

0
B1
Dm

T
TP940
GG
c.1

7

TP940

G6

C.1



1080077142

Small, faint blue text, possibly a library or archival stamp, oriented vertically.

Q.
G75m
1981

8982

Mayo 12 a las 6:00 p.m.

METODOS COMPARATIVOS PARA LA DETERMI-

NACION DEL TRIPOLIFOSFATO DE SODIO.

Q 1981
C 75m

TRABAJO DE INVESTIGACION

que para obtener el titulo de

QUIMICO

P r e s e n t a

Ana Sabrina González Suárez.

T
TP990
96



A P E N D I C E

INTRODUCCION.

CAPITULO I	Generalidades.	Pag. 3
CAPITULO II	Usos, ventajas y desventajas.	Pag. 9
CAPITULO III	Clasificación de Métodos evaluativos.	Pag. 12
CAPITULO IV	Resultados y Conclusiones.	Pag. 27
BIBLIOGRAFIA.		

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

En la actualidad uno de los compuestos que cada vez es más usado en la preparación de detergentes basados en surfactantes (grupo de jabones y sustancias sintéticas de superficie activa considerados como agentes limpiadores primarios), es el tripolifosfato de sodio.

El tripolifosfato de sodio (trifosfato sódico $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) es el coadyuvante (componente que agrega alguna cualidad deseable en el lavado que no sea ninguna correspondiente a la detergencia misma) o "vigorizante" (componente que complementa la acción detergente de la materia activa) más usado de los polifosfatos en la preparación de detergentes destinados al servicio pesado en la limpieza de telas. Actúa como secuestrador de los iones calcio y magnesio que originan la dureza del agua ayudando a mantener un pH adecuado y sobretodo, aumentan el poder de suspensión y antirredeposición de la suciedad de los agentes de superficie mejorando la acción detergente de todos los surfactivos en los que se emplean .

Para evaluar el porcentaje de tripolifosfato de sodio se puede hacer por medio de 3 métodos : GRAVIMETRICAMENTE , VOLUMETRICAMENTE y COLORIMETRICAMENTE .

No hay ningún método para determinar el tripolifosfato de sodio en forma directa , por lo cual se determina como porcentaje de pirofosfato , se obtiene el porcentaje de tripolifosfato de sodio multiplicando el resultado por un factor .

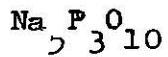
Para escoger el método más adecuado hay que tomar en cuenta la cantidad de muestra , la rapidez con que se necesiten los resultados , la exactitud , etc ...

El objetivo de la tesis es encontrar tres métodos evaluati -
vos para la determinación del tripolifosfato de sodio , comparar-
los y de esa manera poder determinar el más adecuado .

Capitulo II

GENERALIDADES

1o.- FORMULA QUIMICA



2o.- PESO MOLECULAR

367.9

3o.- COMPOSICION QUIMICA

P_2O_5 TOTAL

57.0% MIN

ORTOFOSFATOS (Na_2HPO_4)

2.0 % MAX

INSOLUBLES

0.05 % MAX

HUMEDAD

2.0 % MAX

4o.- PROPIEDADES FISICAS

COLOR (REFLECTANCIA)

TRISTIMULUS GREEN

88 % MIN

TRISTIMULUS BLUE

85 % MIN

AUMENTO DE TEMP. DE HIDRATACION

10 % MIN

16 % MAX

pH (SOLUCION 1 %)

9.5 MIN

10.1 % MAX

DENSIDAD

1.15 MAX

ANALISIS DE MALLAS

MALLA 20

0.0 % MAX

70

0.5 % MAX

100

2.0 % MAX

200

12.5 % MAX

+200

85.0 % MAX

50.- APARIENCIA GENERAL Y FORMA

SOLIDO BLANCO POLVOSO , LIBRE DE BASURA , ESCAMAS Y DE CONTAMINACION ORGANICA .

HIDROLISIS ; FORMACION DE IONES COMPLEJOS ; PROPIEDADES COLOIDALES .

HIDROLISIS .-

Todos los fosfatos condensados se hidrolizan en solución acuosa y dan finalmente la forma monomera (ión ortofosfato). Esta hidrólisis se produce por la ruptura de enlaces $P-O-P$. La rapidez de la hidrólisis depende de varios factores , los más importantes de los cuales son : la temperatura y el pH .

FORMACION DE IONES COMPLEJOS .

El ión ortofosfato forma complejos con iones de los metales de transición , como el hierro y el ácido ortofosfórico . Sin embargo los complejos importantes para las aplicaciones industriales no son los del monofosfato , sino los homólogos de cadena , los polifosfatos .

Los polifosfatos no son específicos , pues forman complejos con todos los cationes metálicos , de los cuales depende el grado de disociación de los complejos de polifosfato .

" El término Secuestración " . Se usa comunmente para describir el fenómeno en el cual complejos solubles impiden la formación de precipitados .

AGENTES SECUESTRANTES (QUELANTES) .

La presencia de compuestos de calcio , magnesio y fierro en la mayoría de los abastecimientos de aguas causa la precipitación y enturbiamiento de jabones . El precipitado de los jabones metálicos en lavandería porque cuando la tela es planchada el resultado es que se decolora . Esta precipitación y la consecuente turbidez es evidente principalmente en los jabones líquidos .

En ausencia de agua que ha sido suavizada por medio de zeolita , desionización o destilación , agentes orgánicos secuestrantes o quelantes son usados dondequiera que la contaminación de los iones metálicos tenga un efecto perjudicial en el proceso de manufactura o la formulación de productos.

PROPIEDADES COLOIDALES .

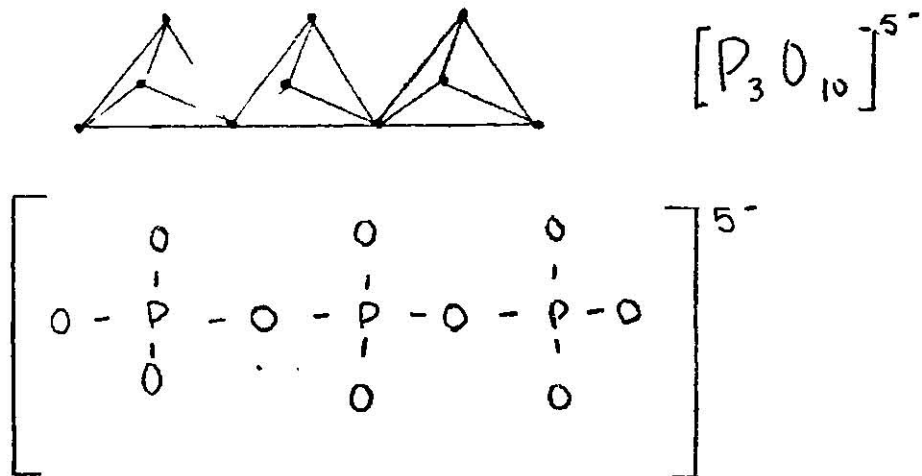
Aunque los fosfatos no muestran propiedades coloidales en soluciones coloidales puras , sino hasta que han excedido longitudes de cadena de varios cientos de átomos de fosforo son intensamente absorbidos por superficies y por consiguiente , pueden provocar indirectamente efectos coloidales . La acción coloidal más importante de los fosfatos es la desfloculación .

Los polifosfatos muestran otro efecto que es idéntico a la desfloculación ; esto es : una capacidad para suspender materiales inorgánicos coloidalmente en medio acuoso . Se cree

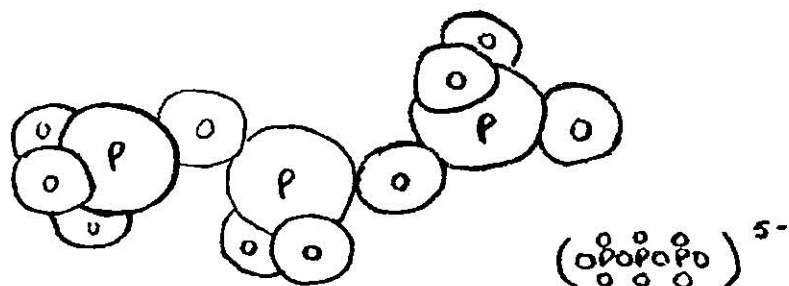
Que este efecto se debe también a la formación de complejos en la superficie de la partícula . Por consiguiente los polifosfatos pueden considerarse agentes tensioactivos , hidrofílicos a diferencia de los agentes remojantes orgánicos que podrían llamarse agentes tensioactivos hidrofóbicos .

ESTRUCTURA QUIMICA Y CARACTERISTICAS .

La estructura del anión $P_3O_{10}^{5-}$, es la de tres tetraedros PO_4 como indica la figura 1



Tanto el pirofosfato como el tripolifosfato muestran estructuras de cadena .



Tripolifosfato de sodio cristalino , $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$

Se conoce en forma anhidra y como hexahidrato . En la fig. 4 da la solubilidad del hexahidrato . Una vez que ha sido hidratada la sal anhidra , el agua no puede eliminarse sin romper la estructura de la molécula . Incluso cuando se realiza la hidratación en las condiciones más suaves resulta siempre una mezcla de pirofosfato y ortofosfato .

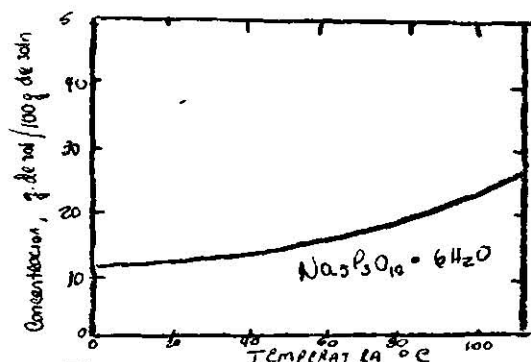


Fig. 4 Solubilidad aproximada del tripolifosfato de sodio .

La composición $5 \text{Na}_2\text{O} \cdot 3 \text{P}_2\text{O}_5$, que corresponde al tripolifosfato pentasódico , muestra también una forma cristalina a alta temperatura y otra a baja temperatura ; pero la transición entre las dos formas es tan caprichosa que es difícil obtener cualquiera de ellas en forma pura a la temperatura ambiente . Otra curiosa anomalía se ha descrito también sobre esta transición : La forma I , que es la variedad de alta temperatura puede prepararse siempre a partir de la forma II , independientemente de como se produzca esta última . Sin embargo la forma II no puede prepararse por tratamiento térmico de la forma I a menos que esta se haya obtenido por desvitrificación del vidrio por encima de la temperatura de transición . La razón exacta

ta de la forma I a la forma II en el tripolifosfato de sodio tiene importancia industrial pues el material de la forma I provoca la comontación del trifosfato cuando se añade agua para disolverlo . Esto puede provocar la obstrucción de tuberías y válvulas en las instalaciones en que se manejan lechadas de tripolifosfato de sodio .

Cuando se satura agua con tripolifosfato sódico anhidro (es- peciamente la forma II) , se encuentra la anomalía de una solubilidad extraordinaria . Inmediatamente después de añadir agua a el material , aumenta la cantidad de $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ disuelto y tiende a nivelarse en una concentración relativamente elevada . Luego disminuye la cantidad en solución y por última se hace constante en los valores indicados en la figura 4 . Esta anomalía de que la solubilidad aumente con el tiempo y pase por un máximo puede explicarse por altas solubilidades de las formas anhidras de la sal comparadas con las del hidrato .

Ambos en forma anhidra ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) , e hidratada ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10} \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) , son importantes aditivos para los detergentes sintéticos y agentes espumantes .

Capitulo II

USOS , VENTAJAS Y DESVENTAJAS .

El miembro más nuevo de la familia de los fosfatos de sodio importantes es el tripolifosfato de sodio, que se vende hoy más que ninguno de los demás fosfatos. Este gran volúmen de venta se debe principalmente al hecho de que el tripolifosfato de sodio muestra casi todas las propiedades útiles de los otros fosfatos y ninguna de las indeseables. El tripolifosfato de sodio es cristalino y por consiguiente no forma una masa pegagosa y adherente en atmosfera húmeda; da en todas las pruebas una acción secuestradora tan elevada como los vidrios de fosfatos y es tan buen desfloculante como el pirofosfato. Como la mayoría de las aplicaciones en gran volúmen de los pirofosfatos exigen un medio debilmente alcalino, el pH 9.8 y la buena capacidad amortiguadora del tripolifosfato son convenientes.

El uso más importante del tripolifosfato de sodio es como reforzador de detergentes sintéticos. El hecho de que el tripolifosfato de sodio forma un hidrato estable, es útil para algunos fabricantes de detergentes. La mayoría de los detergentes reforzados que se venden hoy contienen aproximadamente el 50% en peso de tripolifosfato de sodio o pirofosfato de sodio o de las dos sales juntas. La combinación de un agente tensioactivo y un agente inorgánico dispersador es sinérgica; esto es: que la combinación funciona mejor que cualquiera de los componentes por separado.

Los detergentes que contienen fosfatos atacan débilmente las piezas de las máquinas lavadoras, a menos que se use un inhibidor.

Por lo general, una parte en peso de silicato sódico (sobre base seca) por cada cinco partes de fosfato impide la corrosión. La razón exacta del silicato al fosfato depende mucho del silicato y en algún grado del fosfato. Un efecto semejante que ha producido algunas dificultades en las máquinas de lavar platos en gran escala, es dejar manchados los objetos de plata. Este efecto se ha atribuido a la capacidad que tienen los polifosfatos de formar complejos por lo cual los óxidos de las piezas metálicas no ferreas de la máquina, se disuelven y después son depositados electrolíticamente en forma de películas delgadas de color sobre los objetos de plata. Este efecto puede impedirse mediante un diseño perfeccionado de las máquinas y el uso de inhibidores patentados.

El tripolifosfato de sodio actúa como secuestrados de los iones de calcio y magnesio que originan la dureza del agua ayudando a mantener un pH adecuado y sobretodo ayudan a mantener el poder de suspensión y antirredeposición de la suciedad de los agentes de superficie mejorando la acción detergente de todos los surfactivos en los que se emplean. En el proceso de secado por atomización se obtiene el tripolifosfato de sodio en forma deshidratada, y esta agua de cristalización ayuda a mantener constante el contenido de humedad del detergente.

El fosfato trisódico se emplea principalmente como fuente reguladora de alcalí. Muchos preparados para limpieza contienen ortofosfato trisódico, el "dodecahidrato" cristalino se vende con varios nombres comerciales como limpiador. Para ablandar el agua se usa la sal trisódica al igual que la disódica. El fosfato trisódico se ha empleado también para la eliminación de las pulveriza

ciones, insecticidas y para inhibir el desarrollo del moho de las frutas.

El tripolifosfato de sodio tiene la propiedad además de las enumeradas de desflocular y suspender ciertas sustancias insolubles del agua. Se usa como desfloculante también en el tratamiento de lodos de perforación para pozos de petróleo.

El tripolifosfato de sodio en operaciones de lavado dispersa la mugre y ayuda a mantenerlos en suspensión estable, así previene la redeposición de la mugre en los artículos lavados, aún durante la operación del lavado.

En medicina se utiliza como antipruriginoso y auxiliar en ciertas enfermedades cutáneas.

Capitulo III

CLASIFICACION DE METODOS EVALUATIVOS.

Metodos de identificación del tripolifosfato de sodio:

1.- Las soluciones de fosfatos cuando son neutralizadas alrededor de pH igual a 7 y tratadas con solución de nitrato de plata dan un precipitado amarillo pálido que es rápidamente soluble en solución diluida de amoniaco y ácido nítrico diluido.

2.- Las soluciones de fosfatos cuando son tratadas con soluciones de sulfato doble de amonio y magnesio dan un precipitado blanco cristalino.

3.- Las soluciones de fosfatos en ácido nítrico diluido cuando son tratadas con un volumen igual de solución de molibdato de amonio y calentadas dan un precipitado amarilló canario claro.

Método GRAVIMETRICO:

En este método la cantidad de sustancia se determina mediante la precipitación de la propia sustancia pura o de algún compuesto químico que la contiene o equivale químicamente a ella.

DETERMINACION COMO PIROFOSFATO DE MAGNESIO.

La solución no muy diluida (0.5 g de la sustancia en 20 ml.) se trata con unas gotas de HCl diluido , con 10 ml de solución saturada de cloruro de amonio y con un exceso de mezcla magnesia , preparada como se indica después . La solución se calienta casi a la ebullición y se va adicionando , gota a gota y agitando solución de hidroxido de amonia al 2 % , hasta que se produzca un precipita-

do cristalino ; si el precipitado es amorfo (aspecto lechoso de la solución) , se redisuelve en ácido clorhídrico diluido y se repite la precipitación . Una vez obtenido el precipitado se deja enfriar , se adiciona al líquido un quinto de su volumen de amoníaco al 10 % , y se filtra después de 10 minutos . Sólo en el caso de que la cantidad del precipitado sea muy pequeña , se dejara reposar en las condiciones citadas durante 2 horas .

El precipitado así obtenido se filtra en crisol o papel filtro cuantitativo , se lava con solución de amoníaco al 2 % hasta que el líquido del filtrado pase libre de cloruros (Reacción con nitrato de plata después de acidular con ácido nítrico) . Si como medio filtrante se emplea un crisol de gooch , este se coloca dentro de un crisol de mayores dimensiones y se calienta al soplete o en la mufla eléctrica a la temperatura de 900 Centígrados , durante media hora .

Si se emplea papel filtro , este se seca junto con el precipitado a la mufla , se separa el fosfato del papel tan completamente como sea posible , y se incinera este en crisol de porcelanatarado ; se adiciona el precipitado a las cenizas y se vuelve a calcinar a 900 C . durante corto tiempo , sea el soplete o en la mufla eléctrica . Si después de la calcinación el precipitado presenta un color gris , se humedece con ácido nítrico diluido , se evapora cuidadosamente y se vuelve a calcinar hasta que el residuo queda totalmente blanco . Se deja enfriar el crisol en el desecador y se pesa .

$$\text{Factor} = \frac{P_{25}^{O}}{Mg_{2}P_{27}^{O}} = 0.6378$$

Notas: La mezcla magnesiana, solución reactivo empleada en la precipitación del ácido fosfórico como fosfato de amoni y magnesio, se prepara disolviendo 55 g. de cloruro de magnesio cristalizado y 105 g. de cloruro de amonio en agua ligeramente acidulada con ácido clorhídrico y llevando el volúmen de la solución a un litro.

La solución no debe de contener otros metales que no sean alcalinos, con ácido clorhídrico se acidula si es poco.

Cuando el residuo de pirofosfato de magnesio no quede blanco a pesar de continuada y enérgica calcinación, se humedece con una o dos gotas de HNO_3 fumante o de solución saturada de nitrato de amonio, y se calcina de nuevo con el soplete o la mufla eléctrica.

Este método de precipitación del fosfato de amonio y magnesio se aplica sólo a los fosfatos alcalinos y al ácido fosfórico, al estado tribásico.

Método VOLUMETRICO:

En este método la determinación se realiza por medio del volúmen de una fase relacionada cuantitativamente con el constituyente buscado.

DETERMINACION TOTAL DE P_2O_5 .

- En ausencia de jabón.

Pipetee dentro de un matraz Erlenmeyer de 500 ml. una alícuota de 50 ml. de la solución primaria, añada 50 ml. de ácido nítrico diluido, tápese con un vidrio de reloj y se pone a hervir por 20 min. sobre un plato caliente. Después de 20 min., se quita el matraz del plato se enfría en agua corriente, añada una cuantas

gotas de indicador anaranjado de metilo y cautelosamente añada so sa cáustica concentrada en solución, gota por gota, agitando el frasco después de cada adición hasta que se desarrolle un color amarillo permanente. De una bureta añada ácido clorhídrico 0.5 N hasta que la solución cambie a un rojo naranja.

Añada unas pocas gotas de indicador de fenoftaleína y titule la solución con alcalí 0.5 N hasta que se desarrolle un color rosa.

$$\text{Total } P_2O_5 = \frac{n \cdot 7.1 \cdot N}{W}$$

Donde:

n = Mililitros gastados de alcalí.

N = Normalidad del alcalí.

W = Peso de la muestra en la alicuota.

En presencia de jabón:

Se procede de igual forma al procedimiento anterior, pero se enfría a 40 C, y se continua hasta que la solución haya llegado al punto del indicador anaranjado de metilo. Añada al matraz 20 ml. de cloroformo, se agita bien el matraz y se traslada su contenido a un embudo de separación de 250 ml. y se agita. Dejar que se separen las fases. Vaciar la capa inferior del cloroformo del embudo de separación y poner la segunda capa en un matraz, anadir 20 ml. de cloroformo a la primera capa y dejar que se separe. Retirar la primera capa y la segunda juntarla con la anterior en el matraz.

Añadir fenoftaleína y continuar como en el método antes descrito.

Solución primaria .

La primera operación es traer el material a una forma soluble. Si es un polvo lo que se va a analizar, pesar 10 g. exactamente y trasladarlo a un matraz de 500ml. y diluirlo hasta la graduación con agua destilada. Para pasta, líquidos y sólidos los cuales no contienen muchos constituyentes en forma de polvo, se pesa suficiente cantidad de muestra en un matraz de 250 ml. de manera que se encuentre presente aproximadamente 1 gr. de material activo.

Método COLORIMETRICO.

Métodos basados en la medición de la cantidad de absorción por una solución coloreada; ya que al atravesar la muestra, la luz pierde cierta energía por : Absorción, dispersión y reflexión.

DETERMINACION COLORIMETRICAMENTE DE P_2O_5 TOTAL.

1.0 Discución .- El ión ortofosfato puede ser determinado colorimétricamente por desarrollo de color amarillo del complejo fosfovandomolibdato. Este se forma por medio de la adición de una mezcla de reactivos conteniendo molibda o de amonio; metovanadato de amonio y ácido nítrico al ortofosfato. La concentración del ácido nítrico durante y después del desarrollo del color es importante. Durante el desarrollo del color, es ajustando a cerca de 0.8N. A esta concentración el color es desarrollado totalmente en dos min.

A mayor concentración no lo hace . Después del desarrollo del color la solución es diluida acerca de 0.5 N del ácido nítrico . Esta concentración es necesaria para prevenir la formación de una - doble coloración amarilla debida a la sílica .

1.1 Otros fosfatos que no estan en la forma orto pueden ser determinados por este método , después de una ebullición con ácido nítrico o sulfúrico , los cuales los convierten a la forma orto . Si aun no se conoce la forma exacta del fosfato es conveniente - calcular los resultados como total de $P_{25}O_5$.

1.2 Algunas materias orgánicas encontradas en detergentes interfieren , ya que causan la turbidez de la solución . La adicción de - ácido acético previene esto disolviendo la materia orgánica . Otras interferencias son eliminadas por filtración o tratamiento especial cuando se requiere .

2.0 Aparatos .

- A) .- Colorímetro Lumetron , modelo 402 - E , fotovolt 4102 .
- B) .- Galvanometro de reflexión múltiple , Mod 45 fotovolt 4550 .
- C) .- Adaptador de tubo de muestra , Fotovolt 4146 .
- D) .- Filtro M 420 , Fotovolt 4161 .
- E) .- Tubo de muestra de 20 x 150 mm . Sin borde . Kinble 4548 .
- F) .- Matrazes volumétricos de 1000 , 500 y 250 ml. clase A.

- G) .- Pipetas de 5 a 100 ml. Clase A Kimble 37004.
- H) .- Papel filtro Whatman # 42, de 7 cms. de diám.
- I) .- Buchner, poros # la.
- J) .- Matraces de filtrado de 250 ml.

3.0 Reactivos.

- A) .- ácido nítrico, grado reactivo.
- B) .- ácido acético glacial, grado reactivo.
- C) .- ácido sulfúrico (1:1).
- D) .- reactivo mezcla de P_2O_5 .
- E) .- Solución estándar de P_2O_5 , 0.1 mg P_2O_5 / ml.

4.0 Tamaño de la muestra.

Para cualquier producto no incluido en la tabla de muestras seleccione el peso de la muestra, dilución y alicuota que le proporcionará cerca de 2.5 mg. de P_2O_5 en la alicuota final. En general el tamaño de la muestras es abajo de 3 grs. y el de la alicuota abajo de 10 mililitros deben evitarse para minimizar errores.

4.1 Para productos que contengan menos del 10% de P_2O_5 usar la dilución de 1000 ml. simplemente y calcular el tamaño de la muestra como sigue:

$$\text{Tamaño de la muestra (grs.)} = \frac{250}{\text{Est \% } P_2O_5 \times \text{alicuota}}$$

4.2 Para materiales que contengan arriba del 10% del P_2O_5 , será necesario usar una dilución intermedia y una alicuota. Calcular el tamaño de muestra como sigue:

$$\text{Tamaño de la muestra (grs.)} = \frac{250 \times \text{Dilución intermedia}}{\text{Est \% de } P_2O_5 \times \text{Alic} \times \text{A. Int}}$$

5.0 Tabla de Muestras.

Producto	% de P_2O_5	Alicuota Intermedia	Dilucion ml.	Alicuota ml.	w Muestra grs.
Detergente Rayo	7.80	-	-	10	3
" R. Azul	"	-	-	"	"
" Agil	10.40	25	250	50	5
" A. Azul	"	"	"	"	"
" Holandesa	15.10	"	"	"	6.5
Materia Prima	Teórico				
Tripolifosfato de sodio	57.9	25	500	25	4
Pirofosfato tetrásodico	53.4	"	"	"	"

6.0 Preparación de reactivos.

6.1 Reactivo Mezcla de P_2O_5 .

- A).- Pese un gramo de metovanadato de amonio y enjuague con agua destilada en un matraz volumétrico de 2000 ml.
- B).- Añada aproximadamente 300 ml. de agua destilada y caliente a ebullición a disolver la sal. Enfríe a la temperatura del lugar y diluya a 600 ml. con agua destilada.
- C).- Agite la solución con el agitador magnético añadiendo 300 ml. de ácido nítrico concentrado. Enfríe a la temperatura del lugar.
- D).- Pese 40 grs. de molibdato de amonio tetrahidratado y lave con agua destilada en un vaso de 1000 ml.
- E).- Diluya aproximadamente 800 ml. con agua destilada y agite con el agitador magnético hasta que toda la sal se haya

disuelto.

- F).- En tanto se esta agitando la mezcla del primer paso en el agitador magnético, añada lentamente la solución del paso 4 y 5.
- G).- Enjuague el vaso con agua destilada y diluya la solución en el matraz volumétrico a volumen necesario.
- H).- Elimine el magneto del matraz y diluya a volúmen con agua destilada.
- I).- Mezcle bien.

Notas: Hay que esperar a que se enfrie la solución, para saber si el aforo es perfecto a la temperatura que indique el matraz debe estar al final siempre tapado.

El reactivo seco puede ser removido de las paredes con sosa cáustica 1.ON.

6.2 Solución estándar P_2O_5 .

6.2 A Aparatos.

- A).- matraz volumétrico 1000 ml.
- B).- Pipeta de 50 ml.
- C).- Estufa.

6.2 B Reactivos.

Fosfato monobásico de potasio (cristales).

6.2 C Procedimiento para la preparación de solución estándar P_2O_5 , de 0.2 mg de P_2O_5 / ml.

Ponga en una estufa cerca de 5 gr. de fosfato monobásico de potasio a 110 C por 2 horas.

- 1.- Pese exactamente 3.8351 grs. y lave con agua destilada en

un matraz volumétrico de 1000 ml.

2.- Diluya a volúmen con agua destilada y mezcle bien.

Nota; El KH_2PO_4 contiene 52.15% de P_2O_5

$$\text{Calculado así: } \frac{\text{P}_2\text{O}_5}{2(\text{KH}_2\text{PO}_4)} = \frac{141.95 \text{ P.M.}}{272.18 \text{ P.M.}} = 0.5215$$

Por lo tanto:

$$\frac{2.0 \text{ gr } \text{P}_2\text{O}_5}{0.5215} = 3.8351$$

6.2 D Procedimiento para preparar solución estándar de P_2O_5

0.1 mg P_2O_5 / ml.

Pipetee 50 ml. de la solución preparada anteriormente (arriba), en un matraz volumétrico de un litro y diluya a volúmen con agua destilada.

Mezcle bien y almacene en vidrio únicamente.

6.2 E Solución blanca.

1.- Se toman 50 ml. del reactivo P_2O_5 y se colocan en un matraz volumétrico de 250 ml., diluyase a aproximadamente 100 ml. con agua destilada.

2.- Agite vigorosamente por 2 min. y después añada 50 ml. de ácido acético concentrado.

3.- Diluya a volúmen con agua destilada y agite bien.

4.- Transfiera la solución a un tubo de ensayo que será usado únicamente como referencia.

5.- Limpie el exterior del tubo con un papel fino y limpio.

7.0 Preparación de la curva P_2O_5 .

1.- Pipetee 10, 20, 25, 30, 40 y 50 ml. de la solución estándar de 110 mg P_2O_5 / ml. en un matraz volumétrico de 250 ml. Esta solución corresponde a 1, 2, 2.5, 3, 4 y 5 mg. P_2O_5 / ml.

2.- Diluya cada solución a 100 ml. con agua destilada.

3.- Tome cada solución y añada 50 ml. del reactivo P_2O_5 .

4.- Agite vigorosamente por 2 minutos y añada 50 ml. de ácido acético concentrado.

5.- Diluya a volúmen con agua destilada y mezcle bien. Transfiera la solución a un tubo de ensayo, enjuagando dos veces antes de llenar a $2/3$ de su volúmen.

6.- Determine el % de transmitancia de la muestra con respecto al blanco, antes de 5 minutos, puesto que después de que se añada el ácido acético, pasándose ese tiempo ya no sirve la solución.

7.- Usando papel semilogaritmico marque el % de transmitancia sobre la escala logaritmica y los mg. de P_2O_5 / 250 ml. en la escala lineal. Una los puntos pasando también por el punto de 100% de transmitancia y 0 de concentración.

8.0 Chequeo de las curvas.

1.- Para garantizar la exactitud de este procedimiento, puede ser checado el punto centro de la curva semanalmente. Esto es necesario para detectar algún mal funcionamiento del instrumento, reactivos preparados impropriadamente, cambios en los tubos de las muestras, etc...

- 2.- Pipetee la alícuota de 25ml. de la solución estándar de 0.10 mg P_2O_5 / ml., dentro de un matraz volumétrico de 250 ml.
- 3.- Diluya a 100 ml. con agua destilada.
- 4.- Añada 50 ml. del reactivo P_2O_5 .
- 5.- Agite vigorosamente para el desarrollo del color.
- 6.- Añada 50 ml. de ácido acético concentrado.
- 7.- Diluya a volumen necesario.
- 8.- Siga las mismas precauciones en cuanto al tiempo.
- 9.- Lea la transmitancia y cheque el valor en la curva.

10.0 Procedimiento General.

1.- Pese la muestra con exactitud de 0.01g (0.001 g para materia prima) y enjuague esta en un matraz volumétrico de 1000 ml., usando de 20 a 25 ml. de agua destilada. Si es usada mucha agua, alguna muestra del producto puede ebullicionar en la superficie. Sin embargo cuando diluya a 100 ml. de agua, los fosfatos son convertidos a ortofosfatos en 3 min. de ebullición con 25 ml. de HNO_3 .

2.- Añada 25 ml. de HNO_3 conc. de tal manera que este enjuague las paredes del matraz.

3.- Ebullicione la solución 3 min., enfríe a la temperatura del cuarto, diluya a volumen con agua destilada hasta el aforo y agite bien.

Nota:

- a) La solución de la cual la alícuota es tomada no debe ser coloreada.

Insuficiente agua de lavado en el paso 1 o larga ebullición en el paso 3 causa una solución amarilla con algunos productos.

- b) Si es obtenido un resultado bajo en una muestra de materia prima repita la prueba y ebullicione lentamente por cerca de 10 min. Esto es para asegurar la reacción completa de pequeños aumentos de complejos pocos comunes de fosfatos que pueden estar presentes.
- c) Muestras conteniendo silicatos solubles, los cuales precipiten durante la ebullición, debe de reposar un corto tiempo para que la mayor parte del precipitado se asiente. Tomar la alicuota de la parte superior del matraz. Sin embargo un número de partículas de silicato pueden estar presentes en el tubo de prueba sin afectar el porcentaje de transmitancia.

4.- Si la solución en el paso 3 es coloreada, descartela y use los siguientes procedimientos alternantes;

- a).- Lave la muestra en un matraz volumétrico con 40ml. de agua destilada caliente.
- b).- Añada cerca de 1.5 ml. de blanqueador 5.25% y caliente con agitación hasta que la solución comience a ebullicionar.
El blanqueador es añadido para destruir cualquier colorante presente. Sin embargo el blanqueador debe formar un colorante amarillo con TCC si la solución es llevada a reposo.
- c).- Inmediatamente pare el calentamiento y sin tardar

za añada muy cuidadosamente 20 ml. de ácido sulfúrico 1:1 en pequeñas porciones. Ebullicione 3 min.

d).- Enfrie a la temperatura del cuarto, diluya a volúmen con agua destilada y mezcle bien.

Si la solución es coloreada, repita el procedimiento con una nueva muestra usando más blanqueador.

5.- Si no es requerida dilución y alicuota intermedia pipetee la alicuota requerida del matraz en un matraz volumétrico.

6.- Cuando es requerida una solución intermedia; diluya a volúmen con agua destilada y mezcle bien.

Pipetee la alicuota requerida de la solución intermedia en un matraz volumétrico de 250 ml.

7.- Diluya la solución en el matraz de 250 ml. a 50 ml., con agua destilada si la alicuota fué menor de 50 ml.

La alicuota es diluida a 50 ml. para reducir la concentración del ácido durante el desarrollo del color.

Si la alicuota contiene más de un mililitro de HNO_3 sin neutralizar, el color no puede desarrollarse en los dos minutos antes de la adición del ácido acético.

Cuando son usadas alicuotas de 50 ml., es esperando que una vigorosa ebullición de la muestra evapore ácido, así que la alicuota contendrá menos de 1 ml.

8.- Preparé una solución blanca por adición de 25 ml. del reactivo P_2O_5 a 50 ml. de agua destilada en un matraz volumétrica de 250 ml. Agite o mezcle y después de 2 min., añada 50 ml. de ácido acético concentrado.

Diluya a volúmen, mezcle bien y transfiera la solución a un tubo de muestra marcado "B", después de enjuagar 2 veces el tubo con la solución. Limpie el exterior del tubo con Tissues.

Descarte después de 3 horas.

9.- A la solución del paso 7, añadale 25 ml. de la mezcla P_2O_5 . Agite o mezcle bien y después de 2 min. añada 50 ml. de ácido acético concentrado. Diluya a volúmen, mezcle bien y transfiera la solución a un tubo de prueba, enjuagando el tubo 2 veces con la solución y limpiando el exterior del tubo.

10.- Leer la transmitancia y por gráfica la concentración.

10.0 Cálculos.

$$\% P_2O_5 \text{ (como está)} = \frac{(\text{mg } P_2O_5 / 250 \text{ ml.}) (100) (\text{dil. inter.})}{(\text{peso de la muestra}) (\text{alic.}) (\text{dil. inter.})}$$

$$\% P_2O_5 \text{ (base seca)} = \frac{\% P_2O_5 \text{ como está } (100)}{100 - \% \text{ de } H_2O \text{ en la muestra.}}$$

11.0 Conversión de factores.

Los siguientes factores pueden ser usados para convertir resultados de P_2O_5 a la cantidad equivalente de varios materiales. Estos factores son calculados de análisis típicos de figuras obtenidas de 3 suministros.

$$\% \text{ tripolifosfato de sodio } Na_5P_3O_{10} = \% P_2O_5 \times 1.74$$

$$\% \text{ pirofosfato tetrásodico } Na_4P_2O_7 = \% P_2O_5 \times 1.88$$

Capitulo IV

RESULTADOS Y CONCLUSIONES.

Se efectuarón varias pruebas en cada uno de los tres métodos, presentaré solo los 10 últimos resultados obtenidos:

GRAVIMETRICAMENTE:

$$\text{Fórmula: } \% P_2O_5 = \frac{F \times P \times 100}{M}$$

Donde: F = Factor

P = Peso del precipitado.

M = Peso de la muestra.

$$P = W_m - W_c$$

W_m = peso del crisol más muestra.

W_c = peso del crisol

Resultados:

1).- 97.66% TPS	6).- 96.99
2).- 99.88	7).- 95.88
3).- 98.76	8).- 95.64
4).- 98.98	9).- 95.439
5).- 99.65	10).- 99.88

VOLUMETRICAMENTE:

$$\text{Fórmula: } \text{Total de } P_2O_5 = \frac{n \times 7.1 \times N}{W}$$

Donde: N = Normalidad de la sosa

n = ml. de sosa gastados

W = Peso en la alicuota.

Resultados:

1).- 98.21 % TPS	6).- 99.45
2).- 98.8	7).- 98.83
3).- 99.4	8).- 98.52
4).- 98.31	9).- 99.76
5).- 95.74	10).- 99.94

COLORIMETRICAMENTE:

$$\text{Fórmulas: } \% P_2O_5 (\text{como está}) = \frac{(\text{mg } P_2O_5 / 250\text{ml})(100)(\text{Dil inter})}{(\text{peso en la muestra})(\text{alic})(\text{alic inter})}$$

$$\% P_2O_5 (\text{base seca}) = \frac{\% P_2O_5 (\text{c.e.})(100)}{100 - \% H_2O \text{ en la muestra}}$$

Dilución intermedia = 500

Peso de la muestra = 4

Alicuota = 25

Alicuota intermedia = 25

Resultados:

1).- 91.62 % TPS	6).- 96.67
2).- 97.44	7).- 98.31
3).- 96.86	8).- 99.38
4).- 93.55	9).- 99.48
5).- 95.7	10).- 99.81

CONCLUSIONES.

Para poder escoger el método más adecuado, exacto y de más con

fiabilidad estadística, es necesario tomar en consideración las siguientes características que juegan un papel determinante en la elección del método:

- a).- La cantidad de muestra y características de la misma.
- b).- La rapidez con que se requieran los resultados.
- c).- El grado de exactitud y/o de error.
- d).- Costo del procedimiento y grado de complejidad en el proceso.
- e).- Objetividad cuantitativa y cualitativa de los resultados.

Tomando en consideración el análisis que he llevado a cabo y la eficacia que ha demostrado el método colorimétrico es este el más exacto y de mayor confiabilidad .

En resumen , el método más recomendable es el colorimétrico por las características enunciadas anteriormente y además por ser el más rápido , siguiéndole en orden decreciente , el volumétrico que su grado de confiabilidad y exactitud es menor . El método gravimétrico es aconsejable cuando la cantidad de muestra que se dispone es mínima , y que el factor tiempo no sea determinante .

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

- 1.- Ayres, Gilbert H. 1975 "Análisis Químico Cuantitativo" Harla S.A. de C.V., México, Buenos Aires, Bogotá, Sao Paulo.
- 2.- Bargalló Modesto "Tratado de Química Inorgánica". 2a. Edición, Editorial Porrúa, México, 1972.
- 3.- Bromblay, Nay U. "Análisis Cualitativo" Ed. Cecsa, México, 1969
- 4.- Harris, Jay C. "Detergency Evaluation and Testing" Monsanto Chemical Company, Dayton, Ohio. Interscience Publishers, Inc., New York, 1954.
- 5.- Kirk, Raymond E. "Enciclopedia de Tecnología Química" México, Oteha, 1961. Tomos: 1, 2, 5, 6, 7, 8, 14.
- 6.- Levitt, Benjamin "Oils, Detergents and Maintenance Specialities" Volume 1. Material and Processes. Chemical Publishing Company, Inc, New York, 1967.
- 7.- Milwidsky, B. N. "Practical Detergent Analyses" First Edition Mc. Mair - Darlang Company, New York, U.S.A., 1970.
- 8.- Orozco, Fernando. "Análisis Químico Cuantitativo" 10a. Edición Editorial Porrúa, S.A., México, 1978.
- 9.- Sienko, Michsell J., Plane, Robert A. "Química" 7a. Edición. Ediciones Aguilar, España. 1974.
- 10.- Sittig, Marshall. "Detergent Manufacture" Noyes Data Corporation, Parkridge, New Jersey, London England, 1976.

- 11.- Skoog, Douglas, A. "Análisis Instrumental". Interamericana, 1975.
- 12.- Swift, Ernest, H. "Qualitative Elemental Analyses" Freeman and Co., San Francisco, W.N., 1962.
- 13.- Strobel, Howard A. "Análisis Instrumental" 2a. Edición, Reading Mas., Addison - Wesley, 1960.
- 14.- Waser, Jürg. "Quantitative Chemistry", Benjamin, New York, W.A. 1964.
- 15.- Willard, Merritt, Dean. "Métodos Instrumentales de Análisis" Compañía Editorial Continental, S.A., México, 1978.

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE
SAN LUIS POTOSI

BIBLIOTECA

COLOCACION

AUTOR

TITULO

DEPARTAMENTO

FECHA DE
VENCIMIENTO

Q. 075m 1981
CIENCIAS QUIMICAS

GONZALEZ SUAREZ ANA SABRINA
DET. DE POLIESTERATO DE SODIO
BIBLIOTECA

NOMBRE DEL SOLICITANTE

975m
1981

ACCOPRESS[®]
CARPETA DE PRESSBOARD GENUINO
CATALOGO No. 2507 3H
HECHO EN MEXICO MEXICO, D. F. MARCA REG.

MEXICO - E. E. U. U. DE NORTE AMERICA - JAMAICA
CANADA INGLATERRA HOLANDA JAPON

