Práctica 3

DETERMINACIÓN VOLUMÉTRICA DE P_2O_5 EN UNA MUESTRA DE ROCA FOSFÓRICA (FERTILIZANTE)

Tipo de práctica	Duración	Indicaciones de peligro
Grupal	4 horas	

OBJETIVOS

- Determinar el contenido de fósforo (P_2O_5) en una muestra de roca fosfórica por volumetría, con el fin de poner en práctica los conceptos teóricos adquiridos en el área.

- Definir qué es una roca fosfórica, cuál es su origen, cuál es su composición y cómo se clasifican, con la ayuda de una revisión bibliográfica y obtener un ligero conocimiento sobre su importancia en el sector agroindustrial y la selección del tipo de fertilizante apropiado para cada aplicación en particular.

- Calcular los diferentes parámetros de calidad, con la ayuda de un tratamiento estadístico de errores, para evaluar la exactitud y precisión de los resultados obtenidos.

1. FUNDAMENTO

La roca fosfórica comercializada en Colombia contiene alrededor del 30% de P_2O_5 y es la fuente de fósforo más utilizada para la fabricación de fertilizantes agrícolas. Los fertilizantes son una mezcla de compuestos de nitrógeno, fósforo y potasio (NPK), elementos considerados como los macronutrientes básicos de las plantas.

Las rocas fosfatadas, también llamadas fosfatos, están formadas por **fluorofosfato de calcio - $Ca_{10}F_2(PO_4)_6$** Se presentan en forma de rocas duras y masas granulares débilmente consolidadas.

Las rocas fosfatadas se dividen en dos grupos importantes:
1). Las que albergan menas con apatito (rocas ígneas y metamórficas) – $[Ca_5(F,Cl,OH)\cdot(PO_4)_3]$ que representa una mezcla entre el fluorapatito $[Ca_5(F)\cdot(PO_4)_3]$, clorapatito $[Ca_5(Cl)\cdot(PO_4)_3]$ e hidroxiapatito $[Ca_5(OH)(PO_4)_3]$, y otros materiales llamados accesorios o ganga. La composición química de los primeros dos minerales es la siguiente: 55,5% CaO, 42,3% P_2O_5, 3,9% F. El apatito con flúor es el más difundido en la naturaleza y se encuentra en las rocas ácidas, mientras que el apatito con cloro aparece en las rocas básicas. Contiene en su estructura cristalina pequeñas cantidades de Mg, Fe, Mn y en ocasiones elementos del grupo del Cerio.

2). Las que acumulan las menas sedimentarias llamadas fosforitas, principalmente como francolita y colofanita: la fosforita, por otra parte, se define como una formación sedimentaria compuesta por diferentes minerales (cuarzo, glauconita, calcita, materiales arcillosos) y fosfatos, representados fundamentalmente por fluorapatito o minerales cercanos a él. El contenido de P_2O_5 varía entre 3-36%.

El método se basa en disolver y transformar, por tratamiento ácido, los compuestos fosforados a ortofosfatos, los cuales se hacen reaccionar con molibdato de amonio para formar el complejo de fosfomolibdato

Consultar antes de la práctica:

1. ¿Para qué se agrega HNO_3 a la muestra de roca fosfórica?

2. ¿Para qué se emplea HCl concentrado?

3. ¿Cuál es el reactivo utilizado en la precipitación del ión fosfato?

4. ¿Una vez obtenido el precipitado de fosfo-molibdato de amonio, cuál es el reactivo utilizado para la disolución?

5. ¿Cuál es el peso equivalente del fósforo?

6. ¿Cuál es el peso equivalente del P_2O_5?

7. Escriba las reacciones que ocurren.

8. Deducir la fórmula para calcular el % de P_2O_5

9. ¿Qué es una valoración por retroceso?

10. ¿Qué ensayo cualitativo se usa para reconocer la roca fosfórica en el campo?

11. ¿Cuál es el componente más importante de la roca fosfórica?

12. ¿Qué industria colombiana de importancia económica usa la roca fosfórica como materia prima?

2. MATERIALES Y REACTIVOS

- Solución de molibdato de amonio al 7% [$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$)].
- Ácido nítrico concentrado (HNO_3).
- Ácido clorhídrico concentrado (HCl).
- Hidróxido de sodio en lentejas.
- Fenolftaleína.
- Mortero con mango
- Un matraz aforado de 50 mL

- Un gramo de muestra de fosfato (suministrada por el profesor)
- Un frasco lavador
- Balanza analítica con 4 decimales
- Un matraz Erlenmeyer 250 mL
- Un vaso de precipitados de 50 mL
- Una bureta de 25 mL
- Una probeta de 25 mL
- Un aro de hierro con nuez
- Una pipeta graduada de 10 mL
- Una pipeta volumétrica de 50 mL
- Una pinza doble para bureta
- Papel indicador universal (pH 1 – 14)
- Un agitador de vidrio
- Dos planchas de calentamiento (para todo el curso)
- Papeles de filtro franja negra y azul
- Un matraz aforado de 250 mL
- Un embudo estriado
- Un soporte universal
- Un vaso de precipitados de 250 mL
- Una pera de succión o pipeteador

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Preparación de la muestra.

- Triturar y pulverizar la muestra en un mortero.

- Pesar una muestra entre 0,4 – 0,5 g, tratarla en un vaso de precipitados de 50 mL con 15 mL de ácido nítrico concentrado (medidos con probeta) y 2 mL de ácido clorhídrico concentrado (medidos con pipeta graduada), hervir cuidadosamente hasta casi sequedad; enfriar, agregar 1 mL de ácido nítrico concentrado y 20 mL de agua destilada, filtrar por gravedad con papel de filtro franja negra y lavar con agua destilada recogiendo el filtrado y las aguas de lavado en un matraz aforado de 250 mL, completar el volumen y mezclar bien.

3.2. Preparación y estandarización de una solución 0,25 N de NaOH por pesada directa del patrón primario biftalato de potasio.

- Calcular los gramos necesarios de hidróxido de sodio para preparar 100 mL de solución de NaOH 0,25 N. Pesar la cantidad calculada, transferirlos a un vaso de precipitados de 50 mL, disolver con un poco de agua destilada y luego transferir el contenido a un matraz aforado de 100 mL. Recuerde llenar parcialmente el matraz con agua destilada antes de agregar los gramos de NaOH. Enrasar con agua

destilada hasta el aforo (no se debe completar a volumen hasta que la solución esté fría). Trasvasar a un frasco plástico limpio y rotular.

- Titulación o estandarización de la solución de NaOH anteriormente preparada por pesada directa del patrón primario biftalato de potasio:

a) Pesar con una muestra aproximada de 0,2 g y pasarlos cuantitativamente a un vaso de precipitados de 50 mL, disolver con un poco de agua destilada y luego transferir el contenido a un matraz Erlenmeyer, disolverlos en 30 mL de agua destilada y agregar 2 gotas de solución indicadora fenolftaleína (solución al 0,1% p/v en etanol).

b) Desde una bureta agregar gota a gota la solución de NaOH 0,25 N preparada, agitando durante la adición, hasta la aparición de un color rosa permanente. Anotar el volumen gastado. Calcular la normalidad de la solución de NaOH que se preparó. Informar el resultado con su desviación estándar y expresar la concentración con el número correcto de cifras significativas.

3.3. Preparación y estandarización de una solución 0,25 N de HCl a partir de una solución de ácido clorhídrico de grado analítico (37 % de pureza en peso y ρ=1,19 g/mL).

- Calcular el volumen necesario de la solución analítica de HCl para preparar 100 mL de solución de HCl 0,25 N. Tomar con una pipeta graduada el volumen calculado de HCl y transferir ese volumen a un matraz aforado de 100 mL. Recuerde llenar parcialmente el matraz con agua destilada antes de agregar el HCl concentrado. Enrasar con agua destilada hasta el aforo (no se debe completar a volumen hasta que la solución esté fría). Trasvasar a un frasco de vidrio limpio y rotular.

- Titulación o estandarización de la solución de HCl anteriormente preparada:

  Valoración con solución de NaOH 0,25 N: medir con una pipeta aforada, 25 mL de la solución de HCl 0,25 N y pasarlos a un Erlenmeyer, agregar aprox. unos 50 mL de agua destilada y 2 gotas de solución indicadora fenolftaleína (solución al 0,1% p/v en etanol). Desde una bureta agregar gota a gota la solución de NaOH 0,25 N, agitando durante la adición, hasta la aparición de un color rosa permanente. Anotar el volumen gastado. Calcular la normalidad de la solución de HCl que se preparó. Informar el resultado con su desviación estándar y expresar la concentración con el número correcto de cifras significativas.

3.4. Determinación

- Tomar una alícuota de 50 mL (usando una pipeta de 50 mL) de la solución anterior en un matraz Erlenmeyer y agregar 10 mL de ácido nítrico concentrado.

- Calentar a 45 °C y agregar lentamente ,desde una bureta, 30 mL de solución de molibdato de amonio al mismo tiempo que se agita. Dejar reposar por 15 min en baño de maría, filtrar por gravedad en papel de filtro franja azul, lavar el precipitado y el papel con agua destilada hasta que el agua de lavado tenga un pH de 5 (recoger el filtrado en un vaso de precipitados de 250 mL) y luego despreciarlo.

- Transferir el papel de filtro franja azul junto con el precipitado al matraz Erlenmeyer donde se hizo la precipitación; agregar 100 mL de agua, 3 gotas de fenolftaleína 0,1% p/v y NaOH 0,25 N hasta que todo el precipitado se haya disuelto y luego un pequeño exceso. Valorar por retroceso con HCl 0,25 N hasta que la solución sea incolora o con un tinte azul.

4. HOJA DE RESULTADOS.

Tabla 1. Estandarización de la solución 0,25 N de NaOH por pesada directa del estándar primario biftalato de potasio.

Valoración N°	Masa de biftalato de potasio [g]	Volumen de NaOH empleado en la valoración [mL]	Concentración de NaOH [N]
1			
2			
Concentración del NaOH [N promedio (CV)]			

Tabla 2. Estandarización de la solución 0,25 N de HCl mediante la solución de NaOH estandarizada.

Valoración N°	Volumen de NaOH empleado en la valoración [mL]	Concentración del HCl [N]
1		
2		
Concentración del HCl [N promedio (CV)]		

Tabla 3. Datos correspondientes a la determinación de P_2O_5 en una muestra de roca fosfórica

Muestra referencia:	
Volumen de HCl empleado en la valoración [mL]	Concentración P_2O_5 [%m/m]

5. BIBLIOGRAFIA

Vargas Fiallo, Luz Yolanda y Camargo, Jaime H.. Manual de Prácticas de Laboratorio de Análisis Química I. Universidad Industrial de Santander. Página 118-124.

6. RESPONSABLES DE LA LOGÍSTICA (GRUPO #3)

CABINAS: Omar Fabian Bayona Malaver
REACTIVOS: John Jairo Arias Velásquez
MATERIAL: Laura Isabel Suárez Torres
BALANZAS: John Jairo Arias Velásquez
EQUIPOS: Omar Fabian Bayona Malaver
MESONES: Iván Daniel Escarraga
PISO:GRUPO 3
POCETAS: Iván Daniel Escarraga