

UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD EXPERIMENTAL DE CIENCIAS Y TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE QUIMICA
DIRECCION DE EXTENSION
COORDINACION DE PASANTIAS

***Estudio e Implementación de Técnicas
de Análisis Para el Control de Calidad
y Procesos en el Laboratorio Central
del Complejo Petroquímico Pequiven
Morón.***

Autor: Br. José Ángel Alcalá González
Tutor Empresarial: Licda. Maribel Rojas
Tutor Académico: Lic. Ronald Blanco

Naguanagua, miércoles 6 de junio de 2011.

INDICE

	<i>Pág.</i>
Introducción	3
Capitulo I	4
Capitulo II	9
Capitulo III	12
Conclusiones	58
Recomendaciones	59
Bibliografía	60

INTRODUCCION

Sirva el informe que a continuación se presenta, como base para conocer el desempeño que puede tener el Licenciado en Química dentro de una de las más sólidas empresas químicas de Latinoamérica y el mundo. Esto gracias al apoyo de Pequiven S.A (Petroquímica de Venezuela); cuya misión es ser la corporación capaz de transformar al país, en una potencia petroquímica mundial para impulsar su desarrollo.

Produciendo y comercializando con eficiencia y calidad productos químicos y petroquímicos, en armonía con el ambiente y su entorno, garantizando la atención prioritaria a la demanda nacional, con el fin de impulsar el desarrollo económico y social de Venezuela.

El presente trabajo de pasantías fue realizado en el Laboratorio Central adscrito a la Gerencia Técnica del Complejo Petroquímico Morón, que tiene como finalidad la realización de estudios físicos y químicos a los diferentes productos utilizados para la producción de fertilizantes; así como de monitoreo y control de determinadas variables de los procesos de producción.

Es así como se logró la puesta en práctica de métodos de trabajo, que a continuación se reseñan:

En el área de control de calidad:

Análisis Físicoquímicos de Acido Sulfúrico.

Análisis Físicoquímicos de Acido Fosfórico.

Análisis Físicoquímicos de Fertilizantes Granulados NPK.

Análisis Físicoquímicos de Urea Perlada y Granulada.

Análisis de densidad aparente en Roca Parcialmente Acidulada.

En el área de control operacional:

Análisis Físicoquímicos Para Planta de Servicios Industriales.

Actividades Especiales:

Manejo de sistema STARLIMS para registro histórico de resultados.

Emisión de certificados para gestión de calidad de productos.

Inventario de almacén del laboratorio central.

Gestión de riesgos y seguridad industrial en el almacén del laboratorio central de Pequiven.

Esperando que la implementación de estos métodos, sirvan de apoyo e incentivo para todo aquel investigador o profesional del área petroquímica que desee adentrarse más en el mundo de la producción de fertilizantes, a través de la visión del egresado en química.

CAPITULO I

Presentación de la empresa

1.1 Razón social:

Prolongación PETROQUIMICA DE VENEZUELA S.A, Morón, Puerto Cabello- Edo Carabobo.

Ubicación geográfica.

Está ubicada en la región centro norte costera a 500 Metros de la costa del mar Caribe con una extensión de 219 hectáreas, carretera Nacional Morón Coro, Municipio Juan José Mora Edo. Carabobo Venezuela. Sus linderos son:

- ❖ Norte: Mar Caribe
- ❖ Sur: Empresa CAVIM (Compañía Anónima Venezolana de Industrias Militares)
- ❖ Este: Empresas Mixtas
- ❖ Oeste: Río Caño de Morón.

1.2 Reseña histórica

Pequiven, Petroquímica De Venezuela, S.A. es la Corporación del Estado venezolano encargada de producir y comercializar productos petroquímicos fundamentales con prioridad hacia el mercado nacional y con capacidad de exportación. La empresa propicia la creación de empresas mixtas y de producción social (EPS), estimula el desarrollo agrícola e industrial de las cadenas productivas y promueve el equilibrio social con alta sensibilidad comunitaria y ecológica.

Pequiven ofrece a los mercados nacional e internacional más de 40 productos petroquímicos. Su visión internacional del negocio y la vinculación con importantes socios en la conformación de las empresas mixtas en la que participa le ha permitido consolidar una importante presencia en los mercados de la región, así como en otras partes del mundo, Pequiven fue creada en 1977 asumiendo las operaciones del Instituto Venezolano de Petroquímica (IVP), fundado en 1955. Desde su transformación, Pequiven ha vivido sucesivas etapas de reestructuración, consolidación y expansión, en la que ha ampliado su campo de operaciones, desarrollando un importante mercado interno y externo para sus productos. La empresa ha orientado su crecimiento en tres líneas específicas de comercialización: fertilizantes, productos químicos industriales, olefinas y resinas plásticas.

Mediante decreto del Presidente de la República Bolivariana de Venezuela, Hugo Chávez Frías, Pequiven pasó de ser filial de Petróleos de Venezuela (PDVSA), para convertirse en una corporación independiente, adscrita al Ministerio del Poder Popular para la Energía y Petróleo. Esta independencia le permite a la empresa la consolidación de un sector industrial fortalecido, capaz de impulsar las industrias transformadoras del plástico, así como al sector agroindustrial y al de productos químicos industriales.

Ubicado en las costas del estado Carabobo, en las cercanías de la población de Morón, este Complejo inició sus operaciones en 1956, con capacidad para producir 150 MTMA de fertilizantes nitrogenados y fosfatados, la cual fue expandida a 600 MTMA durante el período 1966-1969. Desde esa fecha, el complejo ha ampliado su capacidad de producción hasta alcanzar el nivel actual superior a 1,97 MMTMA (tiene una capacidad actual de 1588 MTMA y para el año 2013 contará con una capacidad adicional de 2547 MTMA). Su producción es destinada básicamente a la manufactura de Urea, SAM (Sulfato de Amonio) y Fertilizantes Granulados NPK/NP. Así mismo, el Complejo Morón está provisto de instalaciones capaces de autoabastecer los servicios industriales que requieren sus operaciones.

Su fuente principal de agua la constituye el embalse construido sobre el río Morón, del cual se obtiene el 100 % del agua requerida. También posee dos generadores de 20 MW cada uno para suplir la demanda eléctrica y, además, dispone de seis compresores de aire para la instrumentación.

Nuevos proyectos 2007-2013:

Construcción de una Planta de Amoníaco de 600 MTMA y una Planta de Urea de 726 MTMA.

Construcción de una Planta de Ácido Sulfúrico de 3000 TMD.

Expansión de la Planta de Ácido Fosfórico A 198 MTMA, Concentración de Fósforo 720 MTM.

Una planta de 120 MTMA de Polietilentereftalato (PET) en grado resina a partir de la adecuación de la Planta de BTX en la Refinería El Palito (con una nueva línea de producción de Paraxileno).

Ampliación de la Planta de BTX como subproyecto del revamp de la Refinería El Palito, a partir de la instalación de un reformador catalítico continuo (CCR).

1.3 Actividades a las que se dedica.

En el año de 1953, se creó en Venezuela la petroquímica nacional, dependiente de la dirección de economía del ministerio de minas e hidrocarburos, con el propósito de contribuir a impulsar el desarrollo económico del país a través de la industrialización del gas natural y de algunos derivados del petróleo. Las cuantiosas reservas de recursos naturales, así como la ubicación geográfica de Venezuela, constituían las bases para desarrollar una industria que para entonces había cobrado un gran auge en algunos de los países más avanzados del mundo. Luego de realizado los estudios preliminares se elabora una planificación general y se iniciaron los primeros proyectos, al tiempo que se instalaba una pequeña planta mezcladora de fertilizantes en Morón - Edo. Carabobo, la cual más adelante se convertiría en la sede del Complejo Petroquímico Morón.

La industria petroquímica de Venezuela se transformó en virtud del Decreto presidencial Nº 367 del 29 de Junio de 1956, en el Instituto Venezolano de petroquímica (IVP), organismo autónomo adscrito al ministerio de minas e hidrocarburos el cual establecía un objetivo definido: el estudio y desarrollo de industrias destinadas al aprovechamiento de minerales e hidrocarburos, en especial el gas natural y velar por el buen funcionamiento de las actividades de sus empresas, en su planificación, coordinación y supervisión.

Entre 1956 y 1963, se instalaron en el complejo industrial básico de Morón las primeras plantas. Esta área industrial comienza sus operaciones con la puesta en marcha de la Planta de Cloro – Soda, la cual se mantuvo activa hasta el año de 1976. Las plantas de ácido sulfúrico, ácido fosfórico, superfosfatos, amoníaco, ácido nítrico (la que ya no existe), nitrato de amonio, urea, mezcladora de fertilizantes de nitrógeno, fósforo y potasio (NPK) sulfato de amonio fueron instaladas en 1963. Este complejo originalmente tenía una capacidad instalada aproximada de 150.000 toneladas métricas anuales (TMA). Posteriormente en el año de 1964 se abordaron varios proyectos y se aumentó la capacidad instalada a 600.000 (TMA). El Complejo Petroquímico Morón está provisto de las instalaciones correspondientes para el auto – abastecimiento de los servicios industriales que requieren sus operaciones, por ejemplo, genera su propia energía eléctrica, por medio de turbo generadores que funcionan con gas.

Para fines del año de 1976, una vez realizada con éxito la nacionalización de la industria petrolera se inicia el proceso de reorganización de la industria petroquímica. No fue sino hasta marzo de 1978 cuando se produjo la afiliación de petroquímica de Venezuela, S.A. (PEQUIVEN) a Petróleos de Venezuela, S.A. (PDVSA). En 1987 comienza el plan de expansión establecido y con el propósito de adaptarse a los requerimientos del negocio petroquímico, la empresa se reorganiza para el año de 1990 en tres unidades de negocios. PEQUIVEN para el año de 1996 triplica su utilidad con respecto a años anteriores y así replantea su futuro en el mediano plazo con miras a consolidar sus operaciones y cumplir los proyectos en proceso con la finalidad de avanzar en una nueva expansión petroquímica.

Durante el año de 1997 PEQUIVEN adelanta nuevos proyectos con MOBIL CHEMICAL, un acuerdo preliminar de desarrollo para construir y operar un complejo de olefinas y derivados, ubicado en José Estado Anzoátegui; se firma un convenio con KOCH NITROGEN COMPANY, SNAMPROGETTI y empresas POLAR destinados a la construcción de un complejo de fertilizantes en el oriente del país llamado FERTINITRO.

En 1998 se concretó la puesta en marcha de la planta de Roca Parcialmente Acidulada (RPA), la cual tiene una capacidad de 150.000 TMA. Para el año 2000 el 1 de Julio nace fertilizantes y servicios para el agro SERVIFERTIL, es una empresa filial de petroquímica de Venezuela, la cual desarrolló sus actividades en el complejo industrial morón y tiene una capacidad de producción de 840.000 (TMA) de fertilizantes y productos industriales. En sus inicios SERVIFERTIL, una empresa filial de PEQUIVEN. Posteriormente, irá abriéndose de manera progresiva a inversionistas privados, especialmente aquellos relacionados con

las actividades agropecuarias, de modo de convertirse en el mediano plazo en una empresa de capital mixto.

El 01 de Septiembre de 2003, entra en vigencia acuerdo realizado el 11 de Marzo de 2003, en donde la totalidad de los que prestan sus servicios en SERVIFERTIL S.A. son transferidos y forman parte de la nómina de trabajadores de Petroquímica de Venezuela S.A. (PEQUIVEN). En el año 2005, la República Bolivariana de Venezuela decreta la separación de PEQUIVEN de PDVSA para convertir a PEQUIVEN en una Corporación independiente adscrita al Ministerio de Energía y Petróleo. En Marzo del 2006 se formaliza la PEQUIVEN de PDVSA, se crea el viceministro de Petroquímica y Refinación y se anuncian los planes de desarrollo de PEQUIVEN para el periodo 2006 – 2012.

1.4 Misión y visión de la empresa

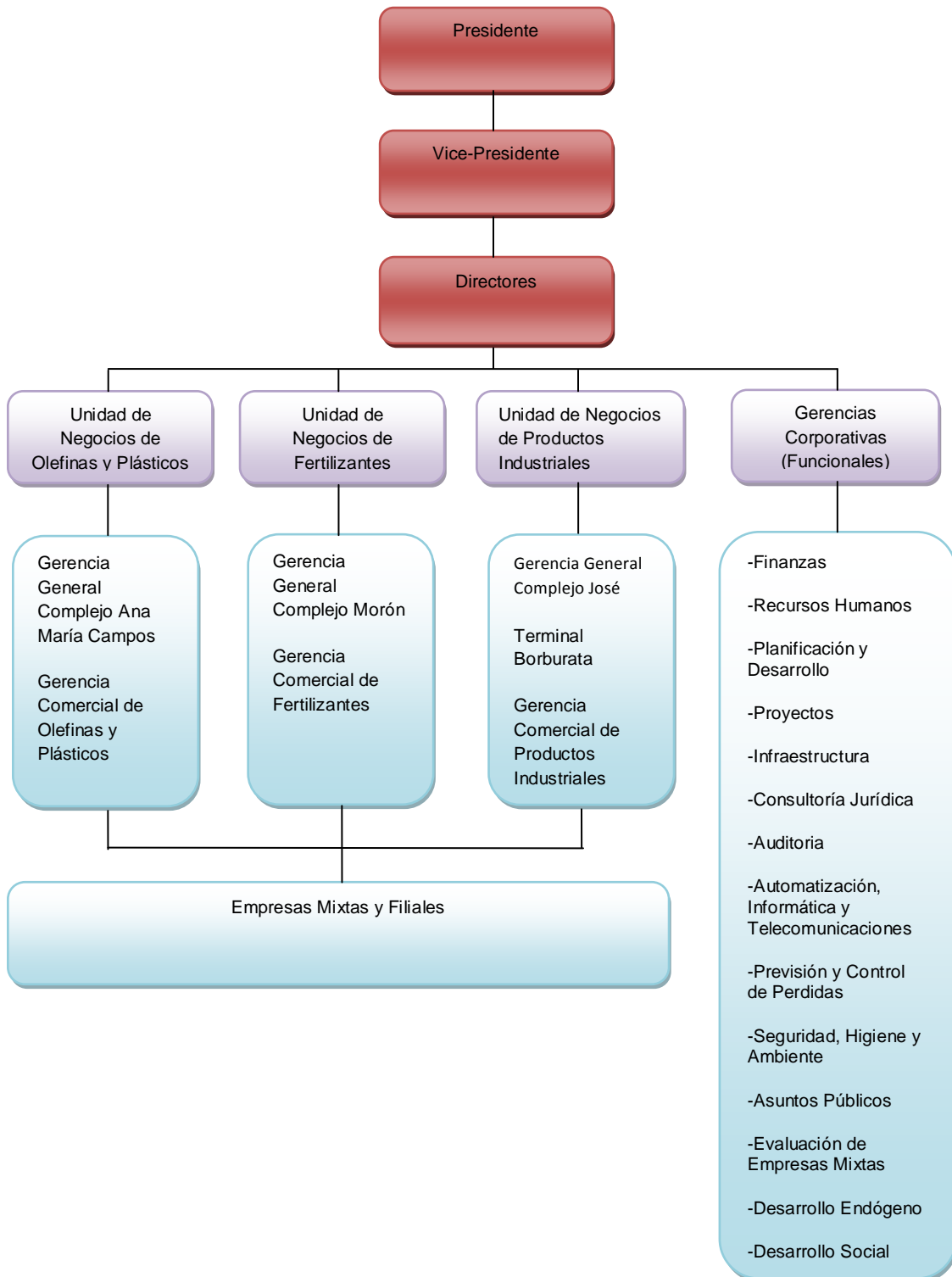
Misión

Producir y comercializar con eficiencia y calidad productos químicos y petroquímicos, en armonía con el ambiente y su entorno, garantizando la atención prioritaria a la demanda nacional, con el fin de impulsar el desarrollo económico y social de Venezuela.

Visión

Ser la Corporación capaz de transformar a Venezuela en una potencia petroquímica mundial para impulsar su desarrollo.

1.5 Organigrama general de la empresa



CAPITULO II

Descripción del departamento donde realizo las pasantías

2.1 Descripción General y Funciones.

El Laboratorio Central del Complejo Petroquímico Morón tiene como finalidad la realización de estudios físicos y químicos a los diferentes productos utilizados para la producción de fertilizantes. Además de contar con un equipo altamente calificado de Ingenieros, Técnicos y Analistas encargados de hacer los análisis para el proceso de producción de fertilizantes.

Las Principales Funciones del Laboratorio Central son las siguientes:

Asegurar la realización de los análisis requeridos por las diferentes plantas del complejo, mediante la supervisión y administración de los recursos y cumpliendo las normas o metodología establecidas, a fin de verificar que se cumplan las metas de calidad, tanto en los insumos como en los productos elaborados, contribuyendo así con la continuidad operativa del complejo.

Prestar apoyo a las diferentes unidades del Complejo Petroquímico Morón en tópicos de naturaleza química a través del intercambio de comunicación con los supervisores de las distintas áreas de la sección de ingeniería y de operaciones para la solución de problemas operacionales.

Velar porque la metodología analítica establecida se cumpla estrictamente, mediante el seguimiento constante de las actividades, a fin de asegurar resultados confiables que ayuden a un mejor control la producción de las plantas.

Mantener el Laboratorio Central actualizado en cuanto a metodología, equipos e instrumentos a objeto de optimizar los servicios requeridos por las diferentes áreas operacionales del complejo y satisfacer nuevos requerimientos de análisis.

Mejorar los parámetros de calidad en los procedimientos de análisis mediante el desarrollo e implementación de nuevas técnicas analíticas, que contribuyan a la reducción del tiempo de realización de dichos análisis.

Formar el recurso humano bajo su responsabilidad mediante la programación y coordinación de las necesidades que demanda el proceso productivo, a fin de contribuir a la capacitación y actualización en base a los conocimientos acordes con la dinámica de la empresa.

2.1.1 Misión de la superintendencia del laboratorio central:

Satisfacer las necesidades y expectativas de sus clientes, realizando en forma confiable, oportuna y eficiente los análisis fisicoquímicos requeridos.

2.1.2 Visión de la superintendencia del laboratorio central:

Ser reconocidos por la confiabilidad y oportunidad de sus servicios, como un laboratorio de clase mundial que certifica los análisis fisicoquímicos del Complejo Petroquímico Morón.

2.2 Descripción de la estructura organizativa del laboratorio central.

2.2.1 Superintendente:

Este se encarga de promover, planificar, dirigir, coordinar y orientar la ejecución total del presupuesto de inversiones y la ingeniería de procesos en las plantas.

2.2.2 Supervisor de control de calidad:

Programa, coordina y supervisa las actividades del Laboratorio Central a fin de garantizar mediante la medición de parámetros físico – químico la calidad de los insumos tales como: materia prima, productos importados o propios a ser utilizados por los clientes internos o externos, sirviendo también así como una guía de la verificación de los procesos de planta.

2.2.3 Supervisor de análisis especiales:

Programa y supervisa la ejecución de ensayos físicos y químicos especiales, así como también evaluar y actualizar métodos de análisis, mediante su seguimiento y estudio de calidad requeridos en la evaluación de productos industriales, insumos y efluentes de diferentes áreas del complejo.

2.2.4 Supervisor de turno:

Planifica, programa y coordina las actividades analíticas a efectuarse en el turno por el personal bajo su cargo, con la finalidad de que los productos que se analizan se encuentren en los parámetros de calidad exigidos y que al transmitir dicha información, esta sirva para realizar ajustes en los procesos operacionales.

2.2.5 Analista especial:

Desarrolla, avalúa, revisa y actualiza los métodos de análisis utilizados en el laboratorio, realiza análisis especiales a diferentes muestras, mediante la ejecución de actividades respectivas, a fin de determinar la aplicabilidad, confiabilidad y rapidez de los métodos de ensayos, manteniendo actualizado al laboratorio en lo referente a las técnicas de análisis.

2.2.6 Analista de turno:

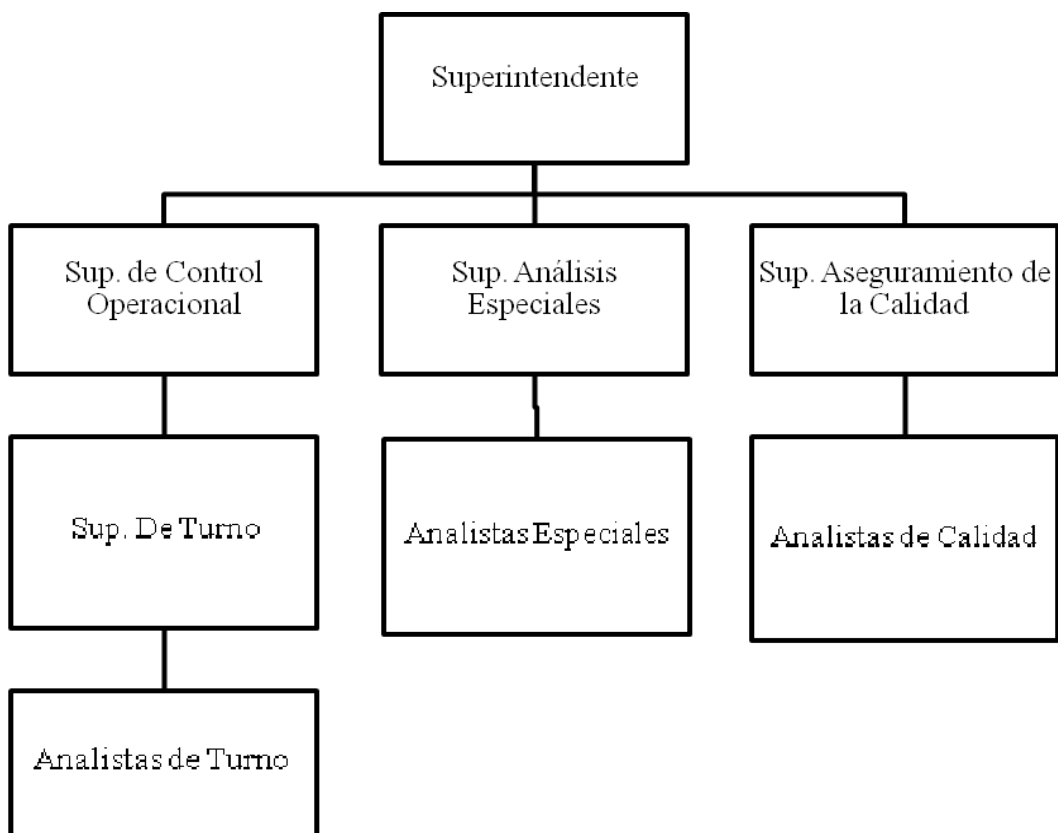
Ejecuta los análisis físico-químicos requeridos en muestras enviadas por las diferentes plantas del complejo., a fin de obtener un mejor control de cada unidad operativa y descartar las desviaciones en cuanto a la calidad de las materias primas y productos terminados.

2.2.7 Analista de control de calidad:

Ejecuta los ensayos físicos-químicos requeridos por las diferentes plantas empresas externas aplicando procedimientos y mermas analíticas establecidas por órganos

nacionales internacionales a fin de mantener un control efectivo de la calidad de la materia prima y productos terminados ya sean estos de manufactura local o de importancia.

2.3 Organigrama del laboratorio central del complejo petroquímico morón.



CAPITULO III

3.1 Objetivos

General:

Adquirir los conocimientos y destrezas necesarios para llevar a cabo los análisis de rutina en el laboratorio central del complejo petroquímico PEQUIVEN Morón en las áreas de control de calidad y procesos.

Específicos:

- ✓ Adquirir los conocimientos necesarios en el entrenamiento para determinados análisis de rutina a fin de prestar apoyo desde el Laboratorio Central a las diferentes áreas del Complejo Petroquímico Morón en tópicos de naturaleza química a través del intercambio de comunicación con los supervisores de las distintas áreas de la sección de ingeniería y de operaciones para la solución de problemas operacionales.
- ✓ Estudiar los procesos industriales del complejo petroquímico PEQUIVEN.
- ✓ Implementar los conocimientos adquiridos para optimizar y desarrollar métodos de análisis en el Laboratorio Central del complejo petroquímico PEQUIVEN.

3.2 Cronograma de las actividades realizadas por el pasante.

Semana 1: Semana inducción.

- ✓ Bienvenida por parte del departamento de recursos humanos.
- ✓ Charlas de inducción:
 - 1.- Normativas del régimen corporativo de Pequiven S.A.
 - 2.- Notificación de riesgos.
 - 3.- Seguridad industrial: Gerencia de Seguridad Higiene y Ambiente (SHA).
 - 4.- Normas para la protección de activos de información (normas PAI).
- ✓ Asignación de gerencia de área laboral (Gerencia Técnica).
- ✓ Bienvenida a la gerencia técnica.
- ✓ Charla de inducción de área de investigación y documentación.
- ✓ Charla informativa de planoteca y recursos bibliográficos.

Semana 2: Semana capacitación técnica.

- ✓ Seminarios: Descripción general de los procesos petroquímicos del complejo petroquímico de Morón:
 - 1.- Planta de urea.
 - 2.- Informes técnicos: Autoverificación continua de ensayos de laboratorio en el complejo petroquímico de Pequiven S.A. Morón.

- 3.- Curso general para operadores de la planta de amoniaco.
- 4.- Planta de Acido Fosfórico.
- 5.- Planta de Acido Sulfúrico.
- 6.- Planta de NPK (fertilizantes granulados de Nitrógeno, Fosforo y Potasio).
- 7.- Sulfato de amonio.
- 8.- Planta de RPA (roca parcialmente acidulada).
- 9.- Mina de Riecito.
- 10.- Planta de relicuefacción de amoniaco.
- 11.- Planta de servicios industriales (agua potable, agua desmineralizada y terciarias, torres de enfriamiento, generación eléctrica, compresión de aire, generación de vapor, fosa de neutralización, estación de regulación de gas natural).

Semana 3 y 4: Análisis de Control de Calidad .

- ✓ Entrenamiento en análisis de acido sulfúrico:
 - .- Turbidez en Acido Sulfúrico (Nefelométrico).
 - .- Concentración de Acido Sulfúrico y Óleum (Volumétrico).
 - .- Concentración de Hierro por Absorción Atómica.
- ✓ Entrenamiento en sistema STARLIMS para registro histórico de los análisis.
- ✓ Actividad Especial: Elaboración de certificados para gestión de calidad de productos.

Semana 5 y 6: Análisis de control de calidad

- ✓ Entrenamiento en análisis de acido fosfórico:
 - .- Granulometría (gravimétrico).
 - .- Densidad.
 - .- Sólidos suspendidos.
 - .- Humedad fosforita (gravimétrico).
 - .- Calcio como CaO (espectrofotométrico).
 - .- Sulfato (gravimétrico).
 - .- %P₂O₅ (colorimétrico).
- ✓ Actividad Especial: Elaboración de certificados para gestión de calidad de productos.

Semana 7 y 8: Análisis de control de calidad.

- ✓ Entrenamiento en análisis de fertilizantes granulados NPK:

- .- Granulometría (gravimétrico).
 - .- Potasio como K_2O (espectrofotométrico).
 - .- Fosforo como P_2O_5 (colorimétrico).
 - .- Nitrógeno total (volumétrico).
- ✓ Entrenamiento en análisis de urea perlada y granulada:
 - .- Granulometría (gravimétrico).
 - .- Formaldehído (volumétrico).
 - .- Nitrógeno total (volumétrico).
 - .- Biureto % de Urea (volumétrico).
- ✓ Actividad Especial: Elaboración de certificados para gestión de calidad de productos.

Semana 9 y 10: Análisis de control de calidad

- ✓ Análisis de rutina de Acido Sulfúrico.
- ✓ Actividad Especial: Análisis de densidad aparente para roca parcialmente acidulada (RPA).
- ✓ Actividad Especial: Elaboración de certificados para gestión de calidad de productos.
- ✓ Actividad Especial: Inventario del almacén del Laboratorio Central del complejo petroquímico PEQUIVEN.

Semana 11 y 12: Análisis de control de procesos

- ✓ Entrenamiento en análisis de servicios industriales:
 - .- Conductividad.
 - .- pH.
 - .- Sólidos totales disueltos.
 - .- Sílice de bajo, medio y alto rango (colorimétrico).
 - .- Sodio.
 - .- Materia Orgánica.
 - .- Análisis especiales (CO_2 , amoníaco, cloruros, dureza total y cálcica).

- ✓ Actividad especial: Estudio de un método para determinación de Acido Nítrico en Acido Sulfúrico.

Semana 13 y 14: Análisis de control de procesos

- ✓ Entrenamiento en análisis de servicios industriales:
 - .- Conductividad.
 - .- pH.
 - .- Sólidos totales disueltos.
 - .- Sílice de bajo, medio y alto rango (colorimétrico).
 - .- Sodio.
 - .- Materia Orgánica.
 - .- Análisis especiales (CO₂, amoníaco, cloruros, dureza total y cálcica).
- ✓ Actividad especial: Estudio de un método para determinación de Acido Nítrico en Acido Sulfúrico.
- ✓ Actividad especial: Gestión de riesgos y seguridad industrial en el almacén del Laboratorio Central de Pequiven.

3.2.3 Descripción de las actividades desarrolladas por el pasante.

3.2.3.1 Entrenamiento en análisis de acido sulfúrico:

- ✓ Turbidez en Acido Sulfúrico (Nefelométrico).

.- ALCANCE Y APLICACIÓN

Este método describe la determinación de turbidez en ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado, en un rango de 0.9 a 900 unidades nefelométricas de turbidez (NTU).

.- FUNDAMENTO

El método se basa en la medida empírica obtenida al comparar la intensidad de la luz esparcida por la muestra bajo condiciones definidas, con la cantidad de luz esparcida por un patrón de referencia de turbidez conocida.

El haz de luz llega a la muestra con un ángulo de 90 grados ó 90 y 270 grados.

.- INTERFERENCIAS

La presencia de residuos flotantes y sedimentos ocasionarán bajos resultados de turbidez.

Finas burbujas de aire divididas producen una interferencia positiva en el análisis.

Roturas, marcas de dedos o suciedad, sobre las paredes de la celda, provocan lecturas erróneas. Las celdas deben estar escrupulosamente limpias por dentro y por fuera.

Materias disueltas que impartan color, causan serios errores en las lecturas nefelométricas, a menos que el instrumento tenga mecanismo de compensación.

.- MATERIALES Y EQUIPOS

Turbidímetro Hach 2100 o equivalente. Existen dos tipos de instrumentos: Nefelométrico fotoeléctrico y turbidímetro de abertura calibrada.

Celda turbidimétrica.

Toallas.

.- REACTIVOS

Patrones de turbidez

Gelex Secondary 0.9 NTU Cat. 22955-01

90 NTU Cat. 2295-03

900 NTU Cat. 22955-04.

.- PROCEDIMIENTO

Siguiendo las instrucciones indicadas en el manual de operaciones, calibrar el turbidímetro con el patrón apropiado.

Cuidadosamente, agitar la muestra y esperar a que las burbujas de aire se dispersen.

Llenar la celda turbidimétrica con la muestra, limpiar bien las paredes de la misma, colocarla en el instrumento y anotar la lectura de turbidez.

.- CALCULOS

Reportar directamente la turbidez medida en la sección 6.3.

.- PRECISION

No hay datos estadísticos hasta la fecha.

✓ Concentración de Acido Sulfúrico y Óleum (Volumétrico).

.- ALCANCE Y APLICACION

Este método contempla la determinación de la concentración de los ácidos clorhídrico (HCl), sulfúrico (H₂SO₄) y óleum.

.- FUNDAMENTO

El ensayo consiste en la titulación de una porción de muestra con una solución normalizada de hidróxido de sodio, en presencia de indicador de Cohen.

.- INTERFERENCIAS

La presencia de otras sustancias ácidas produce una interferencia positiva en el análisis.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Ampolla de vidrio de cuello estrangulado, de paredes de aproximadamente 0,5 mm de espesor, de 5 a 10 ml de capacidad, que tenga un capilar de aproximadamente 50 mm de longitud.

Bureta, precisión de 0,05 ml.

Matraz cónico, de vidrio reforzado, de 500 ml de capacidad con tapón de vidrio esmerilado o tapón de goma.

Balanza analítica.

Pinza de madera o aluminio.

Mechero Bunsen.

Agitador magnético y barra imantada.

.- REACTIVOS

Agua destilada neutra o agua de una pureza equivalente.

Solución normalizada de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 N.

Indicador de Cohen. Se disuelven 0,5 g de azul de bromotimol y 0,5 g de púrpura de bromocresol en 400 ml de alcohol etílico y se agrega agua destilada hasta completar 1 litro.

.- PROCEDIMIENTO

Mezclar cuidadosamente la muestra agitando el recipiente. Si el ácido está parcialmente cristalizado, calentar suavemente el recipiente hasta que se disuelvan los cristales, y agitar de nuevo.

Calentar suavemente a la llama el bulbo de la ampolla de vidrio, la cual debe haber sido pesada con una precisión de 0,1 mg.

Sumergir el extremo capilar de la ampolla en la muestra, dejar entrar suficiente ácido de 0,4 a 0,6 gramos. Retirar la ampolla y limpiar cuidadosamente el capilar con papel absorbente. Sellar el capilar a la llama teniendo cuidado de que no haya pérdida de vidrio, dejar enfriar. Lavar el capilar y secar cuidadosamente con papel absorbente.

Pesar la ampolla con una precisión de 0,1 mg. Anotar el peso obtenido. Introducir cuidadosamente la ampolla dentro de un matraz cónico de 500 ml que contenga 300 ml de agua destilada fría. Tapar el matraz y agitar hasta romper la ampolla; enfriar el matraz durante esta operación, en un baño de agua helada para absorber los vapores, agitar eventualmente.

Remueve el tapón y lavarlo cuidadosamente con agua, colectando el agua de lavado en el mismo matraz. Haciendo uso de una varilla de vidrio, triturar los fragmentos de la ampolla y en particular del capilar, el cual puede haber permanecido intacto a pesar de la agitación. Retirar la varilla de vidrio y lavar con agua, colectando el agua de lavado en el matraz.

Añadir dos gotas del indicador de Cohen, introducir una barra imantada y titular con la solución de hidróxido de sodio hasta el punto final. de amarillo a azul grisáceo.

.- CALCULOS

Determinar la concentración de la muestra expresada como porcentaje en masa del ácido, mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Concentración \% (p/p)} = \frac{N \times V \times S \times 100}{M \times 1000}$$

Donde:

- N = Normalidad solución de hidróxido de sodio. eq/l
- V = Volumen de hidróxido de sodio en la titulación, ml.
- M = Peso de la muestra ,g.
- S = Equivalentes/gramo de la sustancia sometida a ensayo.
49 eq/g H₂SO₄, oleum, 36,25 eq/g HCl

.- PRECISIÓN

La diferencia entre dos resultados obtenidos por un mismo analista no debe ser mayor de 0.02 unidades de concentración.

- ✓ Hierro por absorción atómica (en H₂SO₄)

.- FUNDAMENTO

La muestra es aspirada y atomizada en una llama. Un haz de luz proveniente de una lámpara de cátodo hueco, del elemento a ser analizado, es dirigido a través de la llama hasta un monocromador y luego a un detector que mide la cantidad de luz absorbida, la cual depende de la presencia de átomos libres en estado fundamental en la llama. Debido a que la longitud de onda del haz de luz, es característica exclusiva del metal que se

analiza, la cantidad de luz luminosa absorbida es una medida de la concentración de ese metal en la muestra.

.- INTERFERENCIAS

La mayoría de las interferencias encontradas en la determinación de hierro por absorción atómica, son ocasionadas por las diferencias de matriz, viscosidad y densidad, entre los patrones y las muestras. Debido a esto es recomendable preparar patrones en una matriz similar a la de la muestra, en concentraciones también similares.

Las interferencias producidas por otros metales son totalmente eliminadas, usando una llama de óxido nitroso-acetileno. En lo posible, los patrones deberán tener una composición similar a la de las muestras y serán tratados siguiendo el mismo procedimiento aplicado a éstas.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Espectrofotómetro de absorción atómica

Lámpara de hierro de cátodo hueco o lámpara multielemento de cátodo hueco.

Balanza analítica (apreciación (0,1 mg).

Pipetas volumétricas 1, 2, 4 y 5 ml

Balones volumétricos, 100 ml.

Manta de calentamiento (100 - 200 °C)

Beakers, 250 ml.

Papel de filtro whatman # 45 (0,45 (m) ó equivalente sin cenizas, resistente al lavado ácido.

Embudo de vidrio, 250 ml de capacidad.

Campana extractora de gases.

.- REACTIVOS

Ácido clorhídrico concentrado.

Ácido nítrico concentrado.

Ácido nítrico (1+499): Un volumen de HNO₃ concentrado a 499 volúmenes de agua.

Solución patrón de hierro (1000 mg/L):

Disolver 1,0000 gr de hierro puro pulverizado en 100 ml de HCl 1:1 y calentar hasta que la disolución sea total. Enfriar y diluir exactamente a un litro con agua destilada. Un ml de esta solución equivale a 1 mg de hierro.

Solución de trabajo de hierro (100 mg/L):

Medir cuantitativamente 10 ml de la solución patrón de hierro (1000 mg/L) y transferirlos a un balón volumétrico de 100 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada. Un ml de esta solución equivale a 0.1 mg de hierro.

Oxidante: Aire, filtrado para remover aceite, agua y otras sustancias extrañas.

Combustible: Acetileno, estándar, comercialmente evaluable como combustible. La acetona siempre está presente en los cilindros de acetileno y puede afectar los resultados. El cilindro debe ser reemplazado a 50 psi/g (345 kPa).

Patrones de calibración.

Preparar 100 ml de un blanco y una serie de patrones para cubrir un rango de 0 a 5 mg/L de hierro, haciendo diluciones apropiadas de la solución de trabajo (100 mg Fe/l). Aforar con HNO₃ (1+499).

.- PROCEDIMIENTO

Establecer los parámetros instrumentales señalados a continuación. Seguir las instrucciones indicadas en el manual de operación del instrumento.

Lámpara de Fe de cátodo hueco, corriente: 5 mA.

Longitud de onda: 248,3 nm

Tipo de llama: oxidante

Calibración:

Medir absorbancia de los patrones de 0.0 a 5.0 mg/l (ver 5.8) bajo las condiciones dadas.

Construir la gráfica "Absorbancia Vs. Concentración de Fe (mg/l)" en papel milimetrado.

Nota: La curva de calibración debe ser elaborada cada vez que se realice el análisis.

Alternativamente algunos instrumentos de absorción atómica pueden ser calibrados para obtener lecturas directas, expresadas en unidades de concentración.

Análisis de muestras:

Hierro total:

Medir 100 ml de muestra bien mezclada, adicionar 5ml de HCl concentrado.

Calentar en un baño de vapor a plancha dentro de una campana extractora, hasta reducir el volumen de 15 a 20 ml, asegurar que la muestra no hierva.

Enfriar y filtrar la muestra, recogiendo el filtrado en un balón de 100 ml, lavar el papel de filtro de dos a tres veces con agua y ajustar el volumen.

Aspirar cada muestra filtrada y acidificada y determinar contra el blanco su absorbancia o concentración. Aspirar HNO₃ (1+499) entre cada muestra.

Alternativamente para muestras de ácidos, pesar una porción de muestra que contenga entre 0.01 y 0,5 mg de hierro, trasvasar a un balón de 100 ml, enfriar y proceder según la técnica de medición.

Hierro disuelto.

Medir 100 ml de muestra

.- CALCULOS

Determinar la concentración de hierro en la muestra mediante la siguiente ecuación:

Para muestras líquidas medidas en volumen.

$$Fe (mg/l) = \frac{(A - B) \times Vf \times Vd}{Vm \times Va}$$

Para muestra líquidas pesadas

$$Fe (ppm) = \frac{(A - B) \times Vf \times Vd}{M \times Va}$$

Donde

A = Concentración de hierro obtenidos en la muestra, mg/l

B = Concentración de hierro en el blanco, mg/l

Vf = Volumen de aforo de la muestra, ml.

Vd = Volumen de dilución, ml

Va = Volumen de alícuota, ml

Vm = Volumen de muestra, ml

M = Peso de muestra, g

.- PRECISION

La precisión de este método entre el rango designado y para un tipo de agua escogido, puede ser expresado de la forma siguiente:

$$St = 0.050X + 0.114$$

$$So = 0.024X + 0.078$$

Donde:

St = reproducibilidad

So = repetitividad

x = concentración determinada de hierro, mg/l

✓

3.2.3.2 Entrenamiento en análisis de ácido fosfórico:

✓ Granulometría (gravimétrico).

.- ALCANCE Y APLICACIÓN

Este método describe la determinación de la distribución del tamaño de partícula en fertilizantes y otros compuestos granulados; el mismo es aplicable a muestras granuladas, cuyo tamaño de partícula es mayor de 0,15 mm.

.- FUNDAMENTO

Un peso conocido de la muestra granulada es colocado en el tamiz superior de una serie de tamices U.S. estándares. Estos son sometidos a agitación en condiciones reproducibles y por un lapso de tiempo conocido. Posteriormente se determina el peso porcentual de muestra retenida en cada tamiz.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Balanza técnica (apreciación 0,01 g).

Cepillo de cerdas metálicas.

Agitador mecánico para tamices con capacidad para seis tamices de 5.1 cm. de altura cada uno. Un recipiente de fondo de 5,0 cms. de altura y tapa de tamiz superior. El equipo debe poseer un sistema de control automático para el tiempo de agitación.

Recipiente de fondo y tapa para el tamiz superior.

Serie de tamices U.S. estándares o su equivalente (serie Tyler).

PRODUCTO	TAMICES SERIE TYLER				
Sulfato de Amonio	+6	+65	-65		
Cloruro de Potasio	+16	+20	+48	+65	-65
Sulfato de Potasio	+16	+20	+48	+65	-65
Oxido de Magnesio	+16	+20	+48	+65	-65
Sulfato de Magnesio	+16	+20	+48	+65	-65
Roca Fosfática	+65	+100	+200	-200	
Arena de Relleno	+16	+20	+48	+65	-65
Granulados NPK	+5	+16	-16		
Fosfato Diamónico (DAP)	+5	+16	-16		
Urea Agrícola	+8	+20	-20		
Urea Técnica.	+8	+16	-16		

Nota: La serie de tamices son establecidas por los requisitos para el producto o requerimientos del cliente.

.- PROCEDIMIENTO

Hacer un cuarteo mecánico (rifle) de la muestra.

Colocar los tamices seleccionados para la prueba uno sobre otro, en orden creciente, según la medida de las aberturas de los cedazos. Colocar el recipiente de fondo.

Pesar aproximadamente 100 a 200 gramos de muestra, transferirlos al tamiz superior y taparlo.

Instalar los tamices ensamblados en el agitador mecánico y someter a agitación durante 5 minutos. Si es un vibrador ajustar el control a 3.000 ciclos/minuto.

Retirar los tamices del agitador y transferir íntegramente el contenido de cada tamiz a recipientes independientes que hayan sido previamente pesados. Obtener el peso de muestra retenido en cada tamiz.

Pesar nuevamente cada recipiente y determinar el peso de muestra total sumando las porciones retenidas en cada tamiz.

.- CÁLCULOS

$$\% \text{ retenido} = \frac{Pr}{Pt} \times 100$$

Donde:

Pr = Peso de la fracción retenida en un tamiz, g.

Pt = Sumatoria de los pesos de las fracciones retenidas en cada tamiz, g.

Nota:

La variación de la sumatoria de los pesos de cada fracción de muestra retenida, no debe ser mayor de 2 gramos con respecto al peso original. En caso contrario deberá repetirse el análisis.

El tamaño de la muestra está sujeta al tamaño y distribución de partícula y al tipo de material a analizar. Como regla general el tamaño de la muestra estaría limitada en su peso, de forma tal que ningún tamiz sea sobrecargado.

.- PRECISIÓN

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe exceder de 1.0 unidad de porcentaje. En caso contrario se recomienda repetir la determinación.

✓ Humedad fosforita (gravimétrico).

.- ALCANCE Y APLICACION

Esta norma establece el método para determinar el contenido de humedad en roca fosfática.

.- FUNDAMENTO

El método se basa en determinar la pérdida de peso en una muestra al ser sometida durante cierto tiempo a condiciones específicas de temperatura y presión.

.- INTERFERENCIAS

Interfiere en el análisis, cualquier otra sustancia que se desprenda junto con el agua durante el proceso de secado en estufa.

.-EQUIPOS Y MATERIALES

Balanza técnica capacidad. 5 kg.

Balanza analítica (apreciación 0.0001 g)

Bandeja metálica con tapa para pesadas de roca gruesa, capacidad de 1 a 3 kg.

Horno eléctrico con regulador de temperatura convección mecánica, 105 °C

Pesa muestras de aluminio de 5 cm de diámetro con tapa.

Desecador con un agente desecante apropiado. (Perclorato de Magnesio Anhidro Granulado)

.- PROCEDIMIENTO

Muestra de roca fosfática gruesa

Pesar de 1000 a 3000 gramos de roca gruesa en bandeja con tapa, que haya sido previamente secada a 105 °C durante 1 hora y luego pesada. Extender la muestra de forma tal que no exceda de 2 pulgadas de profundidad.

Colocar la bandeja con su contenido en un horno o estufa, con la muestra destapada, dejando inclusive la tapa dentro del horno, sometida a aire caliente a temperatura de 105 °C.

Secar durante 5 horas o a peso constante. Si el horno no es del tipo convección mecánica el secado es de 10 horas. Tapar, enfriar a temperatura ambiente y pesar inmediatamente.

Esta determinación es usada para calcular el tonelaje de roca en base cruda o natural.

Muestra de roca fina

Pesar 5 gramos de muestra en una cápsula de aluminio con tapa, que haya sido previamente secada a 105 °C durante 1 hora y luego pesada.

Colocar en la estufa el recipiente destapado con la muestra en el horno a 105 °C

durante 2 horas. Si es usado el horno de tipo convección mecánica, 1 hora es suficiente.

Colocar la cápsula con la muestra en el desecador, dejar que enfríe y pesar hasta obtener peso constante.

.- CALCULOS

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(M - B) \times 100}{M}$$

Donde:

B = Peso de muestra seca, g

M = Peso de muestra húmeda u original, g

.- PRECISION

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado no debe exceder 0.3 unidades en porcentaje de humedad.

✓ Calcio como CaO (espectrofotométrico).

.- ALCANCE Y APLICACIÓN

Este método describe la determinación de calcio en fertilizantes, roca fosfática y ácido fosfórico, en un rango directo de 1 a 4 mg/L de calcio. Concentraciones mayores pueden ser determinadas disminuyendo la cantidad de muestra o haciendo diluciones apropiadas de la misma.

.- FUNDAMENTO

Ver método de determinación de hierro en ácido sulfúrico en este mismo informe.

.-INTERFERENCIAS

El fosfato, silicio, aluminio, sulfato y titanio interfieren en la determinación, sin embargo, estas interferencias pueden ser controladas por la adición de estroncio o lantano hasta obtener concentraciones finales de 5000 y 1000 mg/L respectivamente, en las muestras, patrones y blanco.

El sodio y el potasio ocasionan un incremento en la señal que oscila entre 5 y 10%.

Cuando se usa la llama acetileno-óxido nítrico para determinar calcio, éste es parcialmente ionizado en la llama. Esta interferencia puede ser corregida añadiendo

cloruro de potasio hasta alcanzar concentraciones de 2000 a 3000 mg/L de potasio en las muestras, patrones y blanco.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Espectrofotómetro de absorción atómica.

Lámpara de calcio de cátodo hueco o lámpara multielemento.

Balanza analítica (apreciación. 0,1 mg).

Manta de calentamiento (250-350 °C).

Beakers de 250 ml.

Balones volumétricos de 100, 250 y 500 ml

Papel filtro Whatman # 45 (0,45 m).

Pipetas volumétricas de 5, 10, 20 y 25 ml.

Vidrio reloj.

.- REACTIVOS

Acido clorhídrico concentrado.

Acido nítrico concentrado.

Acido nítrico (1:4).

Solución patrón de calcio (1000 mg/L): Disolver 2,497 g de carbonato de calcio (CaCO_3) en el mínimo volumen posible de HNO_3 1:4 y añadir 20 ml de agua destilada. Diluir exactamente a 1 litro con agua destilada y mezclar bien. 1 ml de esta solución equivale a 1 mg de calcio.

Solución de trabajo de calcio (100 mg/L): Medir cuantitativamente 10,0 ml de la solución patrón de calcio (1000 mg/L) y transferirlos a un balón volumétrico de 100 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Un ml de esta solución equivale a 0,1 mg de Ca.

Solución de cloruro de potasio (19% KCl): Pesar 190,79g de KCl grado reactivo, disolver en 500 ml de agua. Transferir la solución a un balón de 1000 ml y aforar con agua. Un ml de esta solución equivale a 100 mg de K^+ .

Preparación de patrones de calibración: Preparar una serie de patrones para cubrir un rango de 0 a 4 mg/L de calcio, haciendo diluciones apropiadas de la solución de trabajo de Ca. (100 mg/L). Añadir 2000 ppm de K^+ . Partiendo de la solución de KCl 19%. En lo posible los patrones deberán tener una composición similar a la de las muestras y serán tratados siguiendo el mismo procedimiento aplicado a estas. Si la matriz de la muestra es desconocida, se recomienda efectuar la determinación siguiendo el método de adición de estándar.

.- PROCEDIMIENTO

Para establecer los parámetros instrumentales seguir las instrucciones indicadas en el manual del instrumento.

.- CALIBRACION

Medir absorbancia de los patrones a 422,7 nm y construir la gráfica de absorbancia Vs concentración de calcio (mg/L).

Nota: La curva de calibración debe ser elaborada cada vez que se realice el análisis. Alternativamente algunos instrumentos de absorción atómica, pueden ser calibrados para obtener lecturas directas expresadas en unidades de concentración.

.- ANALISIS DE MUESTRA

Pesar 1 g de muestra para NPK y ácido fosfórico o 0.4 g para roca fosfática. Trasvasar a un beaker de 250 ml. Añadir 5 ml de HN_3 conc. Y 15 ml de HCl y cubrir el beaker con vidrio de reloj.

Nota: Si la muestra es ácido fosfórico, añadir 1 g de KOH, diluir a 50 ml con agua destilada y someter a digestión hasta obtener una emulsión de aspecto lechoso, antes de añadir los ácidos clorhídrico y nítrico.

Someter a digestión (250-350 °C) hasta total desaparición de humos pardos. Enfriar y añadir 1 g de KCl.

Filtrar cuantitativamente a través de un papel filtro Whatman # 45, recogiendo el filtrado en un balón volumétrico de 250 ml. Enjuagar el beaker y el filtro tres veces con porciones de 20 ml de agua destilada y recoger el agua del enjuague en el mismo balón. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Preparar un blanco con 5 ml de HN_3 conc., 15 ml de HCl conc. (expeler los humos pardos), 1 g de KCl y diluir a 250 ml con agua destilada.

Para roca fosfática, transferir cuantitativamente 2 ml de muestra a un balón de 500 ml, adicionar 10 ml de solución de KCl. Aforar con agua.

Medir absorbancia o concentración de la muestra y del blanco a 422,7 nm y anotar los valores obtenidos.

.- CALCULOS

Determinar la concentración de calcio expresada como óxido de calcio (CaO) mediante la siguiente ecuación:

$$\text{CaO (\% peso)} = \frac{(A-B) \times V \times 1.3992}{M \times 10} \times \frac{V_d}{V_a}$$

Donde:

A = Mg/L de calcio obtenidos directamente del instrumento o mediante la curva de calibración.

B = mg/L de calcio en el blanco.

V_d = Volumen de dilución, ml.

V = Volumen de aforo, lit.

V_a = Volumen de alícuota, ml

1,3992 Factor de conversión de Ca a CaO.

M = Peso de muestra, gramos.

.- PRECISION

La precisión de este método puede ser obtenida con las siguientes ecuaciones:

$$St = 0.070 x + 0.04$$

$$So = 0.002 x + 0.04$$

Donde:

St= Reproducibilidad.

So = Repetibilidad.

x = Concentración determinada de calcio, mg/L

✓ %P₂O₅ (colorimétrico).

.- ALCANCE Y APLICACIÓN

Este método describe la determinación de fósforo total en fertilizantes, roca fosfática y ácido fosfórico en un rango de 1 a 50% en peso, expresado como porcentaje de pentóxido de fósforo (P₂O₅).

.-FUNDAMENTO

La muestra es sometida a digestión con una mezcla de HNO₃ y HCl para convertir a ortofosfato todas las formas de fósforo presentes en ella. Posteriormente una porción de la muestra digerida es tratada con una solución ácida de molibdovanadato de amonio, la cual reacciona con el fósforo formando el complejo amarillo de ácido molibdovanadofosfórico.

La intensidad del color producido es proporcional a la concentración de fósforo y la cuantificación es llevada a cabo por espectrofotometría visible a 400 nm.

.- INTERFERENCIAS

Los óxidos de nitrógeno interfieren con la reacción, por lo tanto es necesario expelerlos totalmente durante la digestión de la muestra.

Materia orgánica parcialmente descompuesta puede interferir por su color o a través de la reducción del molibdeno. Altas concentraciones de hierro y silicatos solubles interfieren causando altos resultados.

.-EQUIPOS Y MATERIALES

Espectrofotómetro UV/Visible.

Celdas de vidrio de 10 mm.

Balanza analítica (apreciación $\pm 0,1$ mg).

Plancha de calentamiento (250-350 °C).

Balones volumétricos de 100 y 250 ml.

Pipetas volumétricas de 5 ml.

Papel filtro Whatman # 42 o su equivalente.

Embudo de vidrio de 125 ml.

.- REACTIVOS

Acido clorhídrico concentrado

Acido nítrico 1:1

Solución digestora.

Mezclar 100 ml de HN03 1:1 con 25 ml de HCl concentrado.

Ácido sulfúrico concentrado

Solución ácido molibdato de amonio ($\text{Mo}_7\text{O}_{24}(\text{NH}_4)_6$).

Disolver 25 g del reactivo en 200 ml de agua destilada. Añadir cuidadosamente 42,5 ml de H_2SO_4 concentrado y diluir a 2,5 litros con agua destilada.

Solución ácida de metavanadato de amonio (VO_3NH_4).

Disolver 1 g del reactivo en 500 ml de agua. Añadir cuidadosamente 72 ml de H_2SO_4 concentrado. Diluir a 2,5 litro con agua destilada.

Solución patrón de fosfato (200 mg/l P_2O_5).

Secar 1 g de fosfato diácido de potasio (KH_2PO_4), estándar primario, en una estufa a 105 °C durante 2 horas.

Pesar 0,3835 g del reactivo seco y transferirlo a un balón volumétrico de 1000 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Un ml de esta solución equivale a 0,2 mg de P_2O_5 .

Solución de trabajo de fosfato (100 mg/l P_2O_5).

Medir cuantitativamente 25 ml de la solución patrón de fosfato (200 mg/l P_2O_5) y transferirlos a un balón volumétrico de 50 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Un ml de esta solución equivale a 0,1 mg de P_2O_5 .

.- PROCEDIMIENTO

Calibración

Medir cuantitativamente volúmenes de 0, 2, 4, 8, 12 y 16 ml de la solución de trabajo de fosfato (100 mg/l) y transferirlos a balones volumétricos de 100 ml, para preparar una serie de patrones de 0, 2, 4, 8, 12 y 16 mg/l de P_2O_5 .

Añadir a cada balón 10 ml de solución ácida de molibdato de amonio y 10 ml de solución ácida de metavanadato de amonio.

Aforar cada balón con agua destilada, tapar y mezclar fuertemente. Dejar en reposo durante 10 minutos.

Medir absorbancia de cada patrón, contra un blanco; en un espectrofotómetro a 400 nm, en celdas de 10 mm y anotar los resultados obtenidos.

Elaborar la curva de calibración "Absorbancia vs Concentración P_2O_5 (mg/l)".

Análisis de muestra

Pesar de 0.5 a 1,0 g de la muestra y transferirlo a un balón volumétrico de 500 ml.

Añadir 20 ml de la solución ácida digestora y calentar a 250-350 °C hervir durante 20 minutos.

Enfriar y diluir hasta la marca con agua destilada. Mezclar bien.

Filtrar a través de un papel de filtro Whatman # 42 o equivalente recoger el filtrado en un beaker de 250 ml limpio y seco y descartar los primeros 100 ml del filtrado.

Medir cuantitativamente del filtrado una alícuota de 5 ml o una apropiada para

contener entre 0,2 a 1,6 mg P₂O₅ . Transferirlos a un balón volumétrico de 100 ml (reservar un balón similar para preparar un blanco).

.- CALCULOS

Determinar la concentración de P₂O₅ (% peso) en la muestra mediante la siguiente ecuación:

$$\%P2O5 = \frac{A \times Vf \times Vd}{1000 \times Va \times pm} \times 100$$

Donde:

A = Lectura obtenida en la curva de calibración; mg/l

Vf= Volumen de aforo, L

Vd= Volumen de dilución,ml

Va = Volumen de alícuota; ml.

pm = peso de muestra ; g.

.- PRECISION

La precisión de este método puede ser expresada de la siguiente forma:

$$St = (0.31 a + 3.1) / S$$

$$So = (0.10 a + 0.8) / S$$

Donde:

St = reproducibilidad

So = repetibilidad

a = concentración de fósforo, mg/l

S = mililitros de muestra usados

3.2.3.3 Entrenamiento en análisis de fertilizantes granulados NPK:

- ✓ Granulometría (gravimétrico). Ver apartado granulometría del presente informe.
- ✓ Potasio como K₂O (espectrofotométrico).

.- ALCANCE Y APLICACION

Este método describe la determinación de potasio (K) en fertilizantes granulados o en polvo, en un rango de 3 a 30% expresado como porcentaje de óxido de potasio (K₂O). Concentraciones mayores pueden ser determinadas disminuyendo la cantidad de muestra tomada para el análisis o haciendo diluciones apropiadas de la misma.

.- FUNDAMENTO

Cuando una solución que contiene sales de potasio es atomizada en la llama de un gas, una luz característica de ese elemento es emitida con una intensidad proporcional a su concentración en la solución. Las mediciones de intensidad de luz emitida por el potasio contenido en la muestra, son realizadas mediante la técnica de fotometría de llama a 766.5 nm.

.- INTERFERENCIAS

La autoabsorción y/o ionización parcial del potasio produce disminución en la intensidad de la emisión de la luz; esta interferencia puede ser corregida añadiendo cloruro o nitrato de cesio hasta obtener una concentración final de 1000 mg/L de cesio en el volumen final de muestra analizada, patrones y blanco. El sulfato de litio puede ser usado en lugar del nitrato de cesio, obteniéndose el mismo efecto.

En concentraciones elevadas, el aluminio ocasiona un efecto depresivo sobre la emisión del potasio. La materia suspendida en la solución debe ser removida mediante filtración previa.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Espectrofotómetro de absorción atómica, equipado con agente oxidante (aire u oxígeno) exento de aceite, agua y otras sustancias extrañas y combustible (acetileno, libre de acetona) de pureza certificada. El cilindro deberá ser reemplazado cuando el manómetro del mismo indique 50 psig.

Balanza analítica (apreciación + 0.1 mg).

Manta de calentamiento (20-350 °C).

Beakers de vidrio de 250 ml.

Balones volumétricos de 500 ml.

Pipetas de 5, 10, 20 y 25 ml.

Papel filtro Whatman # 40 o equivalente.

.- REACTIVOS

Acido clorhídrico concentrado.

Solución patrón de potasio (KCL) (1000 mg/L)

Disolver 1,907 g de cloruro de potasio grado reactivo en 100 ml de agua destilada, que haya sido previamente secado durante dos horas a 105 °C.

Aforar a 1 litro y mezclar bien. Un (1) ml de esta solución contiene un (1) mg de potasio.

Solución de trabajo de potasio (10 mg/L).

Medir cuantitativamente 5 ml de la solución patrón de potasio (1000 mg/l) y transferirlos a un balón volumétrico de 500 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Un ml de esta solución equivale a 0.01 mg de potasio.

Solución de litio (Li₂SO₄*H₂O) (10.000 mg/L)

Disolver 95 g de sulfato de litio en 500 ml de agua y diluir a un litro.

.- PROCEDIMIENTO

Para establecer los parámetros instrumentales señalados, seguir las instrucciones indicadas en el manual de operación del instrumento.

Parámetros Instrumentales:

Longitud de onda: 766,5 nm.

Slit (ventana): 0.2

Llama tipo: oxidante.

Curva de Calibración.

A partir de la solución de trabajo 10 mg K/L, medir volúmenes apropiados y transferirlos a balones de 500 ml, para cubrir un rango de 0 a 2 mg/l de potasio.

Añadir 50 ml de la solución de litio y aforar con agua desmineralizada.

Medir emisión de las soluciones bajo las condiciones instrumentales dadas y construir una gráfica "Emisión contra Concentración de Potasio (mg/L)".

NOTA: La curva de calibración debe ser elaborada cada vez que se realice el análisis. Alternativamente algunos instrumentos de fotometría de llama pueden ser calibrados para obtener lecturas directas, expresadas en unidades de concentración.

Análisis de muestra.

Pesar 1g u otra cantidad de muestra que contenga entre 50 y 80 mg de potasio y colocarla en un beaker de vidrio de 250 ml.

Añadir 20 ml de HCl 1:1, tapar con un vidrio de reloj y someter a digestión (250-350 °C) durante 15 minutos o hasta que la muestra se disuelva totalmente.

Agregar agua destilada eventualmente para mantener un volumen de 10 a 15 ml.

Enfriar, añadir 10 ml de agua destilada y mezclar. Filtrar a través de un papel de filtro Whatman # 40, recogiendo el filtrado en un balón volumétrico de 500 ml.

Enjuagar el beaker y el filtro tres veces con porciones de 20ml de agua destilada y recoger el agua del enjuague en el mismo balón. Llevar a volumen con agua.

Medir 5,0ml del filtrado y transferirlos a otro balón volumétrico de 500 ml que contenga 50 ml de solución de litio (10.000 mg/L). Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Preparar un blanco con agua desmineralizada y solución de litio.

Medir emisión o concentración de la muestra bajo las condiciones instrumentales dadas.

.- CÁLCULOS

Determinar el contenido de potasio expresado como porcentaje de K₂O, mediante la siguiente ecuación:

$$K_2O (\% \text{ peso}) = \frac{(A-B) \times V \times V_d \times 1.2046 \times 100}{m \times V_a \times 1000}$$

Donde:

A = concentración de potasio obtenido, mg/L.

B = concentración de potasio en el blanco, mg/L.

V = Volumen de aforo muestra, L

V_d = Volumen dilución, ml

V_a = Volumen alícuota, ml

m = Peso muestra, g

1.2046 = factor conversión K a K₂O.

.-PRECISIÓN

La precisión de este método puede ser obtenida por la siguiente ecuación:

$$St = 0.09 K$$

Donde:

K = Porcentaje de K₂O determinado

St = Reproducibilidad.

- ✓ Fosforo como P_2O_5 (colorimétrico). Ver apartado calculo de $\%P_2O_5$ del presente informe
- ✓ Nitrógeno total (volumétrico).

.- ALCANCE Y APLICACION

Este método describe la determinación de Nitrógeno Total (Orgánico e Inorgánico), contenido en fertilizantes líquidos y sólidos, en un rango de 9 a 25 % peso. No es aplicable en muestras que contengan fosfatos nítricos, en cuyo caso, según bibliografía se debe añadir una solución de Morin al 1%.

.- FUNDAMENTO

El método se basa en la conversión de todas las formas de nitrógeno en sales amoniacales, mediante digestión ácida-catalizada. El amoníaco es luego liberado por tratamiento básico y absorbido en una solución de ácido bórico. El Nitrógeno es después determinado por titulación con una solución de ácido mineral fuerte previamente valorada.

.- INTERFERENCIAS

Las consideraciones más importantes son el catalizador seleccionado (de los cuales existen varios) y la temperatura de digestión. Si la temperatura es menor de 360 °C, la conversión del nitrógeno es lenta o incompleta y si es mayor de 410 °C se pierde NH_3 proveniente de la mezcla resultante.

La muestra debe ser finamente molida o macerada para asegurar la completa oxidación de la materia orgánica. Algunos tipos de muestras son más fáciles de digerir que otras, igualmente la espuma formada por algunas muestras interfieren variando el tiempo de digestión y facilidades de manipulación. En estos casos se recomienda el uso de antiespumantes.

En el catalizador se adiciona Na_2SO_4 para alcanzar la temperatura de ebullición del H_2SO_4 , pudiendo usar también K_2SO_4 .

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Balanza analítica (apreciación ± 0.1 mg).

Unidad de digestión y destilación Tecator o sistema Kjeldahl.

Tubos Tecator de 300 ml o balones Kjeldahl de 800 ml.

Erlenmeyer de 500 ml.

Bureta automática de 25 ml (apreciación ± 0.05 ml).

Cilindros graduados de 25, 50 y 100 ml.

Perlas de vidrio o alundrum (8 x 14 mesh) o granallas de zinc.

.- REACTIVOS

Aleación de Raney 50% Ni-50% Al

Reactivos: Riedel-de Haen 14924 ó Merck 806749 “Aleación de Níquel-Aluminio”.

Sulfato de Potasio (K_2SO_4), grado reactivo libre de Nitrógeno.

Solución indicadora Rojo de Metilo-Azul de Metileno ó Rojo de Metilo.

Solución de Acido clorhídrico (ò ácido sulfúrico), HCl 0.5 N.

Solución Hidróxido de sodio (NaOH) 0.24 N.

Solución de Hidróxido de Sodio, NaOH 50 %.

Acido Sulfúrico, H_2SO_4 1:1.

Antiespumante: Tributil citrato o parafina.

Solución de Acido Bórico. H_3BO_3 2%.

.- PROCEDIMIENTO

Pesar entre 0.2 y 2.0 gramos de muestra. Transferir la muestra a un tubo tecator (ó balón Kjeldahl), añadir 2.0g de aleación de Raney, 10g de K_2SO_4 , 3 gotas de antiespumante (sí es necesario) y 12 ml de Acido Sulfúrico concentrado. (Adicionar 0.5 ml de ácido sulfúrico concentrado por cada 0.1 gramo de materia orgánica en exceso para un tope de 0.6 g). cuando use balón añadir 50 ml de agua destilada, 30 g K_2SO_4 y 60 ml de H_2SO_4 1:1.

Agitar para mezclar y someter a digestión hasta la aparición de vapores blancos de ácido sulfúrico. Continuar el calentamiento durante 30 minutos. La digestión es

ahora completa para muestras que contengan nitratos, urea y sales amoniacales.

Para otros tipos de muestras aplicar calentamiento por otros 30 minutos.

Remover el tubo (balón) de la unidad de digestión y enfriar durante 8 o 10 minutos, agitar el envase para evitar solidificación de la muestra. Añadir 100 ml de agua destilada. (300 a 350 ml balón) para disolver las sales y enfriar a temperatura ambiente.

En una fiola de 500 ml añadir 40 ml de ácido sulfúrico 0.5 N, añadir 5 gotas del indicador mezcla y colocar el frasco en la sección de recolección de la unidad de destilación. Verificar que la punta de recolección esté completamente sumergida en el ácido.

Colocar el tubo (o balón) en la unidad de destilación y añadir lentamente 30 ml de NaOH al 50 %. Para el balón adicionar 2 g de granallas de zinc.

Destilar 250 ml del contenido del tubo (balón). Desconectar la unidad de destilación y retirar el Erlenmeyer lavando simultáneamente con agua destilada el tubo de salida.

Titular con solución de NaOH 0,24 N; hasta el punto final violeta grisáceo del indicador mezcla. Hacer una determinación en blanco.

NOTA: Se ha observado que el destilado también puede ser recogido en 100 ml de una solución de ácido bórico al 2% y titular luego con una solución de ácido clorhídrico 0.5 N; (seguir indicaciones en el método cambiando las soluciones nombradas) en este caso se aplican los cálculos dados en la sección B de cálculos.

.- CALCULOS

A.-Determinar el contenido de Nitrógeno Total, mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ N Total} = \frac{\{(V1 * N1 - V2 * N2) - (Va * N1 - Vb * N2)\} * 1.4}{G}$$

B.- Determinar el contenido de Nitrógeno total, mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ N Total} = \frac{(V1 - Va) * N1 * 1.4}{G}$$

Donde:

V1 = Volumen de ácido, ml.

- N1 = Normalidad del ácido, eq/L
- V2 = Volumen de álcali, ml
- N2 = Normalidad del álcali, eq/L
- Vb = Volumen de álcali en blanco, ml
- Va = Volumen de ácido en blanco, ml
- G = Peso de muestra, g.

.- PRECISION

Datos obtenidos sobre muestras analizadas en el Laboratorio Central, Morón. Para un 95% de confianza:

% N	Reproducibilidad
10 ± 0,121	10 ± 0,267
12 ± 0,235	12 ± 0,172
15 ± 0,227	15 ± 0,154

3.2.3.4 Entrenamiento en análisis de urea perlada y granulada:

- ✓ Granulometría (gravimétrico). Ver apartado de Granulometría del presente informe.
- ✓ Formaldehído (volumétrico).

.- ALCANCE Y APLICACIÓN

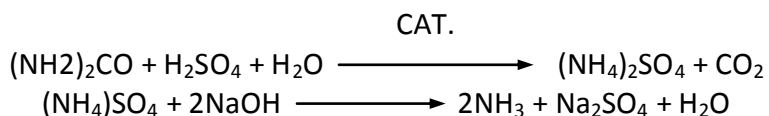
Este método describe la determinación de urea en resinas urea-formaldehído, en un rango de concentración de 10-60% peso. Es una adaptación del método clásico de determinación de nitrógeno total Kjeldahl.

.- FUNDAMENTO

El nitrógeno orgánico del compuesto formo-ureico es convertido en nitrógeno amoniacal por digestión con ácido sulfúrico, en presencia de un catalizador a base de sulfato de potasio y selenio.

El amoniaco es luego destilado de la solución alcalina, absorbido en ácido bórico y titulado con ácido clorhídrico de normalidad conocida.

Reacciones:



.- INTERFERENCIAS

La presencia de amoniaco en la muestra y la de cualquier otro compuesto nitrogenado de naturaleza orgánica/inorgánica, interfieren positivamente en la determinación.

.- MATERIALES Y EQUIPOS

Sistema tecator de destilación Kjeldahl o su equivalente.

Balanza analítica (apreciación ± 0.05 ml).

Bureta automática de 25 ml (apreciación ± 0.05 ml).

Tubos de digestión Tecator o balones Kjeldahl 800 ml.

Erlenmeyers de 500 ml.

.- REACTIVOS

Acido clorhídrico 0.5 N.

Acido sulfúrico concentrado (g.e. 1,84).

Acido bórico 1 N.

Catalizador de sulfato de potasio-selenio (3.5 g K_2SO_4 y 3.5 mg Se).

Solución de hidróxido de sódio 50% peso.

Indicador mixto: rojo de metilo-azul de metileno

Disolver 1.250 g de rojo de metilo y 0.825 g de azul de metileno en 500 ml de alcohol etílico 95%. Transferir a un balón volumétrico de 1 litro y aforar con alcohol etílico.

.- PROCEDIMIENTO

Pesar una cantidad de la resina, de acuerdo al contenido estimado de urea, según se indica en la tabla siguiente:

Contenido estimado de urea (% peso)	Gramos de muestra para el análisis
10 - 18	2.0
18 - 36	1.0
37 - 60	0.5

Transferir cuantitativamente a un tubo digestor o balón Kjeldahl, adicionar una tableta del catalizador y 10 ml de H_2SO_4 concentrado.

Someter a digestión (230°) durante 30 minutos. Enfriar a temperatura ambiente y añadir cuidadosamente 30 ml de agua destilada.

Colocar en el sistema de destilación un erlenmeyer de 500 ml, que contenga 100 ml

de ácido bórico 1 N para la recolección del destilado. Instalar el tubo de digestión en el sistema de destilación y añadir cuidadosamente 30 ml de agua destilada.

Destilar hasta recoger un volumen de 150 ml de destilado (250 ml en el erlenmeyer).

Titular esta solución con ácido clorhídrico 0.5 N, usando como indicador la mezcla de rojo de metilo-azul de metileno hasta un viraje de verde a gris. Anotar los mililitros de ácido consumidos.

.- CÁLCULOS

$$\% \text{ peso úrea} = \frac{\text{ml} \times \text{N} \times 0.03}{\text{peso de muestra}} \times 100$$

donde:

ml = mililitros de ácido clorhídrico consumidos.

N = normalidad del ácido

0.030=miliequivalentes de urea.

.- PRECISIÓN

Los resultados obtenidos por un mismo analista no deben sobrepasar al 1% de error.

- ✓ Nitrógeno total (volumétrico). Ver apartado de %N total del presente informe.

3.2.3.5 Entrenamiento en análisis de servicios industriales:

- ✓ Conductividad.

La conductividad eléctrica es la expresión numérica de la capacidad de una solución acuosa para conducir una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones, su concentración total, movilidad, valencia y de la temperatura de dicha solución.

.- INTERFERENCIAS

La exposición de la muestra a la atmósfera podría causar cambios en la conductividad/resistividad, bien por pérdidas o por ganancias de gases disueltos. Esto es extremadamente importante en el caso de aguas con baja concentración de materiales ionizados disueltos. El dióxido de carbono, normalmente presente en el aire, puede cambiar drásticamente la conductividad/resistividad de aguas puras. El contacto con el aire puede ser evitado, usando flujo directo o celdas en líneas. Es recomendable el uso de este material para muestras con conductividades menores de 10 S/cm y resistividades mayores de 100000 Ohm/cm.

.- MATERIALES Y EQUIPOS

Conductímetro Radiometer CDM3 o equivalente, provisto de compensador de temperatura, para efectuar mediciones directas de conductividad eléctrica en unidades de mhos/cm. Alternativamente puede usarse un conductímetro que solo mida conductancia eléctrica (μmhos).

Celda de conductividad del tipo inmersión. Longitud: 1,00 cm \pm 10 % o 0,316 \pm 10 %, calibrada en divisiones de 0.5%.

Termómetro: rango 0 -100 \pm 0.1 $^{\circ}$ C

Beaker de 250 ml.

.- REACTIVOS

Agua desmineralizada con una conductividad menor 1,0 μ mhos/cm. Esto puede obtenerse haciendo pasar el agua a través de un desionizador de lecho mezclado.

Solución patrón de cloruro de potasio (KCl) 0.01 M. Pesar exactamente 0,7456 g de KCl anhidro grado reactivo, que haya sido previamente secado a 105 $^{\circ}$ C durante una hora. Transferir cuantitativamente a un balón volumétrico de 1000 ml. Disolver y aforar con agua desmineralizada, cuya temperatura ha sido previamente ajustada a 25 $^{\circ}$ C. Guardar en una botella de vidrio bien tapada.

Esta solución tiene una conductividad de 1412 μ mhos/cm. Satisfactoria para la mayoría de las muestras cuando la celda tiene una constante entre 1 y 2 cm^{-1}

PROCEDIMIENTO

Determinación de la constante de la celda

Calibrar el cero mecánico en la escala del conductímetro, siguiendo el procedimiento descrito en el manual de operación respectivo.

Enjuagar la celda seleccionada (1,00 ó 0,316 cm) con varias porciones de agua desmineralizada, luego enjuagarla dos o tres veces con la solución patrón de KCl 0.01 M, ajustada a una temperatura de 25 $^{\circ}$ C. \pm 0.1 $^{\circ}$ C.

Colocar 200 ml de solución de KCl 0.01 M en un beaker limpio y seco, medir la resistencia de esta solución y anotar la temperatura. Determinar la constante de la celda en la forma siguiente:

$$C(\text{cm}^{-1}) = (0,001412)(R_m)[1 + 0.019(t - 25)]$$

Donde:

R_m = Resistencia medida del KCl, ohms

t = Temperatura observada, $^{\circ}$ C

Medida de conductividad:

Lavar la celda con una o más porciones de muestra. Ajustar la temperatura a 25 $^{\circ}$ C en la porción final. Medir la resistencia en la muestra o la conductividad y anotar junto a la temperatura

Cálculos

Cuando en la muestra se mide resistencia, la conductividad a 25 $^{\circ}$ C es:

$$K = \frac{(1000000) (C)}{Rm[1 + 0.019(t + 25)]}$$

Donde:

K= Conductividad, $\mu\text{mhos/cm}$

C= Constante de la celda, cm^{-1}

t= Temperatura de medición, $^{\circ}\text{C}$

Rm= resistencia medida de la muestra, ohms

Cuando el valor medido en la muestra es conductividad, el cálculo de la misma a 25°C es:

$$K = \frac{(Km(1000000) (C))}{1 + 0.019(t - 25)}$$

Donde:

Km = conductividad de la muestra, μmhos

Si la lectura es obtenida en microohms por centímetro, borrar el factor de 1000000 en el numerador.

Para instrumentos que dan el valor en unidades del Sistema Internacional (SI),

$$1 \text{ mS/cm} = 10 \mu\text{mhos/cm}$$

$$1 \mu\text{mhos/cm} = 0.1 \text{ mS/cm}$$

✓ pH.

El pH es definido como el logaritmo del inverso de la concentración de iones hidronio y constituye un indicativo de la tendencia ácida o alcalina.

$$\text{pH} = -\log [H_3O^+]$$

.- INTERFERENCIAS

Los electrodos de vidrio están relativamente libre de interferencias, provenientes de color, turbidez, materia coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto para un error de sodio a $\text{pH} > 10$. Este error puede ser reducido mediante el uso de electrodos especiales de "error de sodio bajo".

Las medidas de pH son afectadas por la temperatura en dos formas: efectos mecánicos que son causados por cambios en las propiedades de los electrodos y efectos químicos causados por los cambios de equilibrio. En el primer caso la pendiente Nerst aumenta con el incremento de la temperatura y los electrodos toman tiempo para alcanzar el equilibrio térmico. Debido a que el equilibrio químico afecta el pH, los buffers estándar tienen un pH específico a una temperatura dada. Se recomienda especificar la temperatura al cual el pH ha sido medido.

.- MATERIALES Y EQUIPOS

Potenciómetro con electrodos de calomel y vidrio o un electrodo combinado, provisto de compensador de temperatura.

Beakers de 100 ml.

Termómetro: rango 0 -100 °C.

.- REACTIVOS

Soluciones buffers de pH 4, 7 y 10. Mantenerlas bien cerradas y reemplazar después de 1 mes de uso, o al observar cualquier cambio en la solución

Agua desmineralizada.

.- PROCEDIMIENTO

Calibración del instrumento:

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante del pH metro y la preparación de los electrodos. Las soluciones recomendadas para los electrodos durante corto tiempo de almacenaje, varía con el tipo de electrodos y fabricantes, pero generalmente tienen una conductividad mayor de 4000 $\mu\text{mhos/cm}$.

En forma general después de preparado el equipo, usar las soluciones buffers de pH 7 y buffers pobres.

.- CALCULOS:

No aplica.

✓ Sólidos totales disueltos.

El contenido de sólidos totales disueltos de una muestra de agua, puede ser identificado con cierta precisión, a partir de su conductividad eléctrica. La conductividad es medida a la muestra en unidades de $\mu\text{mhos/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) y este valor es multiplicado por un factor de conversión específico para obtener la cantidad de sólidos totales disueltos en la misma.

Muestras tales como aguas de calderas deber ser neutralizadas antes de efectuar la medida, para evitar el exceso de conductividad producido por el ion hidróxilo (OH^-) y las sales alcalinas.

.- INTERFERENCIAS

Conductividad excesiva generada por el ion OH^- y las sales alcalinas puede ser eliminada añadiendo ácido gálico a la muestra hasta obtener un pH de $8,2 \pm 0,1$.

Gases disueltos como NH_3 y CO_2 en aguas desmineralizadas y condensados, interfieren en la medida.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Conductímetro Radiometer CDM3 o su equivalente, provisto de compensador de temperatura, para efectuar mediciones directas de conductividad eléctrica en $\mu\text{mhos/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$).

Alternativamente puede usarse un conductímetro para medir conductancia eléctrica (mhos).

Celda de conductividad del tipo “inmersión”, longitud: 1.00 cm + 10% o 0,316 cm + 10%, calibrada en divisiones de 5%.

Termómetro (0 - 100°C).

Beaker de 250 ml.

.- REACTIVOS

Agua desmineralizada (con una conductividad menor de 0,8 $\mu\text{S}/\text{cm}$).

Solución de ácido gálico ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$) al 2%: Disolver 1 g de ácido gálico grado reactivo en 50 ml de alcohol isopropílico.

.- PROCEDIMIENTO

Nota: el siguiente procedimiento es el indicado cuando se dispone de un conductímetro Radiometer CDM3, provisto de compensador de temperatura o su equivalente.

Calibración:

Calibrar el instrumento de acuerdo al manual de operación respectivo.

Análisis de muestras:

Realizar una medida previa de pH y conductividad a la muestra. Si el pH es mayor de 8,2 y la conductividad es mayor de 50 $\mu\text{mhos}/\text{cm}$, añadir solución de ácido gálico al 2% hasta obtener un pH de $8,2 \pm 0,1$.

Lavar la celda de conductividad con varias porciones de agua desmineralizada.

En un beaker de 250 ml. colocar ± 200 ml de la muestra ajustada a 25°C y sumergir en ella la celda. Esperar que la lectura en la escala se estabilice y anotar el valor observado.

Realizar dos o tres medidas adicionales sobre nuevas porciones de la muestra, o hasta obtener un valor constante de conductividad eléctrica y anotar.

.- CALCULOS

Determinar el contenido de sólidos totales disueltos en la muestra aplicando el factor de conversión correspondiente a la conductividad medida y al tipo de agua analizada.

<u>Tipo de agua</u>	<u>Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)</u>	<u>Multiplicar por</u>
Agua de calderas (neutralizada con ácido gálico).	4.000 a 10.000	0.82
	1.000 a 4.000	
	< 1.000	
Aguas crudas, pasivadas y de enfriamiento.	> 1.000	0.85
	400 a 1.000	0.75

	< 400	0.70
Agua desmineralizada y condensados libres de NH ₃ y CO ₂	0 a 50	0.65

Notas sobre el método:

Muestras de condensados y agua desmineralizada deben ser analizadas inmediatamente después del muestreo, para disminuir riesgos de contaminación.

Es conveniente realizar la medida de conductividad a temperaturas cercanas a la ambiental, aun cuando el instrumento usado esté provisto de un compensador de temperatura. Para conductividades menores de 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$, es recomendable mantener la temperatura de la muestra lo más cercano posible a 25°C.

Cantidades excesivas de ácido gálico afectan los resultados.

Los factores de conversión usados para calcular los sólidos totales disueltos a partir de la conductividad varían con la concentración y tipo de sólidos disueltos en el agua; de allí la discriminación de los factores mostrados en la tabla de la sección 7. Un factor menor es requerido para soluciones diluidas debido a que la conductancia específica es mayor para este tipo de muestras. El ión bicarbonato tiene una conductancia específica menor que la de los iones cloruro y sulfato. Debido a esto, el factor de conversión usado para aguas crudas es mayor que el usado para aguas de calderas, aun cuando ambas tengan la misma conductividad.

.- PRECISION

Los resultados obtenidos no deben diferir más de 1% de conductividad.

✓ Sílice de bajo, medio y alto rango (colorimétrico).

Este análisis es aplicable en aguas salinas y de superficie, potables de uso doméstico y de desechos industriales. El rango de trabajo es de 2 a 25 mg/L de sílice. Determinaciones en rangos superiores pueden efectuarse haciendo las diluciones apropiadas. Las concentraciones en un rango inferior (0.01-1 ppm SiO₂) pueden ser determinadas mediante la adición de solución reductora 1amino -2naftol -4sulfónico.

.- INTERFERENCIAS

Los fosfatos reaccionan con heptamolibdato de amonio para dar ácido fosfomolibdato, análogo al b-silicomolibdico. Estos pueden ser destruidos selectivamente, mediante la adición de ácido oxálico.

Interferencias por color excesivo y turbidez de la muestra pueden ser eliminadas preparando un blanco por cada corrida sin la adición de heptamolibdato de amonio.

Grandes cantidades de hierro y sulfuros interfieren con el análisis.

Debe minimizarse todo contacto con vidrio. En lo posible se deberán utilizar reactivos libres de sílice.

.- MATERIALES Y EQUIPOS

Espectrofotómetro UV/Visible para usar a 410-650 y 815 nm.

Balones volumétricos de polietileno de 100 ml.

Cilindros graduados de polietileno de 50 ml.

Dispensadores automáticos de 2 y 3 ml.

Filtro membrana de 0.45 μm .

Capsula de platino de 100 ml.

.- REACTIVOS

Solución ácida de heptamolibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$: Pese 68 g de molibdato de amonio y transfiera a un beaker de 1000 ml, añada 500 ml de agua destilada, agite y si es necesario; caliente suavemente hasta disolución completa del reactivo. Añada cuidadosamente 168 ml de HCl concentrado, mezclar, enfriar y llevar a 1000 ml con agua. Almacenar en botella de polietileno.

Solución 10% ácido oxálico $(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)$: Pese 100 g de ácido oxálico y transfiera a un balón volumétrico de 1000 ml; disuelva el contenido en agua destilada. Afore y almacene en botella de polietileno.

Solución ácido amino-naftol-sulfónico $(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S})$: Pese 0.5 g de ácido 1amino-2naftol-4sulfónico y transfiera a un balón volumétrico de 200 ml. Añada 1 g de sulfito de sodio (Na_2SO_3) y 50 ml de agua destilada. Disuelva con calentamiento suave si es necesario. Mezcle con 150 ml de una solución al 20% de hidrosulfito de sodio (NaHSO_3) . Afore y filtre si es necesario. Transfiera esta solución a una botella oscura de polietileno, manténgase refrigerada y evite toda exposición a la luz. Renueve la solución cada dos semanas.

Solución stock de sílice 1000 ppm SiO_2 : Disuelva 4,7320 g de metasilicato de sodio nonahidratado $(\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ en 100 ml de agua destilada. Transfiera cuantitativamente a un balón volumétrico de 1000 ml. Afore con agua destilada y almacene en botella de polietileno con tapa hermética. Analice porciones de 100 ml de esta solución por gravimetría y haga los ajustes de concentración.

Solución de trabajo 100 ppm SiO_2 : Transfiera cuantitativamente 10 ml de la solución stock de sílice a un balón volumétrico de polietileno de 100 ml. Afore con agua destilada.

Acido sulfúrico concentrado

Bicarbonato de sodio libre de sílice (NaHCO_3).

.- PROCEDIMIENTO

Curva de calibración

Tabla 1: Describe el Rango, Concentración, Celda y Longitud de Onda en que se debe analizar la muestra de SiO_2 de Bajo-Medio-Alto Rango.

Rango	Concentración (ppm SiO_2)	Celda (mm)	Longitud de onda (nm)
Alto	5 a 50	10	410
Medio	0,2 a 4	10	650
Bajo	0,01 a 0,1	20	815

Preparar una serie de patrones que cubra el rango de trabajo deseado, según la tabla 1, partiendo de la solución de trabajo de 100 ppm SiO_2 . Utilice balones volumétricos de polietileno de 100 ml.

Transfiera cuantitativamente 50 ml de cada patrón a envases de polietileno de 100 ml. Prepare un blanco a partir de 50 ml de agua destilada.

Adicione en sucesión los siguientes reactivos:

3 ml del reactivo molibdato ácido, mezclar y esperar 5 minutos.

Exactamente después de 5 minutos, adicionar 2 ml de ácido oxálico mezclar bien.

Dependiendo del rango de concentración esta tonalidad puede ser intensa, media o imperceptible, según la tonalidad defina el rango de trabajo, ver nota 1.

Alto Rango: Prosiga con el espectrofotómetro, omitiendo el medio y bajo rango.

Medio y Bajo Rango: Después de la adición del oxálico, al minuto adicionar 2 ml de ácido amino-naftol-sulfónico, mezcle bien y deje reposar durante 10 minutos. No agregue amino-naftol-sulfónico al blanco.

Coloque el Espectrofotómetro en cero con el blanco preparado. Proceda a obtener la lectura de absorbancia para cada uno de los patrones. La lectura del color debe hacerse antes de transcurridos los primeros 15 minutos después de la adición del último reactivo.

Prepare una curva de calibración para cada rango, graficando absorbancia contra ppm de SiO₂ y obtenga el inverso de la pendiente.

Análisis de muestra:

Filtre aproximadamente 100 ml de la muestra a través de un filtro membrana de 0.45 μm.

Si se sospecha la presencia de SiO₂ no reactiva al molibdato y si se desea incluir en el análisis, prosiga según y cómo se indica a continuación. De otra manera Prosiga con la Adición de los Reactivos (paso ubicado en el procedimiento)

Transfiera cuantitativamente 50 ml del filtrado a una cápsula de platino. De 100 ml.

Añada 0.2 g de bicarbonato de sodio (NaHCO₃) libre de sílice y digiera en baño de maría durante una hora.

Añada suavemente y con agitación 2.5 ml de H₂SO₄ concentrado.

Obtenga los ppm de SiO₂ de la curva de calibración. En este caso los patrones usados para la curva de calibración deberán ser igualmente procesados.

Transfiera cuantitativamente 50 ml del filtrado a un envase de polietileno de 100 ml y proceda de acuerdo al paso de la Adición de Reactivos en adelante.

Nota 1: Si la intensidad del color desarrollado, después de la adición del molibdato de amonio es leve o imperceptible, la muestra se puede ubicar en un rango de concentración mediano o bajo. En caso contrario, si el color es de un amarillo intenso, este puede deberse a una alta concentración de SiO₂ y/o fosfatos en la muestra. En este caso la adición de ácido oxálico le dará una indicación del rango de concentración de SiO₂.

De manera similar se podrá diferenciar entre un contenido medio y bajo de SiO₂, según a la intensidad del color azul desarrollado después de la adición del ácido amino-naftol-sulfónico.

.- CALCULOS

$$ppm SiO_2 = A \times F \times D$$

Donde:

- A = Absorbancia de la muestra.
- F = Factor de cálculo, conc/Abs.
- D = Dilución de la muestra.

Precisión

Repetitividad: Para un 95% de confianza

Alto rango: 12.62 ± 1.13

Medio rango: 2.55 ± 0.05
Bajo rango: 0.010 ± 0.004

Reproducibilidad:

Alto rango: 96.0%
Medio rango: 95.1%
Bajo rango: 99.9%

✓ Sodio.

.-ALCANCE Y APLICACIÓN

Este método describe la determinación de sodio en aguas, en un rango directo de 0 a 2 mg/L. Concentraciones mayores pueden ser determinadas diluyendo la muestra adecuadamente.

.- FUNDAMENTO

Ver sección "Métodos de Absorción Atómica y Emisión a la Llama" para determinación de Hierro en el presente informe.

.-INTERFERENCIAS

El sodio es parcialmente ionizado por la llama aire-acetileno; esta interferencia puede ser corregida añadiendo cloruro o nitrato de litio, hasta obtener una concentración final en la muestra de 1000 mg/L de litio.

.- MATERIALES Y EQUIPOS

Fotómetro de llama o un espectrofotómetro de emisión de llama.
Pipetas volumétricas de 5, 10, 20 y 25 ml.
Balones volumétricos de 100 ml.
Papel filtro Whatman # 45 (0,45 (m).

.-REACTIVOS

Solución patrón de potasio (1000 mg/L)

Disolver 2,542 g de cloruro de sodio seco, grado reactivo, en 200 ml de agua destilada y diluir exactamente a un litro. Mezclar bien.

Solución de trabajo de sodio (10 mg Na/L): Medir cuantitativamente 5,0 ml de solución patrón de sodio (1000 mg Na/L) y transferirlos a un balón volumétrico de 500 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada y mezclar bien. Un ml de esta solución equivale a 0,01 mg de sodio.

Solución de cloruro de litio (LiCl₂) (10000 mg/L)

Disolver 56,15g LiCl₂ grado reactivo en 200 ml de agua destilada y diluir a 500 ml.

.-PARAMETROS INSTRUMENTALES

Longitud de onda: 589,6 nm
Combustible; acetileno

Oxidante: aire

.- PROCEDIMIENTO

Para establecer los parámetros instrumentales señalados en la sección previa del método, seguir las instrucciones indicadas en el manual de operación del equipo.

Calibración

Medir volúmenes de 0, 0,5, 10,0 y 20,0 ml de la solución de trabajo de Na (10 mg/L) y transferirlos a una serie de valones volumétricos de 100 ml que contengan cada uno 20 ml de solución de litio. Diluir hasta la marca con agua destilada para obtener una serie de patrones de 0, 0,5, 1,0 y 2,0 mg/L de sodio.

Mezclar bien.

Medir emisión de los patrones a 589,6 nm y construir la gráfica de emisión vs. concentración de sodio (mg/L) en papel milimetrado.

Nota: La curva de calibración debe ser elaborada cada vez que se realice el análisis. Alternativamente algunos instrumentos de fotometría de llama pueden ser calibrados para obtener lecturas directas, expresadas en unidades de concentración.

Análisis de Muestras

Medir cuantitativamente un volumen de muestra (no mayor de 80ml) que contenga entre 0,05 y 0,2 mg de sodio y transferirlos a un balón volumétrico de 100 ml. Añadir 20 ml de solución de litio y diluir hasta la marca con agua destilada.

Mezclar bien.

Medir emisión o concentración del blanco y de la muestra a 589,6 nm. Anotar los resultados obtenidos.

.- CALCULOS

Determinar el contenido de sodio en la muestra, mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Na (mg/L)} = \frac{(A - B) \times V}{m}$$

donde:

A = mg/L de Na obtenidos directamente del instrumento o mediante la curva de calibración.

B = mg/L de Na en el blanco

V = volumen de dilución de la muestra

m = volumen de muestra (ml)

.-PRECISION

Una muestra sintética conteniendo 19.9 mg/L de Na, 108 mg/L Ca, 82 mg/L Mg, 3.1 mg/L K, 241 mg/L Cl, 0.25 mg/L NO₂ N, 1.1 mg/L NO₃ N, 259 mg/L SO₄ y 42.5 mg/L de alcalinidad total fue analizada en 35 laboratorios mediante este método, con una desviación estándar relativa de 17,3% y un error relativo de 4,0%.

✓ Materia Orgánica.

.- ALCANCE Y APLICACIÓN

Este método describe la determinación del contenido de materia orgánica en aguas industriales, en un rango de 0 a 10 mg/l, expresados como cantidad de oxígeno consumido por el permanganato.

.- FUNDAMENTO

El método está basado en la reacción de oxidación en medio ácido de la materia orgánica por el permanganato de potasio, sirviendo éste a la vez como indicador. Debido a que éste es un método empírico, las condiciones experimentales deben ser uniformes para poder obtener resultados significativos.

.- INTERFERENCIAS

Oxidantes fuertes y otros compuestos fácilmente oxidables por el KMnO₄ presentes en las muestras, interfieren en el análisis.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Pipetas volumétricas de 5, 10, 20, 25 y 50 ml.

Frascos erlenmeyers de 250 ml.

Bureta de 25 ml (apreciación 0,50 ml).

Baño de maría.

.- REACTIVOS

Solución valorada de permanganato de potasio (KMnO₄) 0,0125 N

Diluir 125 ml de una solución 0,1 N de KMnO₄ a 100 ml con agua desmineralizada. Valorar esta solución diariamente con oxalato de potasio Na₂C₂O₄ y guardarla en

botella color ámbar con tapa.

Solución de ácido sulfúrico: Diluir 25 ml de H₂SO₄ concentrado en 75 ml de agua desmineralizada.

Solución decolorante de sulfito de sodio (Na₂SO₃) 0,025 N: En un beaker de 250 ml que contenga 25 ml de agua desmineralizada, disolver 1.575g de Na₂SO₃. Transferir la solución a un balón volumétrico de 100 ml y diluir hasta la marca con agua desmineralizada.

.- PROCEDIMIENTO

Si el cloro residual de la muestra excede de 0,5 mg/l, decolorarla con pequeñas porciones de la solución 0,025 N de Na₂SO₃, hasta reducir el contenido de cloro a 0,05 mg/l; no decolorarla totalmente.

Medir cuantitativamente 100 ml de la muestra, 100 ml de agua desmineralizada y transferirlos por separado a frascos erlenmeyers de 250 ml. En lo sucesivo, aplicar el mismo procedimiento al blanco y a la muestra.

Añadir 10 ml de solución de ácido sulfúrico (1 + 3) y 10 ml de solución 0,0125 N de KMnO₄ en cada erlenmeyer.

Sumergir los frascos en un baño de agua hirviente (baño de maría a 100 °C), durante exactamente 30 minutos. Asegurarse de que el nivel del líquido dentro de los frascos esté completamente sumergido en el agua hirviendo durante este período. Si el color de la muestra se aclara o desaparece, repetir el procedimiento con una porción menor de la muestra y diluirla a 100 ml con agua desmineralizada.

Inmediatamente después de retirar los frascos erlenmeyers del baño de maría, añadirle exactamente 10,00 ml de solución 0,0125 N de (NH₄)₂C₂O₄ a cada uno. No permitir que las muestras se enfríen antes de ser tituladas.

Titular las muestras aún calientes con solución 0,0125 N de KMnO₄ gota a gota y con agitación constante, hasta la aparición de un color rosado tenue. Anotar los mililitros de KMnO₄ consumidos en la titulación.

.- CÁLCULOS

Determinar el oxígeno consumido del permanganato mediante la siguiente ecuación:

$$\text{mg/l O}_2 \text{ consumido} = \frac{(A - B) \times N \times 8.000}{\text{ml de la muestra}}$$

donde:

A = mililitros de KMnO₄ consumidos en la titulación de la muestra.

B = mililitros de KMnO₄ consumidos en la titulación del blanco.

N = normalidad de la solución de KMnO₄.

Observaciones: El O₂ consumido del permanganato determinado mediante este método, es usado como base para estimar indirectamente el contenido de materia orgánica presente en la muestra, asumiendo que todo éste ha sido requerido para oxidar exclusivamente a la materia orgánica.

.- PRECISIÓN

La precisión de este método puede ser considerada igual a 0.03 ppm de oxígeno.

✓ Análisis especiales (CO₂, amoníaco, cloruros, dureza total y cálcica).

✓ Amoníaco colorimétrico.

Este método describe la determinación del contenido de amoníaco en aguas domésticas, industriales y de desecho en un rango de 0,1 a 2,0 ppm. Concentraciones mayores pueden ser determinadas diluyendo la muestra adecuadamente.

.- INTERFERENCIAS

Prácticamente la totalidad de las interferencias usualmente encontradas en muestras a las cuales se va a determinar amoníaco, pueden ser fácilmente eliminadas destilando el amoníaco contenido en ellas para recogerlo en una solución de ácido bórico y entonces aplicar el método Nessler. Sin embargo, turbidez y una buena parte del color presente en la muestra no destilada pueden ser eliminadas por adición de sulfato de zinc e hidróxido de sodio, los cuales actúan como floculantes.

La interferencia ocasionada por la precipitación de los iones residuales de magnesio, calcio y otros en sus respectivos hidróxidos al agregar Nessler, es eliminada mediante la adición de EDTA o de sal de rochelle.

.- EQUIPOS Y MATERIALES

Espectrofotómetro Uv/Visible.

Celdas de vidrio de 20 mm.

Pipetas volumétricas de 1, 2, 5, 10, 25, 50 y 100 ml.

Balones volumétricos de 100, 500 y 1000 ml.

Embudo de 250ml y papel de filtro Whatman # 42 o su equivalente.

Frasco Erlenmeyer de 250ml con tapa de goma o vidrio esmerilado.

.- REACTIVOS

Reactivo de Nessler:

Precaución: Este reactivo es tóxico y debe evitarse su ingestión o su contacto directo con la piel u otras mucosas.

Disolver 100 g de HgI_2 y 70 g de KI en un beaker de 250 ml que contenga 50 ml de agua destilada; verter esta mezcla lentamente y con agitación constante en una solución fría de 160 g de NaOH en 500 ml de agua contenida en un beaker de 1 litro. Transferir a un balón volumétrico de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada. Almacenar esta solución en una botella de vidrio de boro-silicato, con tapa de goma, fuera del alcance de la luz del sol. La solución debidamente usada y protegida puede mantenerse estable durante un año o más, a las condiciones normales del laboratorio. Verificar que el reactivo no forme precipitado con pequeñas porciones de amoníaco, luego de dos horas de haber sido adicionado.

Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 6 N: Disolver 240 g de NaOH en un beaker de 1 litro que contenga 500 ml de agua. Diluir a un litro con agua destilada.

Solución de sulfato de zinc (ZnSO_4) al 10%: Disolver 100g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en un beaker de 1 litro que contenga 200ml de agua. Diluir a un litro con agua destilada.

Solución estabilizante: Usar EDTA o sal de rochelle para prevenir la precipitación del calcio, el magnesio u otro ión con el reactivo Nessler.

Solución EDTA: Disolver 50 g de Acido Etilendiamintetracético dihidratado ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en un beaker de 250 ml que contenga 60 ml de agua y 10 g de NaOH. Calentar para disolver si es necesario. Enfriar y diluir a 100 ml con agua destilada.

Solución de sal de rochelle: Disolver 50 g de tartrato de sodio y potasio tetrahidratado ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en un beaker que contenga 30 ml de agua destilada; remover por ebullición el amoníaco usualmente presente en la sal, enfriar y diluir a 100 ml con agua destilada.

Solución patrón de amoníaco (NH_3) 1000 mg/l: Secar aprox. 5 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) anhidro grado reactivo a 100°C durante 1 hora. Pesar exactamente 3,141 g de sal y transferirlos a un balón volumétrico de 1 litro; diluir hasta la marca con agua destilada. Un ml de esta solución equivale a 1 mg de NH_3 .

Solución de trabajo (NH_3) 100 mg/l: Transferir cuantitativamente 20 ml de la solución patrón de amoníaco a un balón de 200 ml. Diluir hasta la marca con agua desmineralizada, mezclar para homogeneizar. Un ml de esta solución equivale a 0.1 mg de NH_3 .

.- PROCEDIMIENTO

Calibración

Medir cuantitativamente los volúmenes de solución de NH₃ (1 ml = 0,1 mg NH₃) que se indican a continuación, con agua destilada para obtener una serie de patrones con las siguientes concentraciones:

ml slc. trabajo NH ₃	Concentración patrón (mg/L)
100 ppm	0 (blanco)
0	0,10
1,0	0,20
2,0	0,40
4,0	0,80
8,0	1,00
10,0	1,60
16,0	2,00
20,0	2,00

Añadir a cada balón previamente aforado 2,0 ml de reactivo Nessler, tapar y agitar para mezclar. Esperar 10 minutos (no más de 20 minutos) y medir absorbancia al blanco y a los patrones, en un espectrofotómetro, a una longitud de onda visible de 425 nm, en celdas de 20 mm. Anotar los resultados y construir la gráfica "Absorbancia Vs. Concentración de NH₃ (mg/L)".

Análisis de muestras

a) Tratamiento de muestras no destiladas

Nota: El siguiente tratamiento es indicado para muestras que presenten turbidez, color y que además contengan magnesio, calcio, bario u otro catión que precipite con el reactivo Nessler.

Las muestras que no presenten estas interferencias podrán ser analizadas aplicando el procedimiento descrito a partir del paso a.4, exceptuando la adición de EDTA o la sal de rochelle.

a.1) Si es necesario, declorar la muestra con un declorante adecuado (Na₂SO₃).

a.2) Medir cuantitativamente 200 ml de la muestra y colocarlos en un erlenmeyer de 250 ml previamente secado, que contenga exactamente 1,0 ml de solución ZnSO₄ y 0,4 ml de solución de NaOH ó N. Tapar el frasco y agitar fuertemente. Dejar en reposo durante 5 minutos mientras se asienta el precipitado floculento.

a.3) Filtrar la muestra sobrenadante a través de un papel de filtro Whatman # 42 y recoger el filtrado en un beaker limpio y seco de 100 ml. Desechar los primeros 25 ml del filtrado.

Precaución: Muestras que contengan más de 10 mg/L pueden perder amoníaco durante la filtración, debido al elevado pH producido por la adición de NaOH.

a.4) Medir cuantitativamente 100 ml de la muestra y colocarlos en un balón volumétrico de 100 ml. Añadir 1 gota del reactivo EDTA o 1 gota de la sal de rochelle.

a.5) Agregar a cada balón 2,0 ml de la solución reactiva Nessler; tapar y agitar para mezclar. Esperar 10 minutos (no más de 20 minutos) y medir absorbancia al blanco y a la muestra en un espectrofotómetro, a una longitud de onda visible de 425 nm, en celdas de 20 mm. Anotar los resultados.

b) Tratamiento de muestras destiladas:

b.1) Medir 500 ml de la muestra o una porción diluida a 500 ml y colocarlos en un beaker de 1 litro, agregar 25 ml de solución buffer de borato y ajustar el pH a 9,5 con NaOH ó N usando un pH metro. Transferir rápidamente la muestra a un balón Kjeldahl de 1 litro, enjuagar el beaker con 3 porciones de agua y verter en el balón el agua de cada lavado. Destilar un mínimo de 200 ml que contenga 50 ml de solución de ácido bórico.

b.2) Transferir cuantitativamente la muestra destilada a un balón volumétrico de 500 ml y diluir hasta la marca con agua destilada.

b.3) Medir cuantitativamente un volumen de muestra no mayor de 10ml y transferirlo a un balón volumétrico de 100 ml. Aforar con agua destilada. Preparar un blanco con 100 ml de agua destilada en un balón volumétrico de 100 ml.

b.4) Agregar en cada balón 3,0 ml de la solución reactiva Nessler; tapar y agitar para mezclar. Esperar 10 minutos (no más de 20 minutos) y medir absorbancia al blanco y a la muestra en un espectrofotómetro, a una longitud de onda visible de 425 nm en celdas de 20 mm. Anotar los resultados.

Cálculos

Determinar el contenido de NH₃ (mg/L) mediante la siguiente ecuación:

$$NH_3 (mg/L) = \frac{A \times 100 \times B}{V \times C}$$

Donde:

A = concentración NH₃ determinados mediante la curva de calibración, mg/l

V = volumen de muestra, ml

B = volumen de destilado recolectado más mililitros de ácido bórico, ml.

C = volumen de destilado tomados para la Nesslerización, ml

Nota: Usar la relación B/C sólo cuando las muestras hayan sido destiladas.

.- PRECISION

La precisión de este método colorimétrico es ± 0.03 para niveles de nitrógeno amoniacal mayores de 0.50 mg/L.

CONCLUSIONES

- ✓ Se logro una eficiente y amplia implementación en cuanto a la metodología de los diversos análisis realizados durante la pasantía conjuntamente con una permanente actualización de equipos e instrumentos de trabajo; lo que permitió optimizar los servicios requeridos por las diferentes áreas operacionales del complejo y satisfacer nuevos requerimientos de análisis.

- ✓ Se pudo comprobar y evidenciar la capacidad de mejorar los parámetros de calidad en los procedimientos de análisis, mediante el estudio y desarrollo de nuevas técnicas analíticas, que contribuyan a la reducción del tiempo de realización de dichos análisis; al igual que la mejora constante en cuanto al recurso humano (analistas, pasantes, supervisores y equipo de trabajo en general), de acuerdo a la programación del proceso productivo, contribuyendo con la capacitación del personal y eficiencia oportuna de la empresa desde el Laboratorio Central para responder a tiempo a la demanda de productos y servicios solicitados a la misma.

- ✓ Se logro el estudio y aplicación eficiente de las técnicas de análisis requeridas para dar respuesta a los requerimientos y solicitudes en las secciones de control de calidad y control de procesos del laboratorio central de Pequiven.

- ✓ No se pudo alcanzar el desarrollo experimental del método para el análisis cuantitativo de Acido Nítrico en Acido Sulfúrico por carencia de reactivos, equipos y logística para los respectivos estudios estadísticos de medición y certificación del método.

- ✓ Se logro una optimización en cuanto a la gestión de riesgos y desempeño operativo de la sección del almacén del Laboratorio Central de Pequiven, a través de la correcta disposición de reactivos y cumplimiento de los parámetros internacionales de seguridad logrando así una interacción mas eficiente entre el almacén y las secciones de análisis, control operacional y de calidad e investigación y desarrollo del Laboratorio Central de Pequiven.

- ✓ Se logro contribuir de manera eficiente en la realización y optimización de las funciones del Laboratorio Central de Pequiven aumentando de forma considerable en cuanto a los parámetros de rapidez y capacidad de respuesta así como la organización y coordinación de actividades de las diversas secciones de trabajo del laboratorio.

RECOMENDACIONES

✓ A la empresa:

.- Brindar un apoyo mas fuerte a los pasantes creando alianzas con la Universidad de Carabobo a fin de promover un intercambio de conocimiento Universidad-Empresa más profundo y ampliar las oportunidades de los pasantes en el mercado laboral.

✓ Al laboratorio Central:

.- Vincular a los pasantes en los proyectos de I+D a fin de permitir a los mismos la participación en las propuestas de iniciativas innovadoras que contribuyan al crecimiento de la empresa.

✓ A los pasantes:

.- Continuar poniendo su conocimiento a disposición de las instituciones para lograr una mayor vinculación de los futuros profesionales en química en los proyectos de desarrollo industrial interviniendo en áreas que vayan más allá del laboratorio en cuanto al campo laboral se refiere.

✓ A la institución:

.- Desarrollar programas internos en los proyectos existentes dentro de la Facultad de Ciencias y tecnología con una oferta amplia de pasantías para acoplar al futuro profesional dentro del campo laboral generado dentro de la Universidad.

BIBLIOGRAFIA

- ❖ Manual de Métodos Analíticos de la Calgon Corporation. Método 260-A.
- ❖ Standard Methods for the Examination of Water Wastewater. 15 th edition 1980, Pag. 356. APHA-AWWA-WPCF. Método 417B.
- ❖ Annual Book of ASTM 1990. Methodo D1426-79.
- ❖ Standard Methods Chemical Analysis. Sixth Edition, Vol. 1, Pag. 736.
- ❖ Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic Analysis. Fourth edition, Pag. 730.
- ❖ Annual Book of ASTM Standards 1990. Método D859-88.
- ❖ Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1992 18th Edition. APHA.AWWA.WPCF. Method 2510 A.
- ❖ Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1992 18th Edition. APHA.AWWA.WPCF. Método 4500 - H + B.
- ❖ Standard Methods of Examination of Water and Wasterwater, 1985. Methods 406.B.
- ❖ Annual Book ASTM Standards. Part 29, año 1979. Pag. 304.
- ❖ Manual for Fertilizer Sampling and Analytical Methods. The Fertilizer Institute. Fourth edition. Method IIA.9
- ❖ Annual Book of ASTM Standards 1990. Método D1068-90.
- ❖ Standard Methods for the Examination of water and Wastewater, 1992 18th edition. APHA.AWWA.WPCF. Método 2130 B.
- ❖ Norma COVENIN 1522-86. Determinación de concentración de ácido clorhídrico, sulfúrico y oleum.