.

2.2.5 Determinar las posibles fuentes de error para los métodos complejométricos que se utilizarán.

CAPITULO III
MARCO TEORICO

3.0 MARCO TEORICO

3.1 GENERALIDADES DE LOS FERTILIZANTES

Fertilizante es un material que contiene uno o dos materiales es decir que contiene uno ó más nutrientes para plantas que se pueden agregar al suelo para hacerlo más productivo. La fertilización del suelo viene a ser el enriquecimiento del suelo. Se agrega el fertilizante al suelo para asegurar que no hay deficiencia de algún nutriente para las plantas lo que puede afectar el desarrollo.

Los productos comerciales que contienen los nutrientes o alimento para planta esenciales se les refiere como fertilizantes comerciales y se manufactura y vende con cantidades específicas de nutrientes de plantas las que se enumeran en el recipiente. La cantidad de fertilizante siempre se expresa en porcentajes de cada elemento presente. (18)

Según su composición química los fertilizantes se clasifican en:

- Fertilizantes Orgánicos
- Fertilizantes Minerales
- Fertilizantes Órgano – Minerales



3.1.1 FERTILIZANTES ORGANICOS

Estos se obtienen a partir de yacimientos naturales o de residuos orgánicos. ⁽⁸⁾ Es decir que se llaman así a todos aquellos fertilizantes compuestos de carbono o dicho de otro modo de materia orgánica vegetal o animal. El fertilizante orgánico es esencial en primer lugar porque proviene de los seres vivos, es absolutamente natural y favorece la vida microbiana del suelo indispensable para el equilibrio de la planta. Además aporta otros elementos como los oligoelementos y sobre todo constituye una reserva alimenticia para varios meses pues su descomposición es lenta (requiere agua, calor y tiempo). ⁽²⁰⁾

3.1.2 FERTILIZANTES MINERALES

Son extraídos de yacimientos naturales y tratados industrialmente u obtenidos por síntesis industrial. ⁽⁸⁾ Los fertilizantes minerales son químicamente puros, totalmente solubles y directamente asimilables por la planta cuando se quelatan. Son de acción muy rápida y sólo deben de intervenir en forma bien dosificada como complemento del fertilizante orgánico, su aporte resulta indispensable ya que ayuda al crecimiento. ⁽²⁰⁾

3.1.3 FERTILIZANTES ORGANO – MINERALES

Es una mezcla de ambos. ⁽⁸⁾ Es decir que es una mezcla de materia orgánica con nutrientes minerales: (Nitrógeno, Potasio, Magnesio, Manganeso, etc.)

Estos vienen normalmente granulados. Ideales para realizar una fertilización completa en el abonado de fondo en todo tipo de cultivos. ⁽¹⁶⁾

3.2 GENERALIDADES DEL ANALISIS VOLUMETRICO

La titulación es un método en el cual se agrega un volumen de solución estandarizada (el estándar) a una solución desconocida (el problema) para determinar el título de algún componente de dicho problema.

Los requisitos para una titulación volumétrica son los siguientes:

1. Una solución titulante con una concentración conocida de reactivo, debe reaccionar totalmente con el analito siguiendo una estequiometría reproducible y a una velocidad de reacción adecuada, y debe ser estable el tiempo para el análisis.
2. Una técnica para medir el volumen de solución titulante con la exactitud y precisión necesarias.
3. Una técnica para medir el peso de la muestra o el volumen con la precisión y exactitud deseadas.
4. Un tratamiento previo para eliminar las interferencias si la reacción entre el reactivo y el analito no es suficientemente específica como para eliminar los efectos de los componentes de la matriz.
5. Una técnica para medir en que momento la reacción entre el titulante y el analito consume totalmente a este último. ⁽¹²⁾

En el análisis volumétrico se encuentran los siguientes métodos:

- a. Ácidos y bases en medio acuoso.
- b. Ácidos y bases en medio no acuoso.
- c. Complejometría.
- d. Precipitación o Argentometría.
- e. Oxido-reducción (REDOX). (10)

3.3 GENERALIDADES DEL ANALISIS COMPLEJOMETRICO

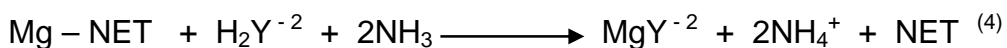
El análisis complejométrico se constituye en la aplicación analítica clásica de una reacción de complejación en la que dos compuestos reaccionan para formar un complejo determinado en el punto de equivalencia por un método adecuado. (11)

3.3.1 TITULACION DIRECTA

Es aquella que se lleva a cabo mediante la adición de una solución estándar de titulante, desde una bureta, a la solución muestra que ha sido provista de un indicador así como el medio ácido o base adecuado. (11)

Por ejemplo: se añade un indicador del ion metálico a la disolución a valorar tamponada a un pH adecuado (con frecuencia a pH 10 con amoniaco-cloruro amonio) y se valora con EDTA hasta viraje de color.

Reacción:



3.3.2 TITULACION INDIRECTA

En este caso se permite que se complete la reacción entre el analito y un exceso de reactivo que posteriormente se titula. El producto de la primera reacción cuya cantidad es directamente proporcional a la cantidad de analito a investigar, hasta un punto final.

La titulación indirecta se utiliza cuando:

- El analito es volátil.
- El analito es inestable
- El analito reacciona lentamente con la solución estándar en exceso
- Cuando no se dispone de un indicador adecuado para la detección del punto final. (12)

Por ejemplo, el catión es titulado precipitando el exceso como en el caso de la determinación del sulfato, después precipitando el sulfato como sulfato de Bario con un exceso de solución de Cloruro de Bario (de concentración conocida) el bario que no reacciona es titulado. (7)

3.3.3 TITULACION POR RETROCESO

Algunos ensayos requieren la adición de un volumen medido de una solución volumétrica, en exceso de la cantidad necesaria para reaccionar con la sustancia, el exceso de esta solución es después titulado con una segunda solución volumétrica. (12)

La titulación por retroceso se utiliza cuando:

- No se dispone de un indicador adecuado para el metal a determinarse.
- El ion metálico reacciona lentamente con el agente complejante.
- No puede mantenerse en solución el pH necesario para el complejamiento. (12)

Por ejemplo: los metales que forman complejos con el EDTA lo hacen con lentitud o precipitan al pH que exige la valoración o no reaccionan con los indicadores se determina que la adición de una cantidad medida en exceso de EDTA patrón, valorándose luego por retroceso el exceso de EDTA con disolución patrón de Mg^{+2} ó Zn^{+2} hasta la aparición del complejo coloreado metal-indicador.

Reacción principal: $Co^{+2} + H_2Y^{-2} \longrightarrow CoY^{-2} + 2H^{+1}$ (en disolución ácida)

Valoración por retroceso: $H_2Y^{-2} + Mg^{+2} \longrightarrow MgY^{-2} + 2H^{+1}$ (se elimina con NH_3)

Reacción indicadora: $NET \text{ (azul)} + Mg^{+2} \longrightarrow MgNET \text{ (rojo)}$ (4)

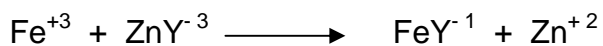
La cantidad de la sustancia que esta siendo titulada puede ser calculada de la diferencia entre los volúmenes de la solución volumétrica originalmente agregada, corregida por medio de una titulación en blanco y el volumen consumido del titulante en la titulación por retroceso. (6)

3.3.4 TITULACION POR SUSTITUCION

Se utiliza cuando una valoración directa no es satisfactoria, también cuando se carece de un indicador adecuado o cuando existen interferencias por reacciones de precipitación. (11)

Por ejemplo: si una disolución de un ion metálico que forma con el EDTA un complejo más estable que el de Magnesio o Zinc, se trata con una disolución del último, en este caso tiene lugar una sustitución y los iones Mg ó Zn que pueden valorarse después con EDTA patrón.

Reacción:



El Zinc liberado, que de forma indirecta equivale a la cantidad de Fe^{+3} se valora con EDTA y NET u otro indicador. Una variación de este método consiste en utilizar otros complejos distintos de los de EDTA de los que se libera el catión, que después se valora con EDTA. (4)

3.4 VENTAJAS DEL EDTA

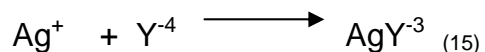
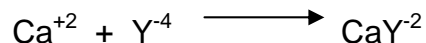
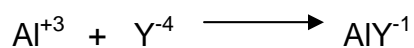
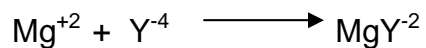
Uno de los titulantes más utilizados en el método de análisis complejométrico es el Ácido Etilendiaminotetracético (EDTA). Y la sal disódica del EDTA; estos compuestos se conocen comercialmente con los nombres de Titriplex I, II, III respectivamente, también se utilizan los nombres de Complexonas, Vercenos o

Secuestrenos. ⁽¹⁵⁾ El más empleado de los anteriores es la sal disódica del EDTA, por la facilidad de disolución en agua, y como se dispone comercialmente de esta sal en forma de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sirve como materia prima para la preparación de soluciones de EDTA estándares que son las que se usan en volurimetría. ⁽⁴⁾

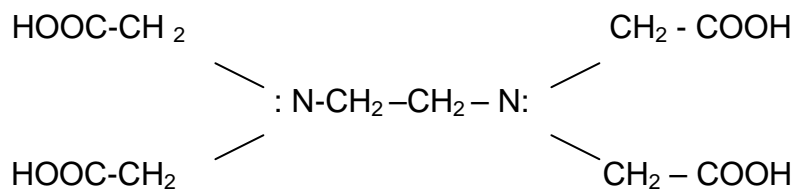
Entre las ventajas que presenta el EDTA como titulante están:

- El EDTA se utiliza para titulaciones de iones metálicos.
- Tiene seis grupos a través de los cuales forma enlaces covalentes coordinado por ser un ligando hexadentado. Es decir la molécula de EDTA tiene seis sitios para enlazarse a diversos iones metálicos: 2 sitios sobre el nitrógeno y cuatro sitios en el ácido carboxílico que pueden ocupar cuatro, cinco o seis posiciones de coordinación en torno de un ion metálico central.
- Forma quelatos de mucha estabilidad y estequiometría 1:1 independientemente de la carga del metal. Como el ion etilendiaminotetracetato se coordina en varias posiciones en torno de un ion metálico central solo se forman complejos en la razón metal a ligando uno a uno. Así no se presentan los problemas con los cuales se tropieza en las reacciones por pasos entre iones metálicos y ligandos monodentados. ⁽²²⁾

Ejemplos:



El ácido etilendiaminetetracético EDTA contiene cuatro hidrógenos ácidos; por esa razón se representa como H_4Y y su estructura es: (19)



Los complejos metal-EDTA ganan estabilidad espacial por los anillos quelatos de cinco miembros que se forman.

Con frecuencia solo se enlazan a un ion metálico cuatro a cinco de los seis grupos funcionales del anión EDTA. Las posiciones restantes en torno del metal pueden ser ocupadas por ligandos monodentados como agua, hidróxido o amoníaco. (4) (Ver Figura No. 1)

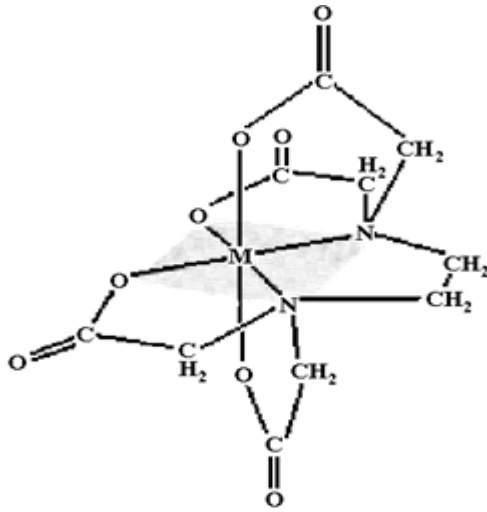


Figura No. 1 Estructura de un quelato de metal - EDTA

3.5 GENERALIDADES DE LOS INDICADORES

Un método adecuado para detectar el punto de equivalencia puede ser utilizado. Esto significa que un indicador puede estar disponible, el cual sufre cambios de color en el punto de equivalencia o muy cercano a él. (6)

El punto estequiométrico o de equivalencia es el punto preciso en el que han reaccionado las cantidades equivalentes de reactivo y de la sustancia que se valora. En este punto el reactivo debe ser agregado lentamente hasta llegar al punto final de la valoración el cual es notado cuando se ve un cambio en la propiedad del sistema reaccionante el cual ha sido determinado mediante un indicador; el punto final será detectado mediante el método visual. (12)

Las propiedades de los indicadores que se emplean en titulaciones complejométricas son similares a los de los indicadores sensibles al pH. ⁽¹⁷⁾

La reacción del indicador depende de la fuerza iónica y probablemente de la competencia directa de algunas otras especies por el ion metálico en la solución. La competencia por el ion metálico ocasiona uno de los principales problemas en las titulaciones complejométricas la falta de selectividad. En soluciones complejas, es necesario efectuar un tratamiento previo bastante amplio con el fin de eliminar las posibles interferencias y estas se eliminan o enmascaran para evitar que reaccionen. ⁽⁶⁾

Los indicadores se dividen en dos grupos:

- Indicadores Metalocrómicos
- Indicadores Metálicos Incoloros.

3.5.1 INDICADORES METALOCROMICOS

Los colorantes con propiedades ácido –base, que normalmente son muy sensibles a bajas concentraciones de iones metálicos, entre ellos están los colorantes del Negro de Eriocromo T, llamados indicadores metalocrómicos.

(Ver Figura No. 2)

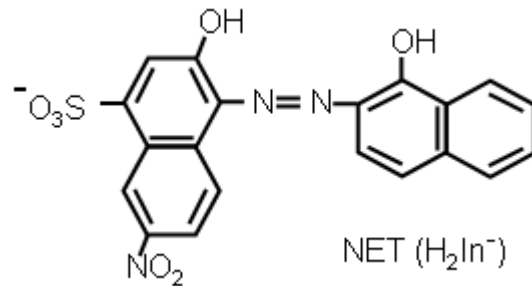


Figura No. 2 Estructura del Negro de Eriocromo T (NET)

Es preciso que el indicador sea de color intenso. Por lo menos en una de sus formas, cuando este enlazado con el metal o cuando este libre.

Como el color de estos indicadores cambia al enlazarse con iones metálicos se les ha llamado indicadores metalocrómicos nombre que significa simplemente de color metálico ó color vivo. En estos indicadores el cambio de color se produce a causa del cambio estructural en el grupo Cromogénico y estos indicadores se pueden clasificar según el grupo Cromogénico que tienen en su estructura: Azo, Azoderivados, Ftaleínas, Trifenilmetanos, Antraquinonas, Fenoles. (17)

El indicador debe enlazarse con el ion metálico con menos fuerza que el titulante EDTA de lo contrario se enlazaría de manera preferencial el metal con el indicador y no con el titulante. Además, el color no cambiaría si el metal no pudiera ser desplazado.

Sin embargo, el sistema de indicador metalocrómico tiene una propiedad diferente a los sistemas ácido-base. La formación del enlace indicador con un ion metálico depende del pH de la solución. Como resultado la titulación

complejométrica debe verificarse en soluciones amortiguadas con condiciones muy distintas a las titulaciones ácido-base.

3.5.2 INDICADORES METALICOS INCOLOROS

A este grupo pertenecen sustancias más o menos incoloras que reaccionan con ciertos iones metálicos formando compuestos coloreados, en donde el ion metálico deformado es el cromóforo. Ejemplos: Tiocianato, Ácido Sulfosalicilico, Tirón. ⁽¹⁷⁾

La reacción del indicador depende de la fuerza iónica y probablemente de la competencia directa de algunas otras especies por el ion metálico en la solución. La competencia por el ion metálico ocasiona uno de los principales problemas en las titulaciones complejométricas la falta de selectividad. En soluciones complejas, es necesario efectuar un tratamiento previo bastante amplio con el fin de eliminar las posibles interferencias y estas se eliminan o enmascaran para evitar que reaccionen. ⁽⁶⁾

3.6 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA

3.6.1 DIGESTION

Cuando la mayor parte de la muestra o toda ella no logra disolverse para formar una solución, lo cual es bastante frecuente, se emplean condiciones más vigorosas como el proceso de digestión, que consiste en disolver el sólido

asistida con un ácido, una base, un agente oxidante, o enzimas. (Ver Anexo No. 6) en la cual se mencionan algunas mezclas para digestión.⁽¹²⁾

3.7 TIPOS DE ERRORES

Durante el desarrollo de cualquier tipo de análisis, hay que tomar en cuenta que existen dos tipos de errores los cuales son:

1. **Determinados:** es el que puede corregirse o evitarse.
2. **Indeterminados:** es aquel que su origen no puede ser determinado.

Entre los errores **Determinados** están:

- Los errores personales: debidos a la falta de habilidad del analista para distinguir o juzgar observaciones con certeza. ejemplo: la mala distinción de los colores es una importante fuente de error de análisis volumétrico, porque el origen del error sea conocido puede resultar muy difícil evitar dicho error o calcular su magnitud.
- Los errores causados por el equipo utilizado: incluyen el uso de aparatos de medida sin calibrar (pesas, buretas, matraces volumétricos) y contaminación de las disoluciones por ataque químico de los recipientes que los contienen.
- Los errores debidos a los reactivos: derivan de que los reactivos pueden contener impurezas que interfieren en el método de análisis.

- Los errores operacionales: tienen su origen en la inexperiencia o falta de cuidado del analista.
- Los errores de método: estos errores son muy importantes porque su magnitud y signo son constantes cuando se verifican análisis repetidos en condiciones análogas. Pueden ponerse de manifiesto modificando las condiciones de trabajo o realizando el análisis por otro método completamente diferente al primero. ⁽²⁾

Los **errores Indeterminados** se manifiestan cuando se efectúa una medición. Y se deben a numerosas variables no controladas que son parte inevitable de toda medición física o química. Muchos factores contribuyen al error indeterminado, pero ninguno puede identificarse o medirse con certeza ya que individualmente son tan pequeños que no pueden detectarse. ⁽¹³⁾

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLOGICO

4.0 DISEÑO METODOLOGICO

4.1 INVESTIGACION BIBLIOGRAFICA

Se realizaron las investigaciones Bibliográficas en:

- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de las Ingenierías de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad Nueva San Salvador.
- Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer.
- Bibliotecas particulares de docentes.
- Internet.

4.2 INVESTIGACION DE CAMPO

Se llevó a cabo en las instalaciones del laboratorio de Química Analítica II de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

El tipo de estudio que se desarrolló en este trabajo es analítico descriptivo experimental.

El universo del análisis está formado por los fertilizantes minerales, para esto se utilizó tres muestras de fertilizantes de diferentes casas productoras.

4.3 PARTE EXPERIMENTAL

4.3.1 METODOLOGIA DE LABORATORIO

En la investigación se cuantificaron en total 10 minerales y por cada mineral se prepararon 3 muestras.

El Valorante que se utilizo es la Sal disódica del Acido Etilendiaminotetracético (EDTA).

Los Indicadores que se utilizaron son indicadores metalocrómicos.

4.3.2 PREPARACION DE LAS MUESTRAS ⁽³⁾

PREPARACION DE MUESTRA: HAKAPHOS NARANJA

PROCEDIMIENTO

1. Pesar en balanza analítica 1g de muestra de fertilizante (HAKAPHOS NARANJA) en un Beaker de 10 mL. (Ver Anexo 3 Figura No. 1)
2. Transferir el sólido a un matraz Kjeldahl con ayuda de un embudo y papel bond enrollado y colocado a través del cuello del matraz posteriormente agregar una mínima cantidad de agua.
3. Agregar aproximadamente 5 mL de Ácido Nítrico concentrado (HNO_3) y 30 mL de Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4). Agregar lentamente por las paredes del matraz Kjeldahl (realizar el proceso en cámara extractora de gases)
4. Dejar que se mezclen ambos por si solos.

5. Digerir. (Ver Fotografía No. 2)
6. Calentar suavemente si es necesario hasta observar un aumento en el desprendimiento de gases. (Ver Fotografía No. 3)
7. Agregar 2 - 4 g de Nitrato de Potasio (KNO_3) poco a poco en pequeñas porciones hasta que la solución sea incolora.
8. Dejar enfriar a temperatura ambiente
9. Agregar 150 mL de agua destilada y hervir por unos pocos minutos. (Ver Fotografía No. 4)
10. Enfriar la solución.
11. Transferir a un frasco volumétrico de 250.0 mL con ayuda de un embudo para evitar derrames.
12. Llevar a volumen con agua destilada y homogenizar. (Ver Fotografía No. 5)
13. Posteriormente filtrar a través de un embudo de filtro poroso.
14. Etiquetar.

PREPARACION DE MUESTRA: MULTI POLY- FEED

PROCEDIMIENTO

1. Pesar en balanza analítica 1g de muestra de Fertilizante marca MULTI POLY – FEED en un Beaker de 10 mL (Ver Fotografía No. 1)

2. Transferir el sólido a un matraz Kjeldahl con ayuda de un embudo y papel bond enrollado y colocado a través del cuello del matraz. Posteriormente agregar una mínima cantidad de agua.
3. Agregar 5 mL de Ácido Nítrico concentrado (HNO_3) y 30 mL de Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4). Agregar lentamente por las paredes del matraz y realizar este proceso en cámara extractora de gases.
4. Dejar que ambos se mezclen por si solos.
5. Digerir. (Ver Fotografía No. 2)
6. Calentar suavemente si es necesario hasta observar un aumento en el desprendimiento de gases. En caso de que no ocurra seguir adelante. (Ver Fotografía No. 3)
7. Agregar 2 – 4 g de Nitrato de Potasio (KNO_3) poco a poco en pequeñas porciones hasta que la solución sea incolora.
8. Dejar enfriar a temperatura ambiente
9. Agregar 150 mL de agua destilada y hervir por unos pocos minutos. (Ver Fotografía No. 4)
10. Enfriar la solución.
11. Transferir a un frasco volumétrico de 250.0 mL. Utilizar un embudo para evitar derrames.
12. Llevar a volumen con agua destilada y homogenizar. (Ver Fotografía No.5)
13. Posteriormente filtrar a través de un embudo con filtro poroso.
14. Etiquetar.

PREPARACION DE MUESTRA: BAYFOLAN - FORTE

PROCEDIMIENTO

1. Colocar la muestra de Fertilizante marca BAYFOLAN – FORTE en un Beaker de 250 mL y decolorar con carbón activado utilizar aproximadamente 20 g (Ver Fotografía No 6 y 7)
2. Filtrar la solución utilizando papel filtro poro fino. (Ver Fotografía No. 8)
3. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra decolorada y colocar en un frasco volumétrico de 100.0 mL.
4. Agregar aproximadamente 2 mL de agua destilada y agitar.
5. Llevar a volumen y homogenizar. (Ver Fotografía No 9).
6. Procedimiento llevado a cabo por instrucciones del docente director.
7. Etiquetar.

PREPARACION DE MUESTRA: SULFATO DE COBRE PENTAHIDRATADO

PROCEDIMIENTO

1. Pesar exactamente en balanza analítica 0.0390g de Sulfato de Cobre Pentahidratado en un Beaker de 10 mL
2. Transferir el sólido a un frasco volumétrico de 250.0 mL con ayuda de un embudo y un frasco lavador conteniendo agua destilada.
3. Lavar el Beaker para arrastrar los residuos.
4. Lavar con agua destilada y agitar bien.

5. Llevar a volumen y homogenizar.
6. Etiquetar.
7. Procedimiento llevado a cabo por instrucciones del docente director.

PREPARACION DE MUESTRA: CLORURO DE SODIO

PROCEDIMIENTO

1. Pesar exactamente en balanza analítica 0.03490g de Cloruro de Sodio (NaCl) en un Beaker de 10 mL.
2. Transferir el sólido a un frasco volumétrico de 250.0 mL con ayuda de un embudo y un frasco lavador conteniendo agua.
3. Lavar el Beaker con agua destilada para arrastrar residuos.
4. Agitar, llevar a volumen y homogenizar.
5. Etiquetar.
6. Procedimiento llevado a cabo por instrucciones del docente director.

4.3.3 DETERMINACION DE AZUFRE EN LA FORMA DE SULFATO

Simbología: S (SO_4^{-2})

Muestra Utilizada: Fertilizante marca HAKAPHOS NARANJA

Material, Equipo y Reactivos. Ver anexo 1

Fundamento

La solución de Cloruro de Bario es agregado en exceso a la solución que contiene Sulfato, y que esta siendo sometida a calentamiento, se deja hervir y

después se filtra. El exceso de Cloruro de Bario es determinado complejométricamente en una porción de alícuota del filtrado. Cationes polivalentes interfieren en la determinación y son removidos apropiadamente pasando la solución a través de cationes ácidos de intercambio. También es posible disolver el precipitado de Sulfato de Bario nuevamente en solución amoniacal de etilendiaminotetracético y determinar el exceso por titulación con solución volumétrica de Sal de Magnesio o Sal de Zinc. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra diluida de Fertilizante y colocar en un Beaker de 100 mL.
2. Colocar el Beaker en un Hot plate y poner a hervir la solución.
3. Agregar aproximadamente 6 mL de Solución de Cloruro de Bario al 1% gota a gota.
4. Dejar en reposo por media hora en un baño de agua, luego en un baño de hielo.
5. Filtrar la solución (utilizar papel filtro poro fino) y lavar con agua destilada fría para eliminar cloruros.
6. Lavar la solución con agua destilada caliente para disolver el Sulfato de Bario que se encuentra en el papel filtro.
7. Recibir la solución en un Erlenmeyer de 250 mL.

8. Agregar seguidamente 20.0 mL de Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M desde una bureta y agregar aproximadamente 5 mL de Hidróxido de Amonio concentrado.
9. Verificar el pH con Indicador de pH en varillas o para mayor seguridad utilizar un pHmetro ya que es muy importante mantener un pH exactamente a 10.
10. Agregar aproximadamente 0.1g con la punta de una espátula de Indicador Negro de Eriocromo T.
11. Llenar una bureta con Solución de Sulfato de Zinc 0.1M teniendo la precaución de lavar previamente la bureta con pequeñas porciones de su solución valorante.
12. Titular por retroceso con Solución de Sulfato de Zinc 0.1M hasta observar un viraje de color de azul a un rojo vino. (Ver figura No. 7)
13. Realizar 3 valoraciones.

4.3.4 DETERMINACION DE CALCIO

Simbología: Ca

Muestra Utilizada: Fertilizante marca BAYFOLAN - FORTE

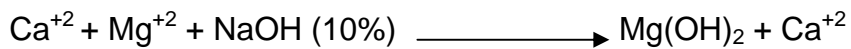
Material, Equipo y Reactivos. Ver anexo 1

Fundamento

Cuando se añade a una muestra, ácido Etilendiaminotetracético (EDTA) o su sal, los iones Calcio y Magnesio que contiene la muestra se combinan con el

EDTA. Se puede determinar Calcio en forma directa, añadiendo Solución de NaOH para elevar el pH de la muestra a 12, para que el Magnesio precipite como Hidróxido $[Mg(OH)_2]$ y no interfiera, se usa además, un indicador que se combine solamente con el Calcio que en este caso es el Indicador Murexide que forma un complejo color rosa cuando forma el complejo con el ion Calcio (Ca^{+2}) y se procede a titular con solución de EDTA hasta la aparición de un complejo color púrpura (cuando esta libre).

Reacciones:



La determinación puede ser llevada a cabo con la presencia de Magnesio, Bario y Estroncio, son también titulados el Hierro y el Manganeso (arriba de 5 mg), Titanio y estos son enmascarados con Trietanolamina.

Cadmio, Cobre, Níquel, Platino, Mercurio y Zinc pueden ser enmascarados por la adición de una pequeña cantidad de Cianuro de Potasio sólido. Si el contenido de Manganeso es relativamente alto, el color cambia y no se puede apreciar con claridad dicho color. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra diluida de Fertilizante y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar 10 mL de Trietanolamina para enmascarar los minerales que puedan interferir en la determinación.
3. Agregar aproximadamente 2 mL de Solución de Hidróxido de Sodio al 10%.
4. Verificar el pH de vez en cuando hasta llegar a un pH = 12 (para mayor seguridad utilizar un pHmetro).
5. Agregar una pequeña cantidad de Indicador Murexide sólido aproximadamente 0.1g.
6. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M. Tener la precaución de lavar la bureta con pequeñas porciones de su solución valorante. Ver preparación en Anexo.
7. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M en el punto final el color cambia de púrpura a un color rosa. (Ver Figura No. 8 y 9)

4.3.5 DETERMINACION DE COBALTO

Simbología: Co

Muestra Utilizada: Fertilizante marca BAYFOLAN - FORTE

Material, Equipo y Reactivos. Ver anexo 1

Fundamento

La determinación de Cobalto puede ser llevada a cabo muy satisfactoriamente con solución de EDTA 0.1M así como también utilizando la Solución de EDTA 0.01M y solución de Sulfato de Zinc 0.01M .

Determinaciones complejométricas de grandes cantidades de Cobalto no pueden ser llevadas a cabo desde el complejo Cobalto Amino que es una forma muy estable y su color rojo característico interfiere en la determinación. La solución podría ser siempre diluida por el contenido de Cobalto indicado que es de 5 mg por 100 mL.

Este método es ventajoso en casos donde el cobalto ha sido separado primero de contaminantes que interfieren por precipitación, por ejemplo: como Cobalto Piridina – Tiocianato. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra diluida de Fertilizante y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL
2. Agregar 5.0 mL de Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M desde una bureta.
3. Si la solución es ácida neutralizar por adición de Solución de Hidróxido de Sodio al 10%.
4. Verificar el pH con Indicador de pH en varillas.

5. Agregar 5 gotas de Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio y observar el pH mas o menos 10 de ser posible utilizar un pHmetro ya que el pH es muy importante en estas determinaciones.
6. Adicionar aproximadamente 0.1g con la punta de una espátula Indicador Negro de Eriocromo T.
7. Llenar la bureta con Solución de Sulfato de Zinc 0.1M. Tener cuidado de lavar con pequeñas porciones de su solución valorante antes de utilizar.
8. Titular por retroceso con Solución de Sulfato de Zinc 0.1M en el punto final el color vira de azul a rojo vino.
9. Realizar 3 valoraciones.

4.3.6 DETERMINACION DE COBRE

Simbología: Cu

Muestra Utilizada: Sulfato de Cobre Pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

La determinación usando Cromoazurol S como indicador demuestra una gran especificidad que usando Murexide. El Aluminio y Hierro interfieren casi siempre, estos metales pueden ser precipitados con Hidróxido de Amonio o ser removidos con anticipación.

En la titulación usando Murexide como indicador es indicado como principal para micro titulaciones en ausencia de otros metales exteriores que los álcalis metálicos. (10)

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL
2. Agregar Solución de Hidróxido de Amonio 1:5 hasta que el Hidróxido que se forma es disuelto. Agregar aproximadamente 45 mL de Hidróxido de Amonio 1:5 poco a poco.
3. Comprobar el pH con Indicador de pH en varillas o utilizar un pHmetro digital hasta verificar un pH = 8.0
4. Si se excede el pH agregar Cloruro de Amonio poco a poco y agitar cada vez.
5. Agregar una pequeña cantidad de Indicador Murexide.
6. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.01M. Tener cuidado de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
7. Titular inmediatamente con Solución de Sal disódica de EDTA 0.01M. En el punto final el color cambia de naranja- amarillo a un violeta profundo. (Ver figura No 10 y 11)
8. Realizar 3 valoraciones.

4.3.7 DETERMINACION DE FOSFORO COMO PENTOXIDO DE FOSFORO

Simbología: P como P_2O_5

Muestra Utilizada: Fertilizante Marca HAKAPHOS NARANJA

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

El fosfato es precipitado en la manera convencional como Magnesio, Amonio y Fosfato la proporción de Magnesio aislado en el precipitado es determinado usando Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M como sigue: ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 25.0 mL de muestra de fertilizante y colocar en un Beaker de 250 mL.
2. Agregar 20.0 mL de Solución de Sal disódica de EDTA 0.2M desde una bureta.
3. Con la punta de una espátula agregar Ácido Cítrico.
4. Agregar aproximadamente 25 mL de Solución de Sulfato de Magnesio al 5%.
5. Añadir 1mL de Solución de Fenolftaleína al 1% en Etanol.
6. Calentar la mezcla hasta hervir y agregar lentamente por las paredes del Beaker Hidróxido de Amonio hasta distinguir una coloración roja (trabajar en cámara de extracción)
7. Dejar en reposo por 4 horas para formar el precipitado.

8. Filtrar el precipitado con papel filtro Whatman No. 42 y lavarlo con Solución de Hidróxido de Amonio 1:5 utilizar esta misma solución de Hidróxido de amonio para lavar el Beaker.
9. Disolver el precipitado en solución de Ácido Clorhídrico caliente y lavar el filtro con esta misma solución.
10. Colectar la solución ácida y el agua del lavado en un Beaker de 250 mL.
11. Agregar 50.0 mL de solución de Sal disódica de EDTA 0.1M desde una bureta al Beaker que contiene la solución ácida.
12. Neutralizar la solución ácida con Solución de Hidróxido de Sodio al 10% a un pH de más o menos 7 (verificar con indicador de pH en varillas).
13. Agregar con la punta de una espátula una pequeña cantidad de Indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1 g) y 1 mL de Hidróxido de Amonio concentrado verificar un pH de 10 con varilla de indicador universal o utilizar el pHmetro para más seguridad ya que el pH en estas determinaciones es muy importante.
14. Llenar la bureta con solución de Sulfato de Zinc 0.1M. Tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de la solución valorante.
15. Titular el exceso de solución de Sal disódica de EDTA 0.1M con solución de Sulfato de Zinc 0.1M. Agitar hasta un cambio de color de azul a rojo vino.
(Ver Figura No 12 y 13)
16. Realizar 3 valoraciones.

4.3.8 DETERMINACION DE HIERRO

Simbología: Fe

Muestra Utilizada: Fertilizante Marca HAKAPHOS NARANJA

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

El hierro puede ser titulado en un medio fuertemente ácido (pH aproximadamente 2.5) usando Acido 5-Sulfosalícilico como indicador. También realizando una titulación por retroceso con Solución de Nitrato de Torio a pH 2 usando Naranja de Xilenol como indicador y da un cambio de color amarillo intenso a un color rojo.

La titulación de Hierro con Solución de Sal disódica de EDTA también puede ser llevada a cabo usando el indicador metálico Cromoazurol. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra diluida de Fertilizante y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar a la solución ácida 10.0 mL de Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M desde una bureta.
3. Verificar el pH de la solución con indicador de pH en varillas.
4. Llevar el pH exactamente a 2 si es posible utilizar un pHmetro digital. Utilizar Solución de Hidróxido de Sodio al 10%.

5. Es muy importante llegar a un pH = 2 ya que si no se realiza se puede obtener resultados erróneos.
6. Agregar aproximadamente 2 mL de Solución Indicadora de Naranja de Xilenol.
7. Llenar la bureta con Solución de Nitrato de Torio 0.1M tener la precaución de lavar con pequeñas porciones de la solución valorante.
8. Titular el exceso de EDTA con Solución de Nitrato de Torio 0.1M en el punto final el color vira de amarillo a rojo cereza (Ver Figura No. 14 y 15).
9. Realizar 3 valoraciones.

4.3.9 DETERMINACION DE MANGANESO

Simbología: Mn

Muestra Utilizada: Fertilizante Marca HAKAPHOS NARANJA

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

En esta determinación metales divalentes exteriores y grandes cantidades de Hierro interfieren y pueden ser separados con anticipación.

Si la cantidad de Manganeso es relativamente grande la determinación puede llevarse a cabo como titulación por retroceso, en este caso agregar un exceso de Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M en una cantidad medida, para la solución de Sal de Manganeso después unos pocos cristales de ácido ascórbico, 1.5 mL de Hidróxido de Amonio concentrado e Indicador Negro de

Eriocromo T, la solución es titulada con Solución de Sulfato de Zinc 0.1M en el punto final el color cambia de azul a rojo vino.

Para nuestro caso se lleva a cabo una valoración directa del mineral. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 25.0 mL de muestra de fertilizante y colocar en Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar aproximadamente 5 mL de Solución de Tartrato de Sodio Potasico al 5%
3. Agregar 2 mL de Hidróxido de Amonio concentrado.
4. Agitar.
5. Agregar una pequeña cantidad de Ácido Ascórbico con la punta de una espátula.
6. Calentar la solución a una temperatura de 70 – 80° C.
7. Añadir una pequeña cantidad de Indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1 g)
8. Verificar el pH con indicador de pH en varillas (debe estar en un valor de pH = 10.0) para más seguridad utilizar el pHmetro digital.
9. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M (tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante).

10. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M hasta un cambio de color de rojo vino a un azul permanente.

11. Realizar 3 valoraciones.

4.3.10 DETERMINACION DE MAGNESIO

Formula: Mg

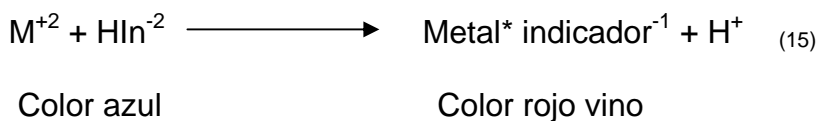
Muestra Utilizada: Fertilizante Marca HAKAPHOS NARANJA

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

El método se fundamenta en la propiedad que tiene el EDTA de formar complejos estables con muchos de los metales, y en el uso de indicadores apropiados. ⁽¹³⁾ En esta valoración se utiliza como indicador Negro de Eriocromo T. Este colorante es triprótico y existe inicialmente como anión divalente de color azul HIn^{-2} a pH 10. A la muestra se le adiciona Solución Buffer de pH 10, para mantener la estabilidad de los complejos formados; no puede incrementarse el pH de este valor, ya que precipitan el CaCO_3 ó el Mg(OH)_2 , además porque el indicador cambia de color a pH elevado obteniéndose In^{-3} de color naranja.

La reacción del indicador con los iones M^{+2} ($\text{Ca}^{+2} + \text{Mg}^{+2}$) presentes en la solución que se valora es del siguiente tipo:



En esta determinación Hierro y Manganeso en cantidades de arriba de 5 mg pueden ser enmascarados con Trietanolamina. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra de Fertilizante y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
2. Diluir a aproximadamente 100 mL con agua destilada.
3. Agregar 10 mL de Trietanolamina para enmascarar las posibles interferencias de otros minerales.
4. Si la solución es fuertemente ácida neutralizar con aproximadamente 50 mL de Solución de Hidróxido de Sodio al 10%. Verificar con indicador de pH en varillas.
5. Agregar 7 gotas de Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio y verificar el pH = 10 con Indicador de pH en varillas. Para más seguridad utilizar un pHmetro digital.
6. Agregar Indicador Negro de Eriocromo T (NET) aproximadamente 0.1g.
7. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M. tener la precaución de lavar previamente la bureta con pequeñas porciones de su solución valorante.
8. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M hasta un viraje de color de rojo vino a un azul permanente que indica el punto final de la valoración.
9. Realizar 3 valoraciones.

4.3.11 DETERMINACION DE SODIO

Simbología: Na

Muestra Utilizada: Cloruro de Sodio (NaCl)

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

El método está basado en la precipitación del Sodio con Acetato de Zinc y Uranilo, el Zinc en el precipitado aislado es determinado después vinculando el Uranio como el Carbonato complejo.

En este caso se da una titulación indirecta en donde un catión sustituto del producto de la precipitación de los componentes a ser determinados son titulados el Sodio es precipitado como Sodio Zinc Uranilacetato y el Zinc en el precipitado es titulado. ⁽¹⁰⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 25.0 mL de muestra y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
2. Agregar aproximadamente 3 mL de Solución de Acetato de Zinc Uranilo.
3. Acidificar con 2 mL de Ácido Acético concentrado hasta obtener un pH = 3 (verificar con Indicador de pH en varillas)
4. Dejar en reposo por 12 horas en hielo.
5. En el caso de que exista un precipitado filtrar por succión con embudo Gooch (lavar previamente).

6. Lavar el precipitado 3 a 4 veces con porciones de aproximadamente 5 mL de Etanol y el precipitado que aun queda en el Beaker disolver en aproximadamente 10 – 20 mL de Solución de Ácido Clorhídrico 1M.
7. Pasar la solución por el embudo Gooch nuevamente.
8. Lavar el embudo Gooch 4 a 5 veces con agua destilada.
9. La solución y el agua del lavado son combinados.
10. Si no hay precipitado omitir los pasos anteriores y agregar 20 mL de Solución de Ácido Clorhídrico 1M.
11. Neutralizar con Solución de Carbonato de Amonio al 10%. Agregar aproximadamente 35 mL de Solución de Carbonato de Amonio al 10% hasta un pH de más o menos 7.
12. Agregar en exceso 3 mL de Solución de Carbonato de Amonio al 10%.
13. Adicionar 7 mL de Solución Buffer de Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio hasta observar un pH = 10. Verificar con Indicador de pH en varillas.
14. Tomar con la punta de una espátula un pequeña cantidad de Indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1g).
15. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M. Tener cuidado de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
16. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M hasta un cambio de color de rojo vino a azul permanente.
17. Realizar 3 valoraciones.

4.3.12 DETERMINACION DE ZINC

Simbología: Zn

Muestra Utilizada: Fertilizante marca MULTI POLY - FEED

Material, Equipo y Reactivos Ver anexo 1

Fundamento

En contraste con la valoración de Calcio con EDTA, la valoración de Zinc con una solución estándar de Sal disódica de EDTA, presenta una situación más complicada en este caso un amortiguador Amoniaco – ion Amonio, de pH aproximadamente 9 ó 10, sirve como agente auxiliar de formación de complejo, para evitar la precipitación de Hidróxido de Zinc. Sin embargo el catión Zinc forma con el Amoníaco una serie de complejos que son bastante estables por lo que el Magnesio y metales pesados son también titulados. ⁽⁶⁾

Procedimiento

1. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de muestra de Fertilizante y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
2. Diluir con agua destilada a aproximadamente 100 mL
3. Si la solución se encuentra ácida neutralizar con Solución de Hidróxido de Sodio al 10% verificar el pH con Indicador de pH en varillas.
4. Agregar 3 – 4 gotas de Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio y llevar a un pH = 10. Utilizar indicador de pH en varillas o un pHmetro.

5. Adicionar aproximadamente 0.1g con la punta de una espátula de Indicador Negro de Eriocromo T.
6. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
7. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M hasta un cambio de color de rojo vino a un azul permanente que indica el punto final de la titulación.
(Ver Figura No 16 y 17)
8. Realizar 3 valoraciones.

4.4 DIFERENTES TIPOS DE INDICADORES PARA CUANTIFICAR CADA UNO DE LOS MINERALES. (Ver Tabla No. 2)

Para cuantificar cada uno de los minerales se presenta una tabla resumen de los tipos de indicadores que se han utilizado en el análisis, muestra el tipo de mineral, el intervalo de pH, el viraje de color y el tipo de valorante.

4.5 FUENTES DE ERROR EN LOS METODOS COMPLEJOMETRICOS

1. Que no sea ajustado el pH de la solución problema, antes de la valoración de cada uno de los minerales.
2. Guardar la solución de Sal disódica de EDTA en frascos de vidrio, porque el vidrio puede liberar iones metálicos como Calcio y Magnesio que se combinan con el titulante y disminuyen su fuerza efectiva. Para evitar esta

causa de error se recomienda guardar la solución de Sal disódica de EDTA en frascos de polietileno o plástico

3. Las soluciones reguladoras alcalinas, especialmente de tipo amoniacal, atacan el vidrio y pueden introducir iones metálicos que consumen EDTA en la titulación. Estas soluciones reguladoras deben de guardarse en frascos de polietileno o plástico.
4. Agregar rápidamente y sin agitación la solución reguladora de Hidróxido de Sodio al 10% porque llega a coprecipitar con el Magnesio.
5. Presencia de ion Carbonato en las soluciones problemas y en la solución de Hidróxido de Sodio pues podría precipitar como Carbonato de Calcio

CAPITULO V
RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

RESULTADOS

5.1.1 DETERMINACION DE AZUFRE

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

M_{ZnSO_4} = Molaridad del ZnSO_4 = 0.1M

V_{EDTA} = Volumen de EDTA agregado al inicio de la titulación = 20.0 mL

V_{mx} = Volumen de muestra utilizado = 10.0 mL

PM (SO_4) = Peso molecular del SO_4^{2-} = 96 g/mol

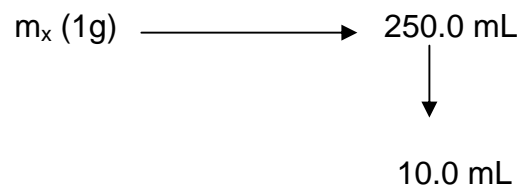
Volumen gastado de ZnSO_4 en la valoración:

V_1 = 19.8 mL

V_2 = 19.5 mL

V_3 = 19.7 mL

Esquema de Dilución de la muestra:



$$\text{FD} = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$\text{FD} = \frac{250.0 \text{ mL}}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{FD} = 25$$

Para un volumen gastado de 19.8 mL de ZnSO₄

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{SO}_4)/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = \frac{[(20.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (19.8 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 96/1000 \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 0.280 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 0.280 \times 25$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 7.0 \%$$

Para un volumen gastado de 19.5 mL de ZnSO₄

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{SO}_4)/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = \frac{[(20.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (19.5 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 96/1000 \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 0.309 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 0.309 \times 25$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 7.72 \%$$

Para un volumen gastado de 19.7 mL de ZnSO₄

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{SO}_4)/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = \frac{[(20.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (19.7 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 96/1000 \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 0.289 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 0.289 \times 25$$

$$\% \text{ de } \text{SO}_4^{-2} = 7.22 \%$$

Promedio de porcentajes: $\frac{7.0 + 7.72 + 7.22}{3}$

3

Promedio de porcentajes: **7.31 %**

5.1.2 DETERMINACION DE CALCIO

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

V_{mx} = Volumen de muestra utilizado = 10.0 mL

PM (Ca) = Peso Molecular del Ca = 40 g/mol

Volumen gastado de EDTA en la titulación:

$V_1 = 25.0 \text{ mL}$

$V_2 = 25.5 \text{ mL}$

$V_3 = 25.7 \text{ mL}$

Esquema de Dilución de la muestra:



$$FD = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$FD = \frac{100.0 \text{ mL}}{10.0 \text{ mL}}$$

$$FD = 10$$

Para un volumen gastado de 25.0 mL de EDTA

$$\text{ppm de Ca}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM}(\text{Ca}) / 1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = \frac{(25.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (40/1000) \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 11.36 \times FD$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 11.36 \times 10$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 113.60 \mu\text{g/mL}$$

Para un volumen gastado de 25.5 mL de EDTA

$$\text{ppm de Ca}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM}(\text{Ca}) / 1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = \frac{(25.5 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (40/1000) \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 11.587 \times FD$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 11.587 \times 10$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 115.87 \mu\text{g/mL}$$

Para un volumen gastado de 25.7 mL de EDTA

$$\text{ppm de Ca}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM}(\text{Ca}) / 1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = \frac{(25.7 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (40/1000) \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 11.678 \times \text{FD}$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 11.678 \times 10$$

$$\text{ppm de Ca}^{++} = 116.78 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Promedio de ppm: } \frac{113.60 + 115.87 + 116.78}{3}$$

Promedio de ppm: **115.41 $\mu\text{g/mL}$**

ppm de Calcio en 100.0 mL de Solución:

$$115.41 \mu\text{g/mL} \quad \text{—————} \quad 10.0 \text{ mL}$$

$$X \quad \text{—————} \quad 100.0 \text{ mL}$$

$$X = \mathbf{1154.1 \mu\text{g/mL}}$$

5.1.3 DETERMINACION DE COBALTO

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

M_{ZnSO_4} = Molaridad del ZnSO_4 = 0.1M

V_{EDTA} = Volumen de EDTA agregado al inicio de la titulación = 5.0 mL

V_{mx} = Volumen de muestra utilizado = 10.0 mL

PM (Co) = Peso Molecular del Co = 59 g/mol

Volumen gastado de ZnSO_4 en la titulación:

$V_1 = 4.0$ mL

$V_2 = 4.0$ mL

$V_3 = 4.2$ mL

Esquema de Dilución de la muestra:



$$\text{FD} = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$\text{FD} = \frac{100.0 \text{ mL}}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{FD} = 10$$

Para un volumen gastado de 4.0 mL de ZnSO₄

$$\text{ppm de Co}^{++} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{Co})/1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = \frac{[(5.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (4.0 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 59/1000 \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 0.9912 \times \text{FD}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 0.9912 \times 10$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 9.912 \mu\text{g/mL}$$

Para un volumen gastado de 4.0 mL de ZnSO₄

$$\text{ppm de Co}^{++} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{Co})/1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = \frac{[(5.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (4.0 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 59/1000 \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 0.9912 \times \text{FD}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 0.9912 \times 10$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 9.912 \mu\text{g/mL}$$

Para un volumen gastado de 4.2 mL de ZnSO₄

$$\text{ppm de Co}^{++} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{Co})/1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = \frac{[(5.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (4.2 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 59/1000 \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 0.873 \times \text{FD}$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 0.873 \times 10$$

$$\text{ppm de Co}^{++} = 8.732 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Promedio de ppm: } \frac{9.912 + 9.912 + 8.732}{3}$$

Promedio de ppm: **9.551 $\mu\text{g/mL}$**

ppm de Cobalto en 100.0 mL de Solución:

$$9.551 \mu\text{g/mL} \quad \text{—————} \quad 10.0 \text{ mL}$$

$$X \quad \text{—————} \quad 100.0 \text{ mL}$$

$$X = \mathbf{95.51 \mu\text{g/mL}}$$

5.1.4 DETERMINACION DE COBRE

a) Peso de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ para preparar muestra de comprobación de método.

$$\text{Peso Molecular de } \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{—————} \quad \text{Peso Atómico de Cu}$$

$$X \quad \text{—————} \quad \text{Peso muestra de Cu}$$

$$X = \text{Peso de } \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

$$\begin{array}{r}
 63.5\text{g de Cu} \quad \text{—————} \quad 249.68\text{g de CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \\
 0.040\text{g de Cu} \quad \text{—————} \quad X \\
 X = 0.15727\text{g de CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}
 \end{array}$$

b) Peso de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 250 mL de solución.

$$\begin{array}{r}
 \text{Peso de CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{—————} \quad 1000.0 \text{ mL} \\
 X \quad \text{—————} \quad 250.0 \text{ mL}
 \end{array}$$

X = Cantidad a pesar $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ para preparar un volumen de 250 mL

$$\begin{array}{r}
 0.15727\text{g de CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{—————} \quad 1000.0 \text{ mL} \\
 X \quad \text{—————} \quad 250.0 \text{ mL}
 \end{array}$$

$$X = 0.03931\text{g de CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

c) Valoración del Cobre con Solución de Sal Disódica del EDTA 0.01M.

$$\text{g de Cu}^{++} = V \text{ (mL)} \times M \times \text{PM} / 1000 \quad (7)$$

$$\text{g de Cu}^{++} = (6.5 \text{ mL}) \times (0.01627 \text{ M}) \times (63.5 / 1000)$$

$$\text{g de Cu}^{++} = \mathbf{0.0067154 \text{ g}}$$

d) g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ presentes en la muestra.

Peso Molecular del $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ _____ Peso Atómico del Cu

X _____ Peso en g de Cu obtenidos en c)

X = g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ presentes en la titulación

249.68g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ _____ 63.5g de Cu

X _____ 0.0067154g de Cu

X = 0.02640g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

5.1.5 DETERMINACION DE FÓSFORO COMO P_2O_5

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

M_{ZnSO_4} = Molaridad del ZnSO_4 = 0.1M

V_{EDTA} = Volumen de EDTA agregado al inicio de la titulación = 50.0 mL

V_{mx} = Volumen de muestra utilizado = 25.0 mL

PM (P_2O_5) = Peso Molecular del P_2O_5 = 142.0 g/mol

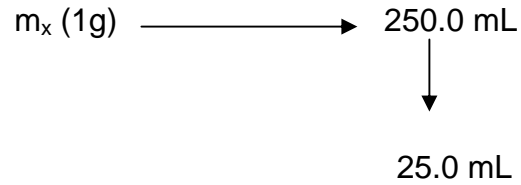
Volumen gastado de ZnSO_4 en la valoración:

V_1 = 47.0 mL

V_2 = 46.8 mL

V_3 = 47.2 mL

Esquema de Dilución de la muestra:



$$\text{FD} = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$\text{FD} = \frac{250.0 \text{ mL}}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\text{FD} = 10$$

Para un volumen gastado de 47.0 mL de ZnSO_4

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{P}_2\text{O}_5) / 1000 \times 100}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{[(50\text{mL}) \times (0.1136\text{M}) - (47.0 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 142/1000 \times 100}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 = 0.556 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 = 0.556 \times 10$$

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 = 5.56 \%$$

Para un volumen gastado de 46.8 mL de ZnSO_4

$$\% \text{ de } \text{P}_2\text{O}_5 = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(\text{P}_2\text{O}_5) / 1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = \frac{[(50\text{mL}) \times (0.1136\text{M}) - (46.8 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 142/1000 \times 100}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = 0.568 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = 0.568 \times 10$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = 5.68 \%$$

Para un volumen gastado de 47.2 mL de ZnSO₄

$$\% \text{ de } P_2O_5 = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{ZnSO}_4} M_{\text{ZnSO}_4}) \times \text{PM}(P_2O_5) / 1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = \frac{[(50\text{mL}) \times (0.1136\text{M}) - (47.2 \text{ mL}) \times (0.1\text{M})] \times 142/1000 \times 100}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = 0.545 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = 0.545 \times 10$$

$$\% \text{ de } P_2O_5 = 5.45 \%$$

Promedio de porcentajes: $\frac{5.56 + 5.68 + 5.45}{3}$

3

Promedio de porcentajes: **5.56 %**

5.1.6 DETERMINACION DE HIERRO

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

$$M_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \text{Molaridad del Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 0.091\text{M}$$

$$V_{\text{EDTA}} = \text{Volumen de EDTA agregado al inicio de la titulación} = 10.0 \text{ mL}$$

$$V_{\text{mx}} = \text{Volumen de muestra tomado} = 10.0 \text{ mL}$$

$$\text{PM (Fe)} = \text{Peso Molecular del Fe} = 56 \text{ g/mol}$$

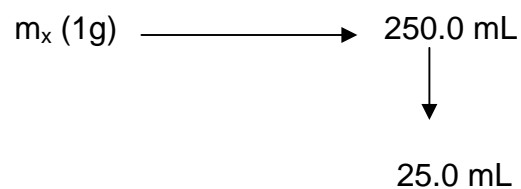
Volumen gastado de $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en la valoración:

$$V_1 = 13.3 \text{ mL}$$

$$V_2 = 12.9 \text{ mL}$$

$$V_3 = 13.0 \text{ mL}$$

Esquema de Dilución de la muestra:



$$\text{FD} = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$\text{FD} = \frac{250.0 \text{ mL}}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{FD} = 25$$

Para un volumen gastado de 13.3 mL de $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} M_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}) \times \text{PM}/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = \frac{[(10.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (13.3 \text{ mL}) \times (0.091\text{M})] \times 56/1000 \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.0416 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.0416 \times 25$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 1.04 \%$$

Para un volumen gastado de 12.9 mL de $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} M_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}) \times \text{PM}/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = \frac{[(10.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (12.9 \text{ mL}) \times (0.091\text{M})] \times 56/1000 \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.0212 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.0212 \times 25$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.53 \%$$

Para un volumen gastado de 13.0 mL de $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = \frac{(V_{\text{EDTA}} M_{\text{EDTA}} - V_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} M_{\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}) \times \text{PM}/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = \frac{[(10.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) - (13.0 \text{ mL}) \times (0.091\text{M})] \times 56/1000 \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.0263 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.0263 \times 25$$

$$\% \text{ de Fe}^{+++} = 0.65$$

$$\text{Promedio de porcentajes: } \frac{1.04 + 0.53 + 0.65}{3}$$

Promedio de porcentajes: **0.74 %**

5.1.7 DETERMINACION DE MANGANESO

$$M_{\text{EDTA}} = \text{Molaridad del EDTA} = 0.1136\text{M}$$

$$V_{\text{mx}} = \text{Volumen de muestra utilizado} = 25.0 \text{ mL}$$

$$\text{PM (Mn)} = \text{Peso Molecular del Mn} = 55 \text{ g/mol}$$

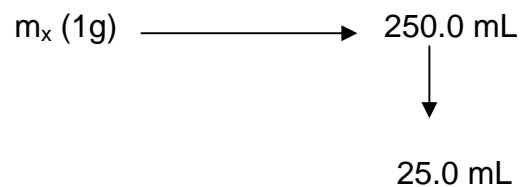
Volumen gastado de EDTA en la valoración:

$$V_1 = 0.6 \text{ mL}$$

$$V_2 = 0.7 \text{ mL}$$

$$V_3 = 0.5 \text{ mL}$$

Esquema de Dilución de la muestra:



$$\text{FD} = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$FD = \frac{250.0 \text{ mL}}{25.0 \text{ mL}}$$

$$FD = 10$$

Para un volumen gastado de 0.6 mL de EDTA

$$\% \text{ de Mn} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM}(\text{Mn})/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\% \text{ de Mn} = \frac{(0.6 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (55/1000) \times 100}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.0149 \times FD$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.0149 \times 10$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.149 \%$$

Para un volumen gastado de 0.7 mL de EDTA

$$\% \text{ de Mn} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM}(\text{Mn})/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de Mn} = \frac{(0.7 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (55/1000) \times 100}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.0174 \times FD$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.0174 \times 10$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.174 \%$$

Para un volumen gastado de 0.5 mL de EDTA

$$\% \text{ de Mn} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM (Mn)}/1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de Mn} = \frac{(0.5 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (55/1000) \times 100}{25.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.0124 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.0124 \times 10$$

$$\% \text{ de Mn} = 0.124 \%$$

Promedio de porcentajes: $\frac{0.149 + 0.175 + 0.124}{3}$

3

Promedio de porcentajes: **0.149 %**

5.1.8 DETERMINACION DE MAGNESIO

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

V_{mx} = Volumen de muestra utilizado = 10.0 mL

PM (Mg) = Peso Molecular del Mg = 24 g/mol

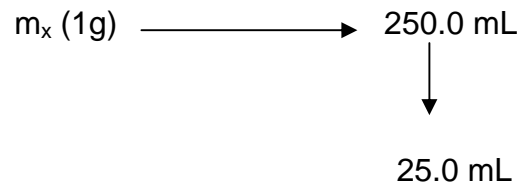
Volumen gastado de EDTA en la valoración:

$V_1 = 4.0 \text{ mL}$

$V_2 = 3.9 \text{ mL}$

$V_3 = 4.0 \text{ mL}$

Esquema de Dilución de la muestra:



$$FD = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$FD = \frac{250.0 \text{ mL}}{10.0 \text{ mL}}$$

$$FD = 25$$

Para un volumen gastado de 4.0 mL de EDTA

$$\% \text{ de } Mg^{++} = \frac{V_{EDTA} \times M_{EDTA} \times PM (Mg) / 1000 \times 100}{V_{mx}} \quad (9)$$

$$\% \text{ de } Mg^{++} = \frac{(4.0 \text{ mL}) \times (0.1136M) \times (24/1000) \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de } Mg^{++} = 0.1090 \times FD$$

$$\% \text{ de } Mg^{++} = 0.1090 \times 25$$

$$\% \text{ de } Mg^{++} = 2.72 \%$$

Para un volumen gastado de 3.9 mL de EDTA

$$\% \text{ de } Mg^{++} = \frac{V_{EDTA} \times M_{EDTA} \times PM (Mg) / 1000 \times 100}{V_{mx}}$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = \frac{(3.9 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (24/1000) \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = 0.1063 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = 0.1063 \times 25$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = 2.65 \%$$

Para un volumen gastado de 4.0 mL de EDTA

$$\% \text{ de Mg}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM (Mg)} / 1000 \times 100}{V_{\text{mx}}}$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = \frac{(4.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (24/1000) \times 100}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = 0.1090 \times \text{FD}$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = 0.1090 \times 25$$

$$\% \text{ de Mg}^{++} = 2.72 \%$$

$$\text{Promedio de porcentajes: } \frac{2.72 + 2.65 + 2.72}{3}$$

Promedio de porcentajes: **2.69 %**

5.1.9 DETERMINACION DE SODIO

a) Peso de NaCl para preparar muestra de comprobación de método.

$$\begin{array}{r} \text{Peso Molecular de NaCl} \text{ _____} \\ X \text{ _____} \end{array} \quad \begin{array}{l} \text{Peso Atómico de Na} \\ \text{Peso muestra de Na} \end{array}$$

$$X = \text{Peso de NaCl}$$

$$\begin{array}{r} 23.0\text{g de Na} \text{ _____} \\ 0.050\text{g de Na} \text{ _____} \end{array} \quad \begin{array}{l} 58.5\text{g de NaCl} \\ X \end{array}$$

$$X = 0.1271 \text{ g de NaCl}$$

b) Peso de NaCl en 250 mL de solución.

$$\begin{array}{r} \text{Peso de NaCl} \text{ _____} \\ X \text{ _____} \end{array} \quad \begin{array}{l} 1000.0 \text{ mL} \\ 250.0 \text{ mL} \end{array}$$

X = Cantidad a pesar de NaCl para preparar un volumen de 250 mL

$$\begin{array}{r} 0.1271\text{g de NaCl} \text{ _____} \\ X \text{ _____} \end{array} \quad \begin{array}{l} 1000.0 \text{ mL} \\ 250.0 \text{ mL} \end{array}$$

$$X = 0.03179\text{g de NaCl}$$

c) Valoración del Na con Solución de Sal Disódica del EDTA 0.1 M

$$\text{g de Na}^+ = V \text{ (mL)} \times M \times \text{PM (Na)} / 1000 \text{ (7)}$$

$$\text{g de Na}^+ = (5.0 \text{ mL}) \times (0.1136 \text{ M}) \times (22.99 / 1000)$$

$$\text{g de Na}^+ = \mathbf{0.013058 \text{ g}}$$

d) g de NaCl presentes en la muestra.

Peso Molecular del NaCl _____ Peso Atómico del Na

X _____ Peso en g de Na obtenidos en literal c)

X = Cantidad en g de NaCl

58.5g de NaCl _____ 23 g de Na

X _____ 0.013058g de Na

X = **0.03321g de NaCl**

5.1.10 DETERMINACION DE ZINC

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA = 0.1136M

V_{mx} = Volumen de muestra utilizado = 10.0 mL

PM (Zn) = Peso Molecular del (Zn) = 65 g/mol

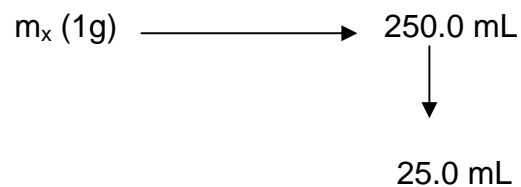
Volumen gastado de EDTA en la titulación:

V_1 = 14.9 mL

V_2 = 15.0 mL

V_3 = 15.2 mL

Esquema de Dilución de la muestra:



$$FD = \frac{\text{Volúmenes Hechos}}{\text{Alícuota tomada}}$$

$$FD = \frac{250.0 \text{ mL}}{10.0 \text{ mL}}$$

$$FD = 25$$

Para un volumen gastado de 14.9 mL de EDTA

$$\text{ppm de Zn}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM (Zn)} / 1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}} \quad (9)$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = \frac{(14.9 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (65/1000) \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 11.002 \times FD$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 11.002 \times 25$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 275.05 \mu\text{g/mL}$$

Para un volumen gastado de 15.0 mL de EDTA

$$\text{ppm de Zn}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM (Zn)} / 1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}}$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = \frac{(15.0 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (65/1000) \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 11.076 \times FD$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 11.076 \times 25$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 276.9 \mu\text{g/mL}$$

Para un volumen gastado de 15.2 mL de EDTA

$$\text{ppm de Zn}^{++} = \frac{V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times \text{PM (Zn)} / 1000 \times 10^3}{V_{\text{mx}}}$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = \frac{(15.2 \text{ mL}) \times (0.1136\text{M}) \times (65/1000) \times 10^3}{10.0 \text{ mL}}$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 11.223 \times 25$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 11.223 \times 25$$

$$\text{ppm de Zn}^{++} = 280.5 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Promedio de ppm: } \frac{275.0 + 276.9 + 280.5}{3}$$

Promedio de ppm: **277.4 $\mu\text{g/mL}$**

Cuadro resumen de los resultados obtenidos de la cuantificación realizada a cada uno de los 10 minerales.

TABLA No. 1: CUADRO RESUMEN DE LAS CUANTIFICACIONES

ELEMENTO	PESO MOLECULAR	SOLUCIÓN VALORANTE	CONCENTRACION REAL DE LA SOLUCION VALORANTE	VOLUMEN DE M_x o P_{mx}	RESULTADO OBTENIDO	ROTULADO EN LA ETIQUETA	MARCA FERTILIZANTE
Azufre	96.0 g/mol	ZnSO ₄	0.1M	10.0 mL	7.31%	9.0%	HAKAPHOS
Calcio	40.0 g/mol	EDTA	0.1136M	10.0 mL	1154.1 ppm	207 ppm	BAYFOLAN
Cobalto	59.0 g/mol	ZnSO ₄	0.1M	10.0 mL	95.5 ppm	17 ppm	BAYFOLAN
Cobre	63.5 g/mol	EDTA	0.001627	0.0394g	0.02640g	----	CuSO ₄ .5H ₂ O
Fósforo como P ₂ O ₅	142.0 g/mol	ZnSO ₄	0.1M	25.0 mL	5.56%	5%	HAKAPHOS
Hierro	56.0 g/mol	Th(NO ₃) ₄ .5H ₂ O	0.091M	10.0 mL	0.74%	0.050%	HAKAPHOS
Manganeso	55.0 g/mol	EDTA	0.1136M	25.0 mL	0.149%	0.050%	HAKAPHOS
Magnesio	24.0 g/mol	EDTA	0.1136M	10.0 mL	2.69%	1.30%	HAKAPHOS
Sodio	23.0 g/mol	EDTA	0.1136M	0.0349g	0.03321g	----	NaCl
Zinc	65.0 g/mol	EDTA	0.1136M	10.0 mL	277.4 ppm	150 ppm	POLY-FEED

* ---- Muestra no declara catión

TABLA No. 2: CUADRO RESUMEN DE LAS VALORACIONES

CATION	VALOR DE pH	INDICADOR/ VIRAJE	VALORANTE
Azufre	pH = 10	NET (azul a rojo vino)	Solución de Sulfato de Zinc 0.1M
Calcio	pH = 12	Murexide (púrpura a rosa)	Solución de EDTA sal disódica 0.1M
Cobalto	pH = 10	NET (azul a rojo)	Solución de Sulfato de Zinc 0.1M
Cobre	pH = 8	Murexide (naranja amarillo a púrpura)	Solución de EDTA sal disódica 0.1M
Fósforo	pH = 10	NET (azul a rojo vino)	Solución de Sulfato de Zinc 0.1M
Hierro	pH = 2	Naranja de Xilenol (amarillo a rojo)	Solución de Nitrato de Torio 0.1M
Manganeso	pH = 10	NET (rojo vino a azul)	Solución de EDTA sal disódica 0.1M
Magnesio	pH = 10	NET (rojo vino a azul)	Solución de EDTA sal disódica 0.1M
Sodio	pH = 10	NET (rojo vino a azul)	Solución de EDTA sal disódica 0.1M
Zinc	pH = 10	NET (rojo vino a azul)	Solución de EDTA sal disódica 0.1M

5.2 DISCUSION DE RESULTADOS

- AZUFRE

La determinación de Azufre se llevo a cabo por medio de una titulación por retroceso utilizando Sulfato de Zinc 0.1 M e indicador Negro de Eriocromo T y se obtuvo como resultado de la cuantificación un valor de 7.31 % del contenido de Sulfato, en comparación con que rotula la etiqueta del fertilizante marca HAKAPHOS NARANJA que es del 9% obteniéndose una diferencia del 1.69 % lo cual indica que la etiqueta no contiene la cantidad que rotula. (Ver tabla No 1)

- CALCIO

En la determinación de Calcio se realizo lo que es una titulación directa utilizando Murexide como indicador y el resultado obtenido de la cuantificación fue de 1154.1 ppm que es alto en comparación con lo que rotula la etiqueta del fertilizante marca BAYFOLAN FORTE que es de 207 ppm dicho valor puede deberse al contenido alto de Manganeso pues este mineral interfiere en el punto final de la valoración ya que no hay una buena apreciación del color y puede conllevar así a una prueba falso – positiva. ⁽⁹⁾ (Ver tabla No. 1)

- COBALTO

La determinación de Cobalto se llevo a cabo por medio de una titulación por retroceso utilizando el Sulfato de Zinc 0.1 M como la solución valorante y

obteniéndose el siguiente resultado que fue de 95.5 ppm. El contenido que presenta la etiqueta del fertilizante marca BAYFOLAN FORTE es de 17 ppm comparando los resultados hay una diferencia de 78.5 lo que significa que puede deberse a que el contenido de este mineral no se encuentra en la cantidad que rotula dicho fertilizante. (Ver tabla No. 1)

- COBRE

Para cuantificar el cobre se preparo una muestra de Sulfato de Cobre Pentahidratado y del cual se peso exactamente en balanza Analítica 0.0394 g este se disolvió en un volumen de 250.0 mL. La cuantificación se llevo a cabo por medio de una titulación directa utilizando como indicador Murexide y obteniéndose como resultado 0.0067154 g de Cu que son los gramos presentes en la valoración (Ver cálculos de la determinación de Cobre) y los gramos presentes de Sulfato de Cobre es de 0.02640 g. lo que significa que el análisis Complejométrico es un buen método para poder cuantificar el Cobre. (Ver tabla No. 1)

- FOSFORO

La determinación de Fósforo se llevo a cabo por medio de una titulación por retroceso (Ver tabla No. 1) en el cual se obtuvo el siguiente resultado que fue de 5.56 % de Pentóxido de Fósforo. La etiqueta del fertilizante marca HAKAPHOS NARANJA rotula el 5% lo cual significa que el porcentaje obtenido

en esta investigación se encuentra en un nivel correcto por lo tanto es aceptable.

- HIERRO

La determinación de Hierro se llevo a cabo por medio de una titulación por retroceso utilizando el Nitrato de Torio y como indicador Naranja de Xilenol, en esta cuantificación se obtuvo como resultado un porcentaje de 0.74%. El porcentaje es alto cuando se compara con lo que rotula la etiqueta del fertilizante marca HAKAPHOS NARANJA que es de 0.050 % lo que significa que no contiene la cantidad que rotula. (Ver tabla No. 1)

- MANGANESO

Para la determinación de Manganeso observar la tabla No. 1 la cual presenta los resultados en forma resumida, este mineral se llevo a cabo por medio de una titulación directa utilizando como indicador NET el resultado obtenido fue de 0.149 % del contenido de Manganeso, es alto en comparación con lo que rotula la etiqueta del fertilizante marca HAKAPHOS NARANJA que es de 0.050 % y puede deberse a la interferencia provocada por la presencia de metales divalentes como es el caso del Hierro.⁽⁹⁾

- MAGNESIO

Para la determinación de Magnesio observar la tabla No. 1 las cuales contienen los resultados obtenidos de la cuantificación realizada, dicho mineral se llevo a cabo por medio de una titulación directa y el resultado obtenido fue de 2.69 % del contenido de Magnesio y lo que rotula la etiqueta del fertilizante marca HAKAPHOS NARANJA es de 1.30 % lo cual significa que no contiene la cantidad que rotula. (Ver tabla No. 1)

- SODIO

Para cuantificar el Sodio se preparo una muestra de Cloruro de Sodio y del cual se peso exactamente en balanza Analítica 0.0349 g este se disolvió en un volumen de 250.0 mL. La cuantificación se llevo a cabo por medio de una titulación indirecta utilizando como indicador NET y obteniéndose como resultado 0.013058 g de Na que son los gramos presentes en la valoración (Ver cálculos de la determinación de Sodio) y los gramos de Cloruro de Sodio presentes en la muestra que fue de 0.03321 g significando que el análisis Complejométrico es un buen método para la determinación de Sodio. (Ver tabla No. 1)

- ZINC

En la determinación del Zinc (ver tabla No. 1), este mineral se llevo a cabo por una titulación directa obteniéndose como resultado un valor de 277.4 ppm el cual es alto cuando se compara con lo que rotula la etiqueta del fertilizante marca MULTI POLY-FEED que es de 150 ppm dicha diferencia se debe a que el fertilizante no contiene la cantidad de mineral que rotula.

CAPITULO VI
CONCLUSIONES

6.0 CONCLUSIONES

1. El análisis Complejométrico es de gran importancia ya que se pueden cuantificar minerales utilizando reactivos sin la necesidad de utilizar aparatos sofisticados.
2. La Complejometría en combinación con el enmascaramiento; permite efectuar determinaciones muy selectivas y exactas de los diferentes minerales.
3. La ventaja de utilizar compuestos orgánicos como el EDTA que tiene varios grupos donadores de electrones es que reacciona mejor con los cationes y dan puntos finales bien definidos y reaccionan en una sola etapa.
4. El indicador esta restringido por el rango de pH dentro del cual la reacción de formación del complejo puede llevarse sin la interferencia de otros iones, los cuales pueden ser enmascarados por la adición de otro agente complejante.
5. En esta investigación para determinar el punto final se emplearon indicadores llamados Metalocrómicos como el Negro de Eriocromo T, Murexide, Naranja de Xilenol, porque tienen la propiedad de formar complejos de distinto color al que presenta el indicador libre.
6. Se determino que para elegir el método para preparar la muestra es preciso conocer la propiedad química descriptiva de los materiales que se emplean.

7. Una complicación que surge al digerir una muestra para analizarla es que alguno o varios de los componentes que se van a detectar se transformen en un producto volátil en el proceso por lo que debe digerirse en un recipiente cerrado para atrapar los gases.
8. Los errores determinados e indeterminados se manifiestan cuando se efectúa una medición y se deben a factores como los provocados por el equipo utilizado y reactivos conteniendo impurezas, etc. y que son parte inevitable de toda medición física o química.
9. Las empresas productoras de Fertilizantes no llevan un control estricto de la cantidad que rotula la etiqueta del fertilizante.
10. Los datos obtenidos en esta investigación permiten confirmar que los minerales no se encontraban en las cantidades que rotulaba la etiqueta de los fertilizantes.

CAPITULO VII
RECOMENDACIONES

RECOMENDACIONES

- Trabajar con un pH exacto al realizar el método complejométrico para evitar tener datos erróneos a la hora de hacer los cálculos.
- La utilización del Indicador Buffer Tableta contiene Negro de Eriocromo T como metal específico indicador lo que hace posible llevar a cabo determinaciones más exactas y estables.
- Ampliar la investigación en cuanto a la determinación de otros minerales a parte de los investigados.
- Fomentar en el estudiante este tipo de análisis ya que son sencillos de realizar y la mayoría de reactivos se encuentran disponibles en la Facultad de Química y Farmacia.
- Para la cuantificación de los minerales es necesario que al preparar la solución de EDTA es necesario agregar una pequeña cantidad de Cloruro de Magnesio ya que este ion Magnesio debe existir siempre para el cambio de color durante la valoración.
- Al iniciar la cuantificación de los minerales debe ambientarse toda la cristalería con las soluciones correspondientes.
- Realizar las buenas prácticas de laboratorio para lograr obtener resultados confiables.

- Que las empresas productoras de Fertilizantes deberían de tener un control más minucioso en cuanto a la cantidad de minerales que dice la etiqueta para que a la hora de agregarlo a la planta logre asimilar las cantidades correctas de minerales.
- En investigaciones complejométricas posteriores se deberá tomar en cuenta el tipo de muestra y como se van a enmascarar los interferentes para así evitar inconvenientes.

BIBLIOGRAFÍA

1. Angenault J.. 1998 “Diccionario Enciclopédico de Química”. México. Compañía Editorial Continental, S.A. de C. V.
2. Araneo A. 1972 “Química Analítica Cualitativa” Bogota, Colombia. Editorial Andes.
3. “Association of Official Analytical Chemists” 1990, 15th Edition. Edited by Sydney Williams, Published by the Association of Official Analytical Chemists, Inc.
4. Ayres G., H. 1970 “Análisis Químico Cuantitativo” Madrid España. Ediciones del Castillo S. A.
5. Franco B., y otros. 2003 “Elaboración de una guía practica para la preparación de reactivos químicos y estándares de uso frecuente en el análisis químico”. Trabajo de graduación, Lic. en Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
6. Fischer R., y otros. 1970 “Análisis Químico Cuantitativo” 3^a Ed. México D.F. Editorial Interamericana S. A.
7. Facultad de Química y Farmacia. “Manual de Química Analítica II” Departamento de Análisis Químico e Instrumental. Universidad de El Salvador. 2002
8. Jacob, A., Von U., 1973 “Nutrición y Abonado de los Cultivos Tropicales y Subtropicales. Fertilización”. 4ta Ed. México D.F. Ediciones Euroamericanas.

9. John K. "Analytical Chemistry for technicians" 3^a Edition, London 2003 by CRC Lewis Publishers.
10. Merck, E. 1982. "Métodos Complejométricos de Valoración con Titriplex". 3^a Ed. Alemania.
11. Pineda Díaz, M., 1981 "Predicciones Teóricas en los métodos Complejométricos de Valoración en Calcio, Magnesio y Aluminio" Trabajo de Graduación. Lic. en Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
12. Rubinson J., y otros 2000 "Química Analítica Contemporánea" 1^a Ed. México D. F. Prentice Hall.
13. Skoog D., y otros "Química Analítica" 7^a Ed. México D.F. McGRAW – HILL Interamericana Editores S.A. de C.V.
14. <http://www.gemini.udistrital.edu.co/comunidad/grupos/fluoreciencia/calidadweb/cal11.htm>.
Caldas, Francisco José. 2003 "Método Volumétrico" (en línea) consultado el 30 de Junio de 2004.
15. http://www.fisicanet.com.ar/quimica/q3lb01/lbq3_22a.html
Fisicanet, 2000. Dureza en aguas (laboratorio de Química: Determinación de la Dureza en agua mediante Volumetría Complejométrica (en línea) consultado el 18 de Julio de 2004.
16. http://www.infojardin.com/articulos/Tipos_de_abonos_2.htm
Infojardin, 2003, Tipos de abonos (en línea) consultado el 20 de Julio de 2004.

17. <http://www2.monografias.com/perl/showflat.pl?Cat=&Board=bioquimica&Number=9690&page=18&view=collapsed&sb=5>
Monografías. 2003. Volumétrica por complejometría (en línea) consultado el 19 de Agosto de 2004.
18. <http://benso.byu.edu/Members/nyoung/lessons/Spanish/1.5/view-56k>
Productos Fertilizantes: descripción y uso (en línea) consultado el 17 de Julio de 2004
19. <http://www.uia.mx/ibero/noticias/publica/quimanal/pdf/8formacioncomplejos.pdf>
Reacciones de Formación de Complejos (en línea) consultado el 15 de Febrero 2004.
20. <http://usuarios.lycos.es/florenms/cuidados.htm>.
Serrano, Florencio Martín, 2002, El bonsái un Arte (en línea) Alicante, España consultado el 17 de Julio de 2004.
21. <http://www.coqui.ice.orq/atrujillo/complejo/slide11.htm>
Trujillo Revello, Andrés. 2001. Equilibrio de Formación de Complejos (en línea) Consultado el 20 de Febrero 2004.
22. http://www.chem.uky.edu/courses/che226/labs/complexometric_zinc.html
Universidad de Kentucky, 2004. "Complexometric Titration of Zinc (II) with EDTA" (en línea) consultado el 18 de Julio de 2004.
23. <http://members.tripod.com/Arturobola/Calcio.htm>
Análisis de Calcio por Titulación con EDTA (en línea) consultado el 20 de Agosto de 2004.

GLOSARIO (5, 7, 11,13, 19, 21)

- Acido: Especie química que es capaz de donar protones a otra especie.
- Alícuota: Es la parte del volumen total de un líquido tomada por medio de una pipeta volumétrica, la cual puede ser analizada posteriormente o servir como blanco.
- Análisis Cuantitativo: Es el tipo de estudio que trata de identificar los elementos y la forma con se encuentran en la muestra, ya sean estos cargados negativa (aniones) o positivamente. (cationes).
- Análisis Cuantitativo: Es el tipo de estudio que trata de cuantificar uno o varios elementos que se encuentran presentes en una muestra.
- Análisis Volumétrico: Es una subdivisión del análisis cuantitativo que consiste en la cuantificación del volumen de un analito.
- Analito: Es la especie química presente en una muestra de la cual se busca información analítica.
- Anion: Un ion cargado positivamente.
- Base: Es la especie química que es capaz de aceptar protones de otra especie que los dona (acido).
- Blanco: Es aquella solución preparada con la misma cantidad de los reactivos y la misma forma de preparación que aquella solución o especie bajo prueba, sin contener la sustancia a analizar.
- Cation: Un ion cargado positivamente.

- Complejometría: Se entiende como un método volumétrico que usa la formación de un complejo.
- Digestión: Se emplea energía externa para separar los componentes disueltos en un líquido.
- Estándar de Referencia: Es una sustancia que se utiliza como patrón de comparación en pruebas y ensayos para relacionarla con muestras desconocidas que se sospecha contienen dicha sustancia. Se abrevia RS por sus siglas en inglés (Referente Standard). Es una sustancia que ha sido analizada exhaustivamente.
- Estándar Primario: Es una sustancia utilizada para valorar o analizar la concentración de una solución que se desconoce. Debe ser fácil de obtener, purificar, secar y conservar en estado puro. Debe poseer un peso equivalente alto para disminuir el error de pesada, debe ser sólido, fácilmente soluble en el disolvente a emplear y no dar coloración en solución. Ejemplo: CaCO_3 .
- Estandarización: Es el proceso analítico que permite determinar y cuantificar con exactitud la concentración de una solución preparada en la práctica, teniendo como referencia un estándar primario.
- Ion: Un átomo o grupo de átomos con una carga positiva (Cation) o una negativa (Anion), como resultado de haber perdido o ganado electrones.
- Ion Complejo: Es el producto de la reacción de un ion metálico y un ligando.

- Ligando: Es un ion o una molécula que forma un enlace covalente con un cation o un átomo metálico neutro al ceder y compartir con ellos un par de electrones.
- Metal: Actúa como acido de Lewis, dona un par de electrones.
- Monodentado: cuando se une al ion metálico mediante un solo átomo.
- Número de Coordinación: Es el número de enlaces que forma el ion metálico con los ligandos.
- Peso Equivalente: Es el peso en gramos de los equivalentes de una sustancia, base especifica para expresar la masa en términos químicos es semejante, pero distinta de la masa molar.
- Peso Molecular: es el peso en gramos de un mol de sustancia. Sinónimo de masa molecular.
- pH: Es el logaritmo base 10, de la actividad molar de los iones hidrógeno de una solución.
- Polidentado: cuando un ligando puede unirse a un ion metálico mediante mas de un átomo.
- Porcentaje Peso en Peso: Es una expresión que demuestra el numero de gramos de una sustancia en 100 g de solución o mezcla, se suele apreciar como W / W por sus siglas en ingles (weight/ weight) o P/ P (peso/ peso).
- Porcentaje Peso en Volumen: Se abrevia como W / V (weight / volume) es una expresión que denota el numero de mililitros de una sustancia en 100 mL de solución y se utiliza indistintamente del solvente que se emplea.

- Porcentaje Volumen en Volumen: Abreviado como V / V (volumen / volumen) es una expresión que denota el número de mililitros de una sustancia en 100 mL de solución.
- ppm: Una de las unidades de medición más comunes en el análisis de agua, en soluciones muy diluidas como es el caso de las aguas naturales, es equivalente a mg/ L
- Punto de Equivalencia: Es el punto en una titulación donde la cantidad del titulante patrón añadido equivale química y cuantitativamente a la cantidad de analito que hay en la muestra.
- Punto final: Es el cambio que se puede observar durante una titulación y que indica que la cantidad de titulante agregado es química y cuantitativamente equivalente a la del analito presente en la muestra. El punto final no coincide necesariamente en el punto de equivalencia.
- Quelato: Son complejos cíclicos de un metal y un ligando o quelante. Este se forma cuando un ion metálico se coordina con dos o más grupos donadores presentes en un solo ligando para formar un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros.
- Reactivo: Es toda sustancia pura que se emplea tal y como es o que se encuentra siendo componente en una solución. Es todo compuesto químico que puesto en contacto con una o varias sustancias produce fenómenos característicos, capaces de permitir el reconocimiento o valoración de la sustancia en examen.

- Solución: Es una mezcla homogénea de sustancias que pueden ser separadas variando el estado físico que se encuentra alguna de ellas, teniendo propiedades que varían de acuerdo a la relación o proporción en que se encuentran sus componentes. Es una fase líquida o sólida que contiene diversas sustancias, una de las cuales llamada disolvente; se considera que realiza una función diferente a la de las otras, llamadas solutos.
- Solución Buffer: Es una solución que tiende a resistir a los cambios en los pH como consecuencia de una disolución al añadir pequeñas cantidades de ácidos o bases débiles.
- Solución Diluida: Es una solución que contiene una pequeña cantidad de sustancia (solute) disuelta en una cantidad grande de solvente generalmente se refiere a los ácidos, los cuales van diluidos al 10% P / V
- Solución Molar: Representada por M, es aquella que contiene el número de moles de soluto por litro de solución; o también es, aquella que contiene un peso fórmula – gramo o un peso molécula – grano de una sustancia disuelta en un litro de solución. Una solución tiene la misma normalidad y molaridad si sus pesos equivalentes y moleculares son divisibles entre uno.
- Solución Normal: Representada por N, es el número de equivalente gramos de soluto que hay en un litro de solución. Es importante observar que se hace referencia a peso de sustancia por litro de solución y no peso de sustancia por litro de disolvente.

- Solución Volumétrica: Se abrevia como VS (volumetric solution) es una solución de reactivos de concentración conocida, destinada para el uso en determinaciones cuantitativas.
- Titulante o Valorante: Es el reactivo o solución estándar que se agrega sobre un analito (sustancia desconocida) mediante el uso de un instrumento volumétrico con el propósito de hacer que ambos reaccionen.
- Titulación: Es la técnica volumétrica que se utiliza para determinar la concentración de un soluto en un solvente, mediante la adición de un volumen de solución de concentración perfectamente conocida, a la disolución, es la acción y efecto de valorar cuantificar una disolución.

ANEXO 1

LISTA DE MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS

MATERIAL

Agitador de vidrio

Adaptador para embudos Gooch

Beaker de 10, 20, 50, 100, 250, 400, 600 mL

Bureta de 50.0, 100.0 mL

Cápsula de porcelana

Cubeta de metal

Embudo corriente

Embudo Gooch M

Erlenmeyer de 250 mL

Espátula

Frasco lavador

Frasco volumétrico de 100.0, 250.0, 500.0, 1000.0 mL

Goteros

Indicador de pH en varillas

Kitasato de 125 mL

Malla de asbesto

Mangueras

Matraz de Kjeldahl

Mechero Bunsen

Micro espátula

Papel filtro

Perilla

Pinza para bureta

Pinza de sostén

Pinza de extensión

Pipeta volumétrica de 10.0, 15.0, 25.0 mL

Probeta de 10, 25, 100 mL

Soporte

Triangulo de porcelana

Trípode

Termómetro

Vidrio de reloj

EQUIPO

Agitador magnético

Balanza analítica

Balanza semi-analítica

Balanza granataria

Bomba para filtrar al vacío

Cámara extractora de gases

Desecador

Estufa marca Precisión Thelcon, rango de temperatura 0-150° C

Hot plate

pH- metro digital marca WTW pH 320

REACTIVOS

Acetato de Amonio AR

Acetato de Uranilo AR

Acetato de Zinc AR

Ácido Acético concentrado 96% AR

Ácido Ascórbico AR

Ácido Cítrico AR

Ácido Clorhídrico concentrado 37% AR

Ácido Nítrico concentrado 65% AR

Ácido Sulfúrico concentrado 98% AR

Agua destilada libre de CO₂

Carbón Activado AR

Carbonato de Amonio AR

Carbonato de Calcio AR

Cloruro de Amonio AR

Cloruro de Bario AR

Cloruro de Potasio AR

Cloruro de Sodio AR

Etanol 96% AR

Fenolftaleína AR

Hidróxido de Amonio 25% AR

Hidróxido de Sodio lentejas AR

Murexide AR

Indicador Naranja de Xilenol AR

Negro de Eriocromo T AR

Nitrato de Potasio AR

Nitrato de Torio AR

Sal disódica de EDTA AR

Sulfato de Cobre AR

Sulfato de Zinc AR

Tartrato de Sodio y Potasio AR

Trietanolamina AR

Solución de Acetato de Zinc Uranilo p/v

Solución Volumétrica de Acido Clorhídrico 0.1M

Solución Volumétrica de Ácido Clorhídrico 0.01M

Solución de Carbonato de Amonio al 10% TS

Solución Buffer de Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio

Solución de Cloruro de Bario al 1% p/v

Solución Estándar de Carbonato de Calcio 0.01M

Solución de Fenolftaleína al 1% en Etanol p/v

Solución de Hidróxido de Amonio 1:5 p/v

Solución de Hidróxido de Sodio al 10% p/v

Solución Volumétrica de Hidróxido de Sodio 1M Titrisol

Solución Indicadora de Naranja de Xilenol p/v

Solución Volumétrica de Nitrato de Torio 0.1M

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.1M

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.2M

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.01M

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.05M

Solución de Sulfato de Magnesio al 5% p/v

Solución Volumétrica de Sulfato de Zinc 0.1M

Solución de Tartrato de Sodio y Potasio al p/v

ANEXO 5

ANEXO 2

PREPARACION DE REACTIVOS

Solución de Acetato de Zinc Uranilo p/v ⁽¹⁰⁾

1. Solución A: Pesar 10 g de Acetato de Uranilo en balanza semi analítica o granataria en un Beaker de 100 mL.
2. Agregar al Beaker 2 mL de Ácido Acético concentrado (trabajar en cámara)
3. Agregar 60 mL de agua destilada y agitar.
4. Solución B: Pesar 30 g de Acetato de Zinc en balanza semi-analítica o granataria en un Beaker de 100 mL
5. Agregar 1 mL de Ácido Acético concentrado (trabajar en cámara)
6. Agregar 60 mL de agua destilada y agitar bien.
7. Calentar la Solución A y Solución B por separado en un Hot plate hasta disolver cada una de las soluciones.
8. Combinar Solución A y Solución B en un Beaker de 250 mL.
9. Agregar una traza de Cloruro de Sodio con la punta de una espátula.
10. Agitar.
11. Dejar en reposo por 24 horas.
12. Filtrar el precipitado.
13. Envasar en frasco ámbar bien cerrado.
14. Etiquetar.

Solución Volumétrica de Ácido Clorhídrico 1M ⁽⁷⁾

1. Medir con probeta de 100 mL, 82.5 mL de Ácido Clorhídrico concentrado al 37% p/p de pureza y $d = 1.18 \text{ g/mL}$.
2. Transferir el Ácido Clorhídrico concentrado a un frasco volumétrico de 1000.0 mL que contiene 400 mL de agua destilada la cual se encuentra en un baño de hielo, dentro de una cámara de extracción.
3. Agitar constantemente.
4. Llevar a volumen con agua destilada y homogenizar.
5. Envasar en frasco ámbar de vidrio.
6. Etiquetar.
7. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica 15.0 mL de Solución de Ácido Clorhídrico 1M y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL.
8. Agregar 3 gotas de Solución de Fenolftaleína al 1% en Etanol y agitar.
9. Llenar la bureta con Solución Volumétrica de Hidróxido de Sodio 1M (Titrisol), tener la precaución de lavar con pequeñas porciones de su solución valorante.
10. Titular hasta que aparezca un leve color rosa que indica el punto final de la valoración.
11. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad del Acido Clorhídrico se calcula de la siguiente forma:

$$C_1 = \frac{V_2 \times C_2}{V_1}$$

Donde:

C_1 = Molaridad del HCl

V_1 = alícuota tomada de HCl = 15.0 mL

C_2 = Molaridad del NaOH 1M

V_2 = mL gastados de NaOH 1M = 14.7 mL

$$C_1 = \frac{(14.7 \text{ mL}) \times (1\text{M})}{(15.0 \text{ mL})}$$

$$C_1 = 0.98 \text{ M}$$

Solución Volumétrica de Ácido Clorhídrico 0.01M ⁽⁷⁾

1. De los datos de porcentaje de pureza y densidad del Ácido Clorhídrico concentrado, contenidos en la viñeta del frasco calcular los mL de ácido que se debe medir para preparar 1 Litro de HCl 0.01M.
2. Medir cuidadosamente el volumen calculado en una pipeta Morh de 1.0 mL, medir 0.8 mL de Ácido Clorhídrico concentrado (37% p/p).
3. Transferir el HCL a un frasco volumétrico de 1000.0 mL , el cual se encuentra en baño de hielo, dentro de una cámara de extracción.
4. Llevar a volumen con agua destilada y homogenizar.
5. Envasar en frasco de vidrio, bien cerrado.
6. Etiquetar.

7. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica 15.0 mL de HCl 0.01M y colocar en un Erlenmeyer de 125 mL.
8. Agregar 3 gotas de Solución Indicadora de Fenolftaleína al 1% en Etanol y agitar.
9. Llenar la bureta con Solución Volumétrica de Hidróxido de Sodio 0.01M. (Titrisol) Tener la precaución de lavar con pequeñas porciones de la solución valorante.
10. Titular hasta que aparezca un color rosa que indica el punto final de la valoración.
11. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad del Acido Clorhídrico se calcula de la siguiente forma:

$$C_1 = \frac{V_2 \times C_2}{V_1}$$

Donde:

C_1 = Molaridad del HCl

V_1 = alícuota tomada de HCl = 15.0 mL

C_2 = Molaridad del NaOH 0.01M

V_2 = mL gastados de NaOH 0.01M = 14.6 mL

$$C_1 = \frac{(14.6 \text{ mL}) \times (0.01\text{M})}{(15.0 \text{ mL})}$$

$$C_1 = 0.0097 \text{ M}$$

Solución de Carbonato de Amonio al 10% p/v ⁽¹⁰⁾

1. Pesar en balanza semi analítica 10 g de Carbonato de Amonio en papel glasin.
2. Colocar en un Beaker de 250 mL.
3. Disolver a un volumen de 100 mL con agua destilada y homogenizar
4. Guardar en frasco plástico.
5. Envasar.

Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio ⁽⁷⁾

1. Pesar en balanza granataria 67.5 g de Cloruro de Amonio.
2. Disolver el Cloruro de Amonio en 570 mL de Amoniaco concentrado (trabajar en cámara extractora de gases)
3. Mezclar bien y transvasar a un frasco volumétrico de 1000.0 mL con ayuda de un embudo y un frasco lavador.
4. Llevar a volumen con agua destilada libre de CO₂ y homogenizar.
5. Envasar en frasco de plástico
6. Etiquetar.
7. En la valoración de la Solución de Sal disódica de EDTA utilizar la Solución Buffer Cloruro de Amonio – Hidróxido de Amonio con la cual se alcanza un pH optimo de 10.

Solución de Cloruro de Bario al 1% p/v ⁽¹⁰⁾

1. Pesar en balanza semi- analítica 1 g de Cloruro de Bario.
2. Colocar en un Beaker de 250 mL.
3. Disolver en 100 mL de agua destilada.
4. Homogenizar
5. Envasar en frasco ámbar de vidrio.
6. Etiquetar.

Solución Estándar de Carbonato de Calcio 0.01M ⁽⁷⁾

1. Pesar en balanza analítica 4.716 g de Carbonato de Calcio (CaCO_3) anhidro. Secar previamente a 110°C durante 4 horas.
2. Colocar en un Beaker de 600 mL y disolver con Ácido Clorhídrico diluido hasta disolución completa de la sal.
3. Agregar agua destilada libre de CO_2 y agitar.
4. Transferir a un frasco volumétrico de 1000.0 mL con ayuda de un embudo y un agitador.
5. Llevar a volumen con agua destilada libre de CO_2 y homogenizar.
6. Envasar en frasco plástico.
7. Etiquetar.
8. Utilizar para estandarizar la Solución de Sal disódica de EDTA.

Solución de Fenolftaleína al 1% en Etanol p/v ⁽⁷⁾

1. Pesar en un Beaker de 50 mL, 1 g de Fenolftaleína, empleando balanza semi-analítica.
2. Agregar 25 mL de Etanol y agitar hasta disolver completamente transferir a un frasco volumétrico de 100.0 mL.
3. Lavar el Beaker con Etanol y transferir al frasco volumétrico, aforar a 100.0 mL con Etanol y homogenizar la solución.
4. Envasar en frasco ámbar, bien cerrado.
5. Etiquetar.

Solución de Hidróxido de Amonio 1:5 p/v ⁽¹⁰⁾

1. Medir con probeta 1 mL de Hidróxido de Amonio y colocar en un Beaker de 20 mL (realizar este procedimiento en cámara de extracción).
2. Disolver en 5 mL de Agua destilada y homogenizar.
3. Envasar en frasco ámbar de vidrio.
4. Etiquetar.

Solución de Hidróxido de Sodio al 10% p/v ⁽¹⁰⁾

1. Pesar cuidadosamente 10 g de Hidróxido de Sodio en lentejas (realizar rápidamente ya que es higroscópico) en un Beaker.
2. Disolver las perlas en 90 mL de agua destilada libre de CO₂ y aforar
3. Homogenizar.

4. Envasar en frasco plástico.
5. Etiquetar.

Solución Indicadora de Naranja de Xilenol p/v ⁽³⁾

1. Pesar 1 g de Naranja de Xilenol en balanza semi- analítica.
2. Colocar en un Beaker de 250 mL.
3. Disolver en 100 mL de Etanol al 97%.
4. Homogenizar.
5. Envasar en frasco ámbar de vidrio, bien cerrado.
6. Etiquetar.

Solución Volumétrica de Nitrato de Torio 0.1M ⁽¹⁰⁾

1. Pesar en balanza analítica 48.006 g de Nitrato de torio sal anhidra ($\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
2. Colocar en un Beaker de 600 mL y disolver con 450 mL de agua destilada.
3. Transferir a un frasco volumétrico de 1000.0 mL con ayuda de un embudo y un frasco lavador.
4. Lavar el Beaker con agua destilada para arrastrar residuos.
5. Mezclar, llevar a volumen con agua destilada, y homogenizar.
6. Envasar en frasco de vidrio.
7. Etiquetar.
8. Estandarizar la solución como sigue:

9. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de solución de Nitrato de Torio 0.1M y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL .
10. Agregar Ácido Nítrico concentrado (HNO_3) hasta verificar un pH aproximadamente de 2 utilizando indicador de pH en varillas ó para más seguridad utilizar un pHmetro ya que es muy importante mantener el pH adecuado. (trabajar en cámara extractora de gases)
11. Agregar aproximadamente 2 mL de solución Indicadora de Naranja de Xilenol.
12. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
13. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M. En el punto final el color vira de rojo a amarillo permanente.
14. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad del Nitrato de Torio se calcula de la siguiente forma:

$$C_1 = \frac{V_2 \times C_2}{V_1}$$

Donde:

C_1 = Molaridad del Nitrato de Torio

V_1 = alícuota tomada de Nitrato de Torio = 10.0 mL

C_2 = Molaridad del EDTA 0.1M

V_2 = mL gastados de EDTA 0.1M = 9.1 mL

$$C_1 = \frac{(9.1 \text{ mL}) \times (0.1 \text{ M})}{(10.0 \text{ mL})}$$

$$C_1 = 0.091 \text{ M}$$

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.1M ⁽¹⁰⁾

1. Pesar exactamente en balanza analítica 37.224 g de Sal disódica de EDTA para preparar 1000.0 mL.
2. Colocar en un frasco volumétrico de 1000.0 mL, 500 mL de agua libre de CO₂, transferir la Sal disódica de EDTA al frasco volumétrico con ayuda de un embudo y de un frasco lavador.
3. Agitar, hasta que el EDTA se haya disuelto (el EDTA se disuelve lentamente).
4. Llevar a volumen con agua destilada libre de CO₂ y homogenizar.
5. Envasar en frasco de plástico.
6. Agregar una pequeña cantidad de Sal de Magnesio (MgCl₂) con la punta de una espátula y agitar.
7. Etiquetar.
8. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de Solución Estándar de Carbonato de Calcio y colocarlo en un Erlenmeyer de 250 mL. Diluir con agua destilada a un volumen de aproximadamente 25 mL

9. Agregar Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio hasta que la solución tenga un pH =10 utilizar papel de pH en tiras para observar el pH.
10. Agitar la solución
11. Agregar con la punta de una espátula una pequeña cantidad de indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1 g)
12. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M. Tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
13. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M, agitar cada vez que caigan las gotas del titulante dentro del Erlenmeyer hasta un cambio de color de rojo vino a un azul permanente por toda la solución.
14. No debe conservarse el color rojizo al llegar el final de la titulación. Dando un color azul.
15. Realizar tres valoraciones.

La molaridad de la Sal disódica de EDTA 0.1M se calcula de la siguiente forma:

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\frac{\text{g Ca}}{10}}{(\text{moles de Ca}) \times (\text{V, en mL de EDTA})}$$

Donde.

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA

g = gramos de Ca en alícuota de 10.0 mL = 0.0071396 g

V = Volumen en mL gastados de EDTA en la valoración = 1.57 mL

Peso mmol = PM de Ca / 1000 = 0.040

0.71396 g de Ca/L = 0.017849 M

$$\begin{array}{l} 100 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 40 \text{ g de Ca} \\ X \text{ ————— } 0.4 \text{ g de Ca} \\ X = 1 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} 1 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 1000.0 \text{ mL} \\ X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL} \\ X = 0.01 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} 0.71396 \text{ g de Ca} \text{ ————— } 1000.0 \text{ mL} \\ X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL} \\ X = 0.0071396 \text{ g de Ca} \end{array}$$

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{0.0071396 \text{ g}}{(1.57 \text{ mL}) \times (0.040)}$$

$$M_{\text{EDTA}} = 0.1136 \text{ M}$$

Solución Volumétrica de Sal Disódica de EDTA 0.2M ⁽¹⁰⁾

1. Pesar 7.5 g de Sal disódica de EDTA en balanza analítica, colocar en un frasco volumétrico de 100.0 mL con ayuda de un embudo y un frasco lavador y disolver con agua destilada libre de CO₂ .
2. Agitar hasta que el EDTA se haya disuelto, llevar a volumen y homogenizar.
3. Envasar en frasco de plástico.
4. Agregar una pequeña cantidad de Sal de Magnesio (MgCl₂) con la punta de una espátula y agitar.
5. Etiquetar.
6. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica de 10.0 mL de Solución Estándar de Carbonato de Calcio y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL. Diluir con agua destilada a un volumen de aproximadamente 25mL.
7. Agregar Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio hasta que la solución tenga un pH = 10 (utilizar papel pH en tiras).
8. Agitar la solución.
9. Agregar con la punta de una espátula una pequeña cantidad de Indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1 g).
10. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica EDTA 0.2M. Tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.

11. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.2M, agitar cada vez que caigan las gotas del titulante sobre el Erlenmeyer hasta que aparezca un color azul por toda la solución.

12. No debe conservarse el color rojizo al llegar el final de la titulación.

13. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad de la Sal disódica de EDTA 0.1M se calcula de la siguiente forma:

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\frac{\text{g Ca}}{10}}{(\text{moles de Ca}) \times (\text{V, en mL de EDTA})}$$

Donde.

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA

g = gramos de Ca en alícuota de 10.0 mL = 0.0071396 g

V = Volumen en mL gastados de EDTA en la valoración = 0.93 mL

Peso mmol = PM de Ca / 1000 = 0.040

0.71396 g de Ca/L = 0.017849 M

$$\begin{array}{rcl} 100 \text{ g de CaCO}_3 & \text{-----} & 40 \text{ g de Ca} \\ X & \text{-----} & 0.4 \text{ g de Ca} \\ X = 1 \text{ g de CaCO}_3 & & \end{array}$$

$$1 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 1000.0 \text{ mL}$$

$$X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL}$$

$$X = 0.01 \text{ g de CaCO}_3$$

$$0.71396 \text{ g de Ca ————— } 1000.0 \text{ mL}$$

$$X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL}$$

$$X = 0.0071396 \text{ g de Ca}$$

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{0.0071396 \text{ g}}{(0.93 \text{ mL}) \times (0.040)}$$

$$M_{\text{EDTA}} = 0.1919 \text{ M}$$

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.01M ⁽¹⁰⁾

1. Medir con pipeta volumétrica 10 mL de Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M y colocar en un frasco volumétrico de 100 mL .
2. Agregar agua destilada libre de CO₂ y agitar.
3. Llevar a volumen y homogenizar.
4. Envasar en frasco de plástico.
5. Agregar una pequeña cantidad de Sal de Magnesio (MgCl₂) con la punta de una espátula y agitar.
6. Etiquetar.

7. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de Solución estándar de Carbonato de Calcio y colocar en un Erlenmeyer de 250 mL
8. Diluir a 25 mL con agua destilada.
9. Agregar Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio para obtener un pH de 10 (comprobar con papel de pH en tiras).
10. Agitar la solución.
11. Agregar aproximadamente 0.1g con la punta de una espátula de Indicador Negro de Eriocromo T.
12. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.01M. Tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
13. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.01M. Agitar cada vez que caigan las gotas del titulante sobre el Erlenmeyer hasta que el color vire de rojo vino a azul profundo.
14. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad de la Sal disódica de EDTA 0.1M se calcula de la siguiente forma:

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\frac{\text{g Ca}}{10}}{(\text{moles de Ca}) \times (V, \text{ en mL de EDTA})}$$

Donde.

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA

g = gramos de Ca en alícuota de 10.0 mL = 0.0071396 g

V = Volumen en mL gastados de EDTA en la valoración = 10.9 mL

Peso mmol = PM de Ca / 1000 = 0.040

0.71396 g de Ca/L = 0.017849 M

$$\begin{array}{l} 100 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 40 \text{ g de Ca} \\ X \text{ ————— } 0.4 \text{ g de Ca} \\ X = 1 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} 1 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 1000.0 \text{ mL} \\ X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL} \\ X = 0.01 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} 0.71396 \text{ g de Ca ————— } 1000.0 \text{ mL} \\ X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL} \\ X = 0.0071396 \text{ g de Ca} \end{array}$$

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{0.0071396 \text{ g}}{(10.9 \text{ mL}) \times (0.040)}$$

$$M_{\text{EDTA}} = 0.01627 \text{ M}$$

Solución Volumétrica de Sal disódica de EDTA 0.05M ⁽¹⁰⁾

1. Colocar 125.0 mL de Solución de Sal disódica de EDTA 0.1M en un frasco volumétrico de 250.0 mL y disolver con agua destilada libre de CO₂.
2. Llevar a volumen y homogenizar.
3. Envasar en frasco de plástico.
4. Agregar una pequeña cantidad de Sal de Magnesio (MgCl₂) con la punta de una espátula y agitar
5. Etiquetar.
6. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica 10.0 mL de Solución Estándar de Carbonato de Calcio y colocarlo en un Erlenmeyer de 250 mL. Diluir con agua destilada a un volumen aproximadamente de 25 mL.
7. Agregar Solución Buffer Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio hasta que la solución tenga un pH = 10 (utilizar papel de pH en tiras).
8. Agitar la solución.
9. Agregar con la punta de una espátula una pequeña cantidad de Indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1g).
10. Titular la solución problema con solución de Sal disódica de EDTA 0.05M, agitar cada vez que caigan las gotas del titulante sobre el Erlenmeyer hasta que aparezca un color azul por toda la solución
11. No debe conservarse el color rojizo al llegar el final de la titulación.
12. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad de la Sal disódica de EDTA 0.1M se calcula de la siguiente forma:

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{\frac{\text{g Ca}}{10}}{(\text{moles de Ca}) \times (\text{V, en mL de EDTA})}$$

Donde.

M_{EDTA} = Molaridad del EDTA

g = gramos de Ca en alícuota de 10.0 mL = 0.0071396 g

V = Volumen en mL gastados de EDTA en la valoración = 3.73 mL

Peso mmol = PM de Ca / 1000 = 0.040

0.71396 g de Ca/L = 0.017849 M

$$\begin{array}{l} 100 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 40 \text{ g de Ca} \\ X \text{ ————— } 0.4 \text{ g de Ca} \\ X = 1 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} 1 \text{ g de CaCO}_3 \text{ ————— } 1000.0 \text{ mL} \\ X \text{ ————— } 10.0 \text{ mL} \\ X = 0.01 \text{ g de CaCO}_3 \end{array}$$

$$0.71396 \text{ g de Ca} \quad \text{_____} \quad 1000.0 \text{ mL}$$

$$X \quad \text{_____} \quad 10.0 \text{ mL}$$

$$X = 0.0071396 \text{ g de Ca}$$

$$M_{\text{EDTA}} = \frac{0.0071396 \text{ g}}{(3.73 \text{ mL}) \times (0.040)}$$

$$M_{\text{EDTA}} = 0.0478 \text{ M}$$

Solución de Sulfato de Magnesio al 5% p/v ₍₁₀₎

1. Pesar en balanza semi- analítica o balanza granataria 5g de Sulfato de Magnesio en papel glasin.
2. Colocar en un Beaker de 250 mL y disolver y aforar hasta un volumen de 100 mL con agua destilada.
3. Envasar en frasco de vidrio ámbar, bien cerrado.
4. Etiquetar.

Solución Volumétrica de Sulfato de Zinc 0.1M ₍₁₀₎

1. Pesar exactamente en balanza analítica 28.754 g de Sulfato de Zinc.
2. Colocar en un Beaker de 400 mL y disolver con 250 mL de agua destilada.
3. Transferir a un frasco volumétrico de 1000.0 mL con ayuda de un embudo y un agitador.
4. Lavar el Beaker con agua destilada para arrastrar los residuos.

5. Agitar suavemente, llevar a volumen y homogenizar.
6. Envasar en frasco plástico
7. Etiquetar.
8. Estandarización. Medir con pipeta volumétrica 25.0 mL de la solución recientemente preparada y colocar en un Beaker de 400 mL.
9. Agregar 100 mL de agua.
10. Adicionar 10 mL de Solución Buffer de Cloruro de Amonio- Hidróxido de Amonio.
11. Con la punta de una espátula tomar una pequeña cantidad de Indicador Negro de Eriocromo T (aproximadamente 0.1g) y agregar al Beaker. Agitar.
12. Llenar la bureta con Solución de Sal disódica de EDTA 0.05M. Tener la precaución de lavar previamente con pequeñas porciones de su solución valorante.
13. Titular con Solución de Sal disódica de EDTA 0.05M hasta que aparezca un color azul por toda la solución que indica el punto final de la valoración.
14. Realizar 3 valoraciones.

La molaridad del Sulfato de Zinc se calcula de la siguiente forma:

$$C_1 = \frac{V_2 \times C_2}{V_1}$$

Donde:

C_1 = Molaridad del Sulfato de Zinc

V_1 = alícuota tomada de Sulfato de Zinc = 25.0 mL

C_2 = Molaridad del EDTA 0.05M

V_2 = mL gastados de EDTA 0.05M = 49.3 mL

$$C_1 = \frac{(49.35 \text{ mL}) \times (0.05 \text{ M})}{(25.0 \text{ mL})}$$

$$C_1 = 0.0986 \text{ M}$$

Solución de Tartrato de Sodio y Potasio al 5% p/v ⁽¹⁰⁾

1. Pesar en balanza semi- analítica 5 g de Tartrato de Sodio y Potasio.
2. Colocar en un Beaker de 250 mL y disolver en 95 mL de agua destilada.
3. Homogenizar.
4. Envasar en frasco ámbar de vidrio.
5. Etiquetar.

ANEXO 3

FOTOGRAFÍAS DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS

ANEXO 3



Figura No 1. Muestras sólidas de Fertilizantes HAKAPHOS NARANJA y MULTI POLY – FEED



Figura No. 2. Digestión de la muestra de fertilizante.



Figura No. 3. Calentamiento de la muestra. Hay un aumento en el Desprendimiento de gases.



Figura No. 4. Calentamiento de la muestra hasta ebullición.



Figura No. 5. Muestra homogenizada.



Figura No. 6. Muestra de fertilizante líquida BAYFOLAN FORTE



Figura No. 7. Muestra de fertilizante liquido con carbón activado en proceso de decoloración.



Figura No. 8. Muestra de fertilizante liquido en proceso de filtrado.



Figura No. 9. Muestra de fertilizante liquido y muestra decolorada.

ANEXO 4

FOTOGRAFIAS DEL PROCESO DE ANALISIS

ANEXO 4



Figura No. 10. Determinación de Azufre. Titulación por retroceso con Sln. de Sulfato de Zinc, la solución vira de azul a un rojo vino.



Figura No. 11. Determinación de Calcio. Titulación con Sln de EDTA 0.1M e indicador Murexide la solución adquiere un color púrpura



Figura No. 12. Determinación de Calcio. Titulación con SIn de EDTA 0.1M e indicador Murexide la sIn. vira de un color púrpura rosa.

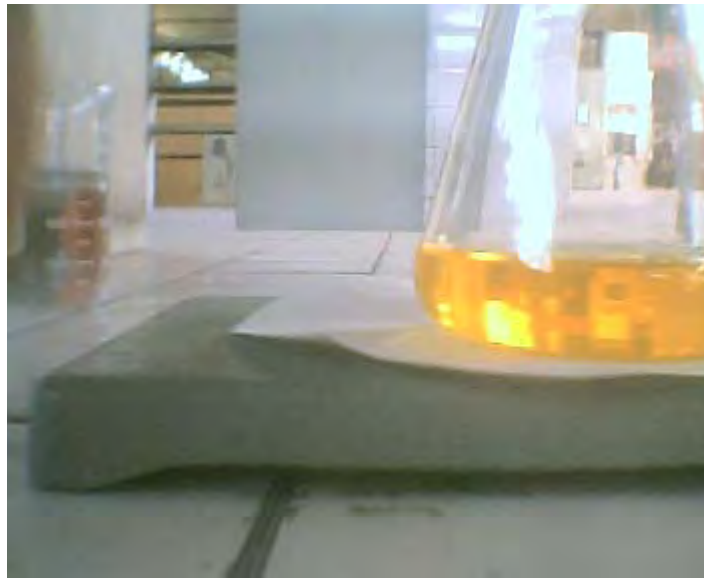


Figura No. 13. Determinación de Cobre. Titulación con SIn de EDTA 0.01M e indicador Murexide la solución adquiere un color naranja amarillo.



Figura No. 14. Determinación de Cobre. Titulación con Sln de EDTA 0.01M e indicador Murexide la Sln. Vira de un color rojo naranja a un color violeta profundo.



Figura No. 15. Determinación de Fósforo. Titulación con Sln de Sulfato de Zinc 0.1M e indicador NET la Sln. adquiere un color azul.



Figura No. 16. Determinación de Fósforo. Titulación con SIn de Sulfato de Zinc 0.1M e indicador NET la solución vira de un color azul rojo vino.



Figura No. 17. Determinación de Hierro. Titulación con SIn de Nitrato de Torio 0.1M e indicador Naranja de Xilenol la solución adquiere un color amarillo.

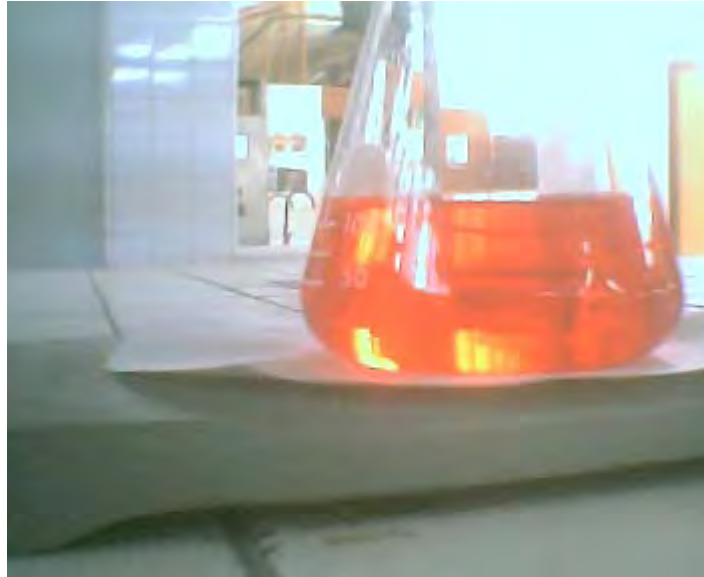


Figura No. 18. Determinación de Hierro. Titulación con SIn de Nitrato de Torio 0.1M e indicador Naranja de Xilenol la solución vira de un color amarillo a rojo cereza.

ANEXO 6
TABLA PERIODICA

TABLA No. 1: COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS FERTILIZANTES

MULTI POLY – FEED		HAKAPHOS NARANJA		BAYFOLAN – FORTE	
Nitrógeno	19%	Nitrógeno (N)	13%	Nitrógeno	9.1% p/p
Fósforo	19%	Fósforo (P ₂ O ₅)	5%	Fósforo	6.6% p/p
Potasio	19%	Potasio (K ₂ O)	30%	Potasio	5.0% p/p
Hierro	1000 ppm	Magnesio (MgO)	1.30%	Azufre	1250 ppm
Manganeso	500 ppm	Anhídrido Sulfúrico (SO ₃)	9.0%	Boro	332 ppm
Boro	200 ppm	Manganeso (Mn)	0.050%	Cobalto	17 ppm
Zinc	150 ppm	Zinc (Zn)	0.020%	Zinc	664 ppm
Cobre	110 ppm	Boro (B)	0.010%	Cobre	332 ppm
Molibdeno	70 ppm	Hierro (Fe)	0.050%	Molibdeno	41 ppm
		Cobre (Cu)	0.020%	Calcio	207 ppm
		Molibdeno (Mo)	0.001%	Manganeso	332 ppm
				Hierro	415 ppm
				Magnesio	207 ppm

TABLA No. 2

REACTIVOS QUE SE EMPLEAN PARA LA DIGESTION ⁽¹⁰⁾

Solución Concentrada	Propiedades	Aplicaciones
Acidos		
Clorhídrico (38% peso/ peso)	Levemente Oxidante	Metales mas fácilmente oxidables hidrogeno
Nítrico (70% peso/ peso)	Fuertemente Oxidante.	Metales que no reaccionan con HCl, oxida la materia orgánica.
Sulfúrico (98% peso/ peso)	Alto punto de ebullición (~340° C).	Metales; destruye la mayor parte de los productos orgánicos.
Perclórico (70% peso/ peso)	Fuertemente Oxidante.	Metales; no debe emplearse con materia orgánica ni con agentes inorgánicos reductores
Fluorhídrico 49% peso/ peso)	Forma fluoruros estables.	Sílice y silicatos, también se emplea junto con otros ácidos.
Base		
Hidróxido de Sodio	Base fuerte; es oxidante cuando esta concentrada.	Aluminio y óxidos anfóteros de Sn, Pb, Zn, Cr.