

Viene 2 (6): 615-640, June, 190

Generalidades sobre rocas y análisis químicos de suelos.

(Continuación).

Para finalizar este método, voy a copiar en seguida algunos apartes de las conclusiones a que llegó el cuarto Congreso de técnicos azucareros reunido en Puerto Rico en marzo de 1932: "International Society of Sugar Cane - technologists - Fourth Congress - Analysis of Soils - by Maurice Bird - Trabajo presentado por H. A. Ballou, comisionado por las Indias Británicas Occidentales y adoptado por el Congreso expresado.

"Para decidir los requerimientos de Abonamiento del suelo, se toman 200 grs. del suelo y se agitan durante tres días en 2.000 cc. de una solución de ácido cítrico al 1% y, por último, se deja una noche en reposo para que se decante. Se toman 1.500 cc., se evaporan, se secan y se incineran hasta que la materia orgánica sea destruída y luego se disuelve en HCl en caliente.

La solución, con el residuo insoluble, es de nuevo evaporada y secada sobre el baño maría hasta que se expela el HCl y aparezca la sílice insoluble. El residuo se empapa en HCl y después de 10 minutos se filtra y se lava perfectamente con agua caliente.

El filtrado se deja enfriar y se lleva a un volumen determinado, el que se divide en tres porciones iguales para las siguientes determinaciones".

En seguida expondré un ligero comentario sobre algunos debates que han surgido en torno al disolvente más apropiado en los análisis químicos de los suelos.

Aquí podrá verse la agobiadora anarquía que ha existido en torno a estas cuestiones, no obstante las intervenciones de congresos y academias.

El húngaro Sigmond trabajó y luchó por generalizar el método por él perfeccionado, consistente en el empleo del ácido nítrico muy diluido como disolvente, siendo sus esfuerzos no del todo vanos, pues en los Estados Unidos se adoptó por un tiempo este sistema, modificando la solución y fijando su concentración en la de 1/5N.

Rusia adoptó en 1911 una solución al 10% de HCl como solvente.

Muchos químicos no estaban acordes con las soluciones empleadas por Sigmond en Hungría, ni con la adoptada por los rusos, y trabajaban con ácido oxálico de 36° Baume, ácido clorhídrico concentrado y agua regia en diversas proporciones.

Las autoridades alemanas, considerando las enormes divergencias entre las opiniones sobre el proceso de un análisis y el principal reactivo, procedieron a convocar un congreso internacional para que se reuniera en Munich en el año de 1914.

En esta Asamblea se presentaron conceptos supremamente diferentes, pero gracias al espíritu de comprensión que se impuso durante el período de sus sesiones, pudo el alemán Van Beumelen implantar, con lujo de argumentos, el sistema seguido por él, aunque un poco modificado por el holandés His-sink. Allí se convino en adoptar el siguiente sistema: Tratamiento de tierra (10 grs.) con 200 cc. de una solución de HCl al 25% en peso. Calentando en la llama de tal manera que alcance ebullición en 10 minutos y manteniendo así las cosas du-

rante dos más, con la adaptación de un refrigerador de reflujo.

Como consecuencia de la guerra mundial de 1914 a 1918, surgieron modificaciones y críticas caracterizadas por una pluralidad singular, lo cual creó la necesidad de una nueva organización en estas cuestiones, que tuvo como resultado la reunión en Roma, en el año de 1924, de una Conferencia Internacional, la que decidió no modificar el sistema anterior y comisionar a un grupo de químicos para que estudiaran la proporción que debía existir entre la concentración de la solución clorhídrica y la cantidad de muestra; el tiempo de la ebullición y para que reunieran la mayor cantidad posible de conclusiones al respecto de esta interesante cuestión. Al efecto, fueron comisionados Sigmond en Budapest; Blank y Risier en Gotingan, Alemania; Hissink en Groningen, Holanda; Vesterberg en Estocolmo, Suecia; Gile en Washington, Estados Unidos, y Seiwerth en Zagreb, Yugoslavia. Estos trabajaron intensamente y los resultados fueron presentados al Congreso de la Ciencia del Suelo reunido en Washington en el año de 1927, con la conclusión de que bastaba sólo una proporción de 10 cc. de solución al 20% de HCl por cada gramo de muestra y la inferior duración de una hora en ebullición, con la advertencia de que en casos de suelos muy ricos en sales haloideas, que son las que resultan en la sustitución parcial o total de los H. de los hidrácidos por metales o radicales positivos, se aumenta la cantidad de solución. Hallándose la ilustración de la conferencia convencida de que quedaban algunos puntos del procedimiento por detallar, se resolvió encargar a Hissink para que los perfeccionara, razón por la cual la conferencia sentó un acta en la que se resolvía no darle el carácter de sistema internacional, sino de recomendable simplemente, lo que se hizo en los siguientes términos:

1º.—"Las proporciones de solución al 20% de HCl serán: 10 cc. por gramo de tierra en general; pero esta proporción se eleva a 25 cc. por gramo en caso de que la tierra sea muy rica en las sales haloideas o en caso de abundancia de carbonatos.

2º.—La concentración de la solución clorhídrica será de 20% en peso, lo que equivale a una densidad de 1.100.

3º.—El tiempo para alcanzar la ebullición, no debe exceder de 15 minutos y sostenerla durante una hora.

Después de un intenso estudio en que Hissink solicitó críticas, experiencias, observaciones, etc., presenta el método con pequeñísimas modificaciones al Congreso Internacional reunido en Leningrado en 1930, el cual lo adoptó como oficial.

Como puede desprenderse de estos ligeros comentarios, ha sido una lucha tenaz la unificación del reactivo principal.

Teniendo, pues, definido el sistema que adopta la solución clorhídrica, veamos las postreras recomendaciones que dió una segunda conferencia de la Ciencia del Suelo reunida en Budapest en 1929.

Hecha la digestión clorhídrica, se deja enfriar y se filtra procurando lavar bien el residuo insoluble con agua caliente. Al filtrado se le agregan unos centímetros cúbicos de HNO_3 para oxidar la materia orgánica y se calienta hasta secar, evitando la ebullición, con lo que se corre el riesgo de pérdidas. Si la experiencia lo indica, se debe repetir este último proceso. A este residuo se agrega nuevamente HCl concentrado se evapora, seca y calienta durante algunas horas a una temperatura que no exceda de 120°C , a fin de deshidratar perfectamente la sílice. Se agrega una solución débil de HCl, se filtra y lava con agua caliente, llevando el filtrado a un volumen conocido.

Para las diferentes determinaciones se toman porciones

cuantitativamente y se opera, teniendo cuidado de restar del tanto por ciento de los óxidos y fosfatos hallados, el del P2O5 que se revele en la determinación que se hace con molibdato.

El filtrado resultante de la determinación de los óxidos y fosfatos se concentra, se le agrega luego amoníaco y agua de Bromo hasta que la coloración persista con el fin de determinar el manganeso. Se calienta esta solución y se agrega más agua de Bromo hasta completa precipitación del manganeso, cuidando de mantener el líquido alcalino con la adición de amoníaco. El precipitado se filtra y lava bien con agua caliente; se seca el filtro con el residuo, se incinera y pesa como Mn3O4. En el filtrado van Ca y Mg que son precipitados como oxalato de calcio con oxalato de amonio y como fosfato de magnesio con fosfato de amonio. Se incineran, pesan y se hacen las reducciones del caso para darlos en términos de CaO y MgO.

El hierro se analiza en una porción separada del filtrado original, por titulación con una solución N/10 de dicromato de potasio, lo cual se hace así: a la solución que contiene el hierro se le va agregando gota a gota desde una bureta de titulaciones, la solución de dicromato debidamente titulada y agitando con una varilla de vidrio. De antemano se coloca en una piedra de toques unas gotas de solución de ferrocianuro de potasio y con la varilla que sirve de agitador se van pasando gotas de la solución que se está titulando a la piedra de toques con el ferrocianuro; cuando por la adición de dicromato a la solución que contiene el hierro se produzca esta coloración azul con la de ferrocianuro de la piedra, la operación estará concluida.

Entonces se procederá a hacer las operaciones teniendo en cuenta que

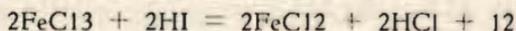
$$1 \text{ cc. de } K_2Cr_2O_7 \text{ N/10} = 0.0056 \text{ Fe} = 0.0080 \text{ Fe}_2O_3$$

Puede también determinarse por medio de una solución N/10 de permanganato, teniendo en cuenta que

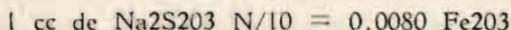
$$1 \text{ cc. de } KMnO_4 \text{ N/10} = 0.0056 \text{ Fe} = 0.0080 \text{ Fe}_2O_3$$

o también por yodometría.

Este método, en el cual el hierro debe estar en forma férrica, se basa en la reducción de las sales férricas, en solución ácida, por los yoduros solubles o por el ácido yohídrico, después de lo cual se colora el yodo puesto en libertad. La reacción que se opera es la siguiente:



Es claro que la solución ácida no debe contener sustancias oxidantes que afecten el hierro y lo oxiden de FeCl_2 a FeCl_3 . El aire contenido en la solución se elimina por ebullición durante unos 10 a 15 minutos: una vez fría la solución se le agregan de 2 a 5 grs. de yoduro de potasio dejándola 20 minutos en un lugar fresco, pasados los cuales se procede a la titulación con solución N/10 de hiposulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) no sin antes haber puesto como indicador una solución de almidón, el cual, con el yodo da una coloración azul por la formación de yoduro de almidón. Cuando esté próxima a terminarse la operación, se calienta la solución que se titula y se agrega nuevamente hiposulfito hasta que desaparezca la coloración azul. Se hacen los cálculos de acuerdo con la siguiente ecuación:



También puede titularse el hierro por colorimetría por medio del ferrocianuro de potasio.

Determinado el hierro, se debe operar así: del tanto por ciento hallado en óxidos y fosfatos, se resta el P205 hallado por el molibdato; hecha esta operación, la cifra que queda indicará la suma de los óxidos de hierro y aluminio; a ésta se le resta el tanto por ciento del hierro hallado y así quedará el aluminio determinado.

Después se continúa el análisis por los métodos comunes.

NITROGENO

En las determinaciones hasta aquí tratadas no había tratado el nitrógeno por estar considerado como un elemento que exige en su determinación operaciones completamente diferentes a las propuestas para los otros elementos.

Los métodos propuestos para la investigación del nitrógeno total han seguido un proceso de modificaciones que ha venido a culminar en la adopción del sentado por Kjeldahl no sin unas ligeras modificaciones, de las cuales muchas están subordinadas por el criterio del analista, pero que en esencia poco modifican lo ideado por Kjeldahl.

Este método se basa en la conversión a sulfato de amonio, del nitrógeno que existe en la muestra, mediante la digestión de ella en ácido sulfúrico y luego en la liberación de NO_3 mediante la destilación en presencia de una solución concentrada de NaOH .

Kjeldahl obraba así:

Colocaba 2 gramos de la muestra en un matraz de 750 cc. de capacidad; le agregaba 25 cc. de K_2SO_4 monohidrato y una gota de mercurio; ponía el matraz así preparado a calentar durante el tiempo suficiente, 4 a 5 horas, para que se completara la digestión, lo que era indicado por una coloración de ámbar claro que tomaba la muestra; dejaba enfriar y diluía la muestra con gran cuidado en 400 cc. de agua destilada, poniendo unos trocitos de piedra pomez o vidrio para regular la ebullición en la destilación. Agregaba luego 60 a 70 cc. de NaOH a 40° Beaumé y unos 10 cc. de sulfuro de sodio para decomponer el amiduro de mercurio que se hubiere formado y conectaba rápidamente el matraz al destilador. Recogía el destilado en unos 30 cc. de H_2SO_4 N/10 de factor determinado, lo ponía al indicador, titulaba con NaOH N/10. Al hacer la destilación en estas condiciones se producía NH_3 que pasaba a condensarse en el refrigerador y caía al frasco con la solución ácida.

En seguida anotaré algunas de las modificaciones propuestas a este método.

Modificación de Wilfarth.

Colocada la muestra en el matraz ya conocido con el nombre de frasco de Kjeldahl, le agregaba 20 cc. de H_2SO_4 concentrado y una gota de mercurio. La descomposición del amido de mercurio la hacia por medio del sulfuro de potasio y también agregaba unos granos de Zn. La operación continuaba lo mismo.

Modificación de Wunder y Lascar.

Se trata de un gramo de la muestra en un frasco Kjeldahl por 3 gramos de ácido oxálico, 2 gramos de oxalato de sodio, 0.5 gramos de anhídrido de vanadio, 5 cc. de ácido fosfórico de densidad 1.7 y 25 cc. de H_2SO_4 concentrado. Como al reunir estos reactivos se produce una fuerte reacción exotérmica, se deja enfriar el contenido del matraz y luego se inicia la digestión por calentamiento, hasta que la materia orgánica se haya reducido. Luego se diluye en 100 cc. de agua destilada, se agregan 0.5 grs de hierro metálico, se alcaliniza y se pone al destilador para continuar la operación de la manera ya descrita. Estos opinaban que así se transformaba en compuestos amoniacales todas las sustancias nitrogenadas.

Otras de las modificaciones propuestas a este método, son adoptadas por la Asociación Oficial de Químicos de los Estados Unidos que se hallan consignadas en "Methods of Analysis A. O. A. 1930" y que se expresan así:

1. — Guning - Hibard.

Digestión en fresco de Kjeldahl de 10 gramos de muestra con 30 ó 40 cc. de H_2SO_4 concentrado y una mezcla de 10 partes de sulfato potásico o sulfato anhidro de sodio, una parte de sulfato ferroso y media de sulfato de cobre. Se continúa la operación y se usa como indicador el metil rojo o la cochinilla y se procura que la solución concentrada de NaOH que se a-

gregue, sea el 45% de soda pura.

2^o.—Procediendo como en el método anterior, pero agregando, en lugar de la mezcla propuesta 0.7 de óxido de mercurio y 0.6 de mercurio metálico. Después de hecha la digestión y enfriado el contenido de Kjeldhal, se agregan 25 cc. de una solución de sulfuro de sodio u 80 gramos de tiosulfato de sodio por litro. Se añade luego el NaOH concentrado y se continúa la operación.

AMONIO

Para investigar la presencia del nitrógeno en la forma amoniacal en los suelos, se han ideado innúmeros experimentos con el objeto de esquivar el peligro que acompaña estas determinaciones de descomponer los compuestos nitrosos.

D. J. Mattews trabajó intensamente hasta idear el aparato que para tales determinaciones se conoce con su nombre. Pero la difícil manipulación que lo caracteriza y las condiciones de agua o presión constante, regularidad en los tubos de succión, etc. han hecho que sea abandonado y que en su lugar se adopten otros métodos, entre los cuales anotaré los siguientes:

Método de W. McLean y G. W. Robinson.

Se toman 25 gramos de muestra y se depositan en un vaso de precipitado de 400 cc., se les agregan de una solución N de NaCl en frío, se agita fuertemente y se deja en reposo durante media hora. El líquido claro de la parte superior se separa cuidadosamente y se filtra. Se lava el residuo con más solución N de NaCl, procurando que caiga todo el residuo al filtro y se continúa el lavado hasta llevar el filtrado a un volumen de 500 cc. Este filtrado es destilado con un exceso de óxido de magnesio disuelto en unos 10 a 15 cc. (cantidad que se anota) de H₂SO₄ N/50. Después de prolongar la destilación por espacio de media hora o más hasta colectar unos 150 cc. de destilado, se titula con NaOH N/50, usando como indica-

dor el metil rojo. El resultado se dará en términos de nitrógeno amoniacal.

También se emplean para estas determinaciones los métodos de H. J. Harper y de C. Olsen, que no los mencionaré por no alargarme.

MARCHA GENERAL DE UN ANALISIS SENCILLO CON LAS MODIFICACIONES PROPUESTAS POR EL DR. GUILLERMO JARAMILLO M.

La preparación de la muestra para el análisis y las determinaciones de humedad higroscópica y pérdidas por incineración, se hacen de acuerdo con las indicaciones atrás consignadas.

Digestión con agua regia.

Los dos gramos de muestra utilizados para las determinaciones de humedad y pérdidas se pasan cuantitativamente a un vaso de precipitados de 250 cc. y se agregan 20 cc. de HCl concentrado, dejando deslizar éste por las paredes del vaso para evitar posibles pérdidas por contacto brusco y 5 cc. de HNO₃ también concentrado y observando las mismas precauciones anotadas para la adición del ácido clorhídrico; en seguida se coloca el vaso sobre el aro de un soporte al cual se ha puesto una malla para evitar la acción directa de la llama al vaso; se tapa esto con un vidrio de reloj apropiado y se inicia el calentamiento con el mechero de Bunsen, con la llama debidamente graduada y procurando que medie entre ésta y la malla una distancia de unos 10 cmts. aproximadamente, con el fin de que el calentamiento sea muy lento, evitándose así la franca ebullición que perjudicaría la ejecución del análisis. Transcurridos unos 30 minutos de calentamiento, se retira el vidrio de reloj que sirve de tapa y se continúa aquél hasta evaporar toda el agua regia teniendo sí gran cuidado de que no haya decrepitación, que echaría a perder el trabajo. Huelga advertir

las precauciones que se deben observar en esta evaporación para no aspirar los vapores desprendidos, por lo dañinos que son.

Evaporada el agua regia y enfriado el contenido del vaso se agregan, con cuidado, 20 cc. de agua destilada y 5 cc. de HCl concentrado y se calienta nuevamente durante 5 minutos y después se deja reposar. Se filtra cuantitativamente usando un filtro cualitativo y recibiendo el filtrado en un frasco volumétrico de cualquier volumen, pero es de preferencia especial el de 100 cc. Se completa el volumen hasta la marca y se tendrá la solución lista para las determinaciones.

Oxidos.

Con este término se designa la suma de los óxidos de hierro y aluminio que se determinan en una sola operación. De la solución anteriormente preparada se toman, con una pipeta, 25 cc. exactamente que corresponden a 0.50 grs. de la muestra, ya que se han tomado 2 grs. Es preciso advertir que este método de análisis no exige cantidad determinada de la muestra original, aunque puede concluirse que las cantidades pequeñas son aconsejables para evitar gastos innecesarios pero sin pasar de consecuentes límites, ya que no debe olvidarse que las cantidades muy pequeñas proporcionan causas de error. La práctica ha adoptado 2 gramos como más apropiado.

Los 25 cc. tomados se diluyen con unos 60 a 80 cc. de agua destilada y se calientan hasta la ebullición; una vez alcanzada ésta, se agrega hidrato de amonio concentrado en exceso, con lo cual se precipitan el hierro y aluminio en la forma de hidratos.

En la discusión y observaciones que posteriormente hacen estos análisis podrán hallarse las precauciones a tomar para esquivar varios errores.

Una vez agregado el amoniaco, debe continuarse el calentamiento para hacer más completa la precipitación, pero sin prolongarla un tiempo indebido, porque entonces el precipitado se hará muy viscoso y dificultará la filtración, dando así lu-

gar a que se formen carbonatos con el CO_2 atmosférico principalmente el de calcio, que por ser muy insoluble quedará en el filtro y proporcionará errores. Una vez obtenida la precipitación completa, debe disolverse el precipitado en HCl y volver a precipitar con hidrato de amonio, observando las mismas precauciones ya expresadas.

Teniendo listo el precipitado se filtra en caliente a través de un filtro cuantitativo y se lava varias veces con agua caliente y adicionada de hidrato de amonio. Es indispensable una gran paciencia en la ejecución de esta filtrada, ya que ella se caracteriza por engorrosa y demorada.

El filtrado debe calentarse de nuevo hasta reducir bastante su volumen y agregar nuevamente hidrato de amonio para precipitar completamente las pequeñas cantidades que se hayan escapado en la primera operación. Se repite la filtrada y este nuevo filtro se reúne con el anterior y se ponen a desecar en la estufa a 110° . Después se pasan los filtros ya secos a un crisol previamente pesado, y se efectúa la incineración iniciándola con un calentamiento a fuego directo del crisol con la llama del mechero. Una vez que el papel de filtro quede carbonizado, habiendo cesado la llama, se somete el crisol al fuerte calentamiento hasta alcanzar el rojo blanco y prolongar por un tiempo conveniente. Esta operación puede hacerse en una mufla (horno eléctrico) o al soplete, teniendo bastante cuidado. Si se hace con éste, debe evitarse pérdidas por el desplazamiento brusco de aire que determina la proyección de la llama. Efectuada la incineración se tapa de éste por la dilatación que sufre el aire de su interior. Una vez bien frío el crisol se pesa, se deduce el peso de las cenizas de los filtros y se saca el tanto por ciento del peso obtenido, que estará constituido por sexquióxidos de aluminio y hierro.

Calcio. — CaO .

El volumen del filtrado resultante de la anterior determinación se reduce por evaporación hasta unos 100 ó 120 cc.;

alcanzado el cual y sin suspender el calentamiento se agrega un poco de hidrato de amonio para crear un medio amoniaco; en seguida se agrega un pequeño exceso de oxalato de amonio, se retira del fuego y se deja reposar bastante tiempo, por ejemplo, 2 horas. Pasado éste, se calienta de nuevo la solución con el precipitado y se agrega nuevamente oxalato de amonio para asegurar una completa precipitación del calcio en la forma de oxalato; después de esto se retira y se deja en reposo por unas 10 o más horas.

Teniendo el calcio debidamente precipitado y reposada la solución el tiempo indicado, se filtra en papel cuantitativo, se lava, seca en la estufa a 110° C y se lleva a la mufla o soplete para efectuar la incineración. Una vez alcanzada la temperatura del rojo blanco, se tendrá el crisol en estas condiciones por un tiempo no inferior a dos horas (algunos aconsejan cinco); después de esto se pasa al desecador y una vez el crisol bien frío, se pesa, se hacen las deducciones del caso y se da el tanto por ciento en términos de CaO .

Magnesio. — MgO .

El filtrado resultante en la determinación anterior se concentra por ebullición y se deja enfriar. En seguida se agrega un poco de amoníaco y cloruro de amonio para crear el medio amoniaco que exige la precipitación del magnesio. Después se agrega fosfato disódico para que aquél precipite como fosfato amónico magnésico. Hecho esto, se deja en reposo la solución con el precipitado unas 24 horas; pasado este tiempo se filtra, lava, deseca, incinera y pesa, teniendo en cuenta que el resultado hallado se tiene en términos de pirofosfato magnésico y que hay que hacer las operaciones del caso para darlo en términos de óxido de magnesio MgO .

Fósforo. — P205.

Para la determinación del fósforo se toman 25 cc. de la

solución original, se diluyen un poco y se tratan con hidrato de amonio en un ligero exceso; en seguida se disuelve el precipitado resultante en ácido nítrico agregándolo poco a poco y agitando con la varilla de vidrio; con esto se crea un medio nítrico indispensable para la precipitación posterior. Después se pone el vaso con la solución así preparada en el baño maria, cuidando de que la temperatura sea de 65°C; transcurridos unos 15 ó 20 minutos se agregan poco a poco y agitando 20 cc. de solución de molibdato de amonio, con los cuales se precipita el fósforo al estado de fosfomolibdato de amonio. Se deja el vaso unos 15 minutos más en el baño y se retira para dejarlo reposar durante unas dos y media horas; pasado este tiempo se procede a la filtración teniendo gran cuidado de no interrumpirla, siquiera sea por un breve tiempo, y operando con gran delicadeza, pues el precipitado se pasa con una facilidad especial. Si no se tiene plena seguridad de una perfecta filtrada, debe repetirse la operación. Se lava el precipitado sobre el filtro con agua destilada hasta que la reacción del filtrado que caiga sea neutra, lo cual se prueba poniendo una gota de soda decimonormal debidamente diluida y adicionada de fenolftaleína en un tubo de ensayo y recogiendo unas gotas del filtrado. Después se toma el filtro con el precipitado y se pone en un vaso y se agregan 10 a 20 cc. de NaOH N/10 de factor conocido y se desintegra el filtro con el residuo fosfórico. La cantidad de base agregada se anota con cuidado. Después de esto, se titula con ácido sulfúrico décimonormal el exceso de base y se hacen las operaciones para dar el fósforo en términos de anhídrido fosfórico.

Potasio. — K20.

Se toman 25 cc. de la solución original y se ponen en una cápsula de porcelana previamente pesada y se somete al calentamiento suave con el objeto de evaporar sin permitir la ebullición; después de evaporar completamente el contenido de la cápsula, se agrega medio gr. de ácido oxálico disuelto en unos

20 cc. de agua destilada y se pone a evaporar en las mismas condiciones anteriores; alcanzada la evaporación completa se calienta fuertemente por unos 20 a 30 minutos en el mechero, se deja enfriar y se agrega agua procurando desintegrar bien con ayuda de una varilla de vidrio; se filtra, se lava con poca agua, se pasa el filtrado a la cápsula y se evapora hasta sequedad como en los casos anteriores. Nuevamente se calienta fuertemente por un tiempo igual al anterior, se deja enfriar y se repite la operación de desintegración, filtrado y lavado. El filtrado se lleva nuevamente a la cápsula, la cual se calienta como en los casos anteriores. Puesta la muestra a calentar se agregan unas gotas de ácido clorhídrico y 1 cc. de ácido perclórico. Se continúa el calentamiento suave hasta que cese la emisión de humos blancos. Se deja enfriar y se agregan 25 cc. de alcohol etílico y se agita con la varilla de vidrio; cuando se haya decantado la solución se separa la porción insoluble por filtración; se trata tres veces más con igual cantidad de alcohol y filtrando por el mismo filtro, el filtrado resultante. Por último se agrega agua caliente sobre el filtro usado en las anteriores determinaciones y se recibe este filtrado en la cápsula. Se evapora a fuego lento, se seca en la estufa, se lleva al desecador y se pesa. La diferencia de peso con el original de la cápsula, será la cantidad de perclorato de potasio existente en la muestra. Se busca el equivalente en términos de K₂O.

Nitrógeno. — N205.

En este método se determina el nitrógeno por el procedimiento de Kjeldhal, agregando en lugar de los reactivos atrás anotados, un poco de sulfato de cobre para mejorar la digestión y facilitar la formación de sulfato de amonio. El resultado hallado se multiplica por el factor 0.0014 y se da el dato en términos de NH₃.

METODO DE LA FUSION

Es preciso tener en cuenta que con este método se hace

una determinación total de los elementos que se busquen sin tener en cuenta la forma en que ellos se encuentren en el suelo. En otras palabras, por este método se sabe qué tiene y qué le falta al suelo.

Este se basa en la descomposición de todos los minerales del suelo a la alta temperatura de la fusión, mezclándolos con carbonato de sodio y bórax para facilitarla.

Las operaciones se conducen así:

Se tritura la muestra finamente y se toma 1 gramo para mayor comodidad y más precisión. Se coloca en un crisol de platino de suficiente capacidad y se agregan 4 gramos de carbonato de sodio monohidratado y 1 gramo de tetracloruro de sodio. Con una aguja de platino, una varilla de vidrio un poco caliente o una espátula también caliente para evitar adherencias a ésta de partículas de muestra, se procura la mayor homogeneidad posible en la mezcla de la muestra, agitando con un movimiento muy suave para descartar las pérdidas; se finaliza la operación con una rigurosa limpieza del agitador usado en un poco de carbonato de sodio, el que se agrega al crisol. Se tapa éste con su correspondiente tapa. Se coloca en un triángulo de porcelana, a una altura de unos 10 cms. de la punta superior de la llama de un mechero de Bunsen graduando aquella para iniciar el calentamiento con suavidad. Se va graduando la llama con el objeto de ir aumentando el calentamiento. Cuando se ha alcanzado la mayor intensidad de la llama se va elevando el mechero en vez de bajar el triángulo con el crisol para evitar los peligros de pérdidas. Transcurrido un rato, se retira la tapa del crisol y se somete a la acción del mechero o de la mufla, pero observando buenos cuidados. Si se lleva a la mufla debe procurarse que la temperatura ya sea de unos 300 a 400°C. Alcanzada la fusión completa se toma el crisol con unas pinzas y se le da un ligero movimiento circular para procurar que la masa fluida se extienda por las paredes del crisol y facilitar así el desprendimiento de la muestra al solidificarse y someterla a la acción del ácido clorhídrico; hecho este movimiento el crisol se coloca sobre una plancha de hierro

o en cualquier superficie fría que no presente peligro para el crisol; no debe procurarse el enfriamiento de éste por semi-sumersión en agua fría, ya que esto deteriora el crisol notablemente. Si se nota que se forman burbujas o cráteres en la masa al enfriarse, es preciso calentarlo nuevamente para acabar de expeler el anhídrido carbónico que aún queda y que es la causa de estos fenómenos.

Para continuar la operación es preciso que el crisol esté perfectamente frío, pues si no hay esta condición y se agrega agua, el completo desprendimiento de la masa de las paredes del crisol, se hará muy difícil. No debe presionarse el crisol para desprender la muestra, ni tampoco hacerlo con la espátula. Esta operación, que exige paciencia y delicadeza, debe efectuarse por la acción del ácido clorhídrico. Observadas éstas y otras preocupaciones, que bien las advierte y las enseña la práctica, se procede a colocar el crisol en una cápsula de porcelana de tamaño prudente y se agregan unos 50 cc. de una solución de ácido clorhídrico al 60% aproximadamente; transcurrida una media hora, se hace caer el crisol dentro de la cápsula y se agrega más solución clorhídrica hasta cubrirlo y se deja allí hasta que el desprendimiento sea completo, después de lo cual se coge el crisol con unas pinzas y se lava con un chorro de agua destilada de tal manera que ésta caiga a la cápsula, pero cuidando sí de no usar mucha, sino la cantidad suficiente para que alcance un nivel aproximado de los dos tercios de la capacidad de aquella. En seguida se pone la cápsula al baño maría hasta que, alcanzada la evaporación, el englutinado tome una coloración morena, conseguido lo cual se hará una adición de agua y unos pocos centímetros cúbicos de ácido clorhídrico y se repite la operación al baño maría.

Como al efectuar la evaporación se forma una capa fuerte en la superficie del englutinado, que hace muy demorada la operación, es conveniente estar rompiéndola con una varilla.

Como para separar la sílice hay que insolubilizarla, se consigue esta condición proporcionándole un medio acuoso abundante, lo que se hace con la adición de unos 100 cc. de agua

destilada, una vez obtenida la segunda evaporación y procurando hacerla deslizar por las paredes, a fin de reunir el englutinado en el fondo, operación que se completa con la ayuda de un agitador. Agregada el agua y desintegrado el aglutinado, se pone la cápsula al baño maría nuevamente, donde se somete a un nuevo calentamiento para procurar la completa solubilidad de los cloruros presentes y lo que se habrá alcanzado con el agitador, no se perciban partículas arenosas. Después se procede a la filtración usando un filtro cuantitativo y agua a la temperatura ambiente, ligeramente acidulada con ácido hidroclorehídrico, con lo cual se evitará la precipitación de sales básicas por la hidrolisis que sufren las sales de hierro y aluminio en soluciones muy diluidas, las cuales contaminarían la sílice. El filtrado se recibe en una cápsula de porcelana y se somete a una operación semejante a la que se sometió el englutinado y se filtra nuevamente, previa dilución y se reúnen los filtrados. Estos se llevan a la estufa para desecarlos, se colocan en un crisol previamente pesado, se incinera, se deja enfriar y se pesa para dar los resultados en términos de SiO_2 .

El filtrado resultante se lleva a un volumen determinado y se inician las determinaciones como en el método anterior.

El Nitrógeno se determina por el método de Kjeldhal en muestra aparte.

(Continuará).