

LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA  
INFORME PRESENTADO A LA PROF. ANGELA SIFONTE

## **INTERCAMBIO IÓNICO**

INFORME N° 3.  
PRESENTADO POR EL Br. WILLIAM CHEN CHEN  
C.I.: 16.113.714

CARACAS, 07 DICIEMBRE DE 2004.

## **RESUMEN**

El objetivo principal por la cual se realiza ésta práctica es la de estudiar la capacidad de una resina para intercambiar iones y determinar el contenido iónico total cuando se pone en contacto con una solución de  $\text{MgSO}_4$  y HCL en una columna diseñada para el proceso de intercambio iónico.

Para cumplir con el objetivo principal se prepara la resina de trabajo mediante un proceso de lavado con agua destilada unas siete veces, la cual se encuentra en un beaker para eliminar el exceso de ácido con el cual se regeneró y comprobar que su pH sea 7 o neutro, para comprobar que el pH se encuentra entre el valor requerido se toma una gota de la solución contenida en el beaker con la resina con una varilla de vidrio y se coloca en una cinta para cuantificar el pH. Luego se diluye la muestra asignada por el técnico en un balón aforado de 500 mL agitándola para homogeneizar la solución; se prepara a partir de ésta seis alícuotas de 25 mL cada una de la solución, y éstas se titularón con una solución de NaOH de concentración conocida; el volumen de titulante empleado se anota para posteriormente obtener el volumen promedio de NaOH empleado y a partir de ésta se calcula los equivalentes de la solución antes del intercambio iónico y la masa HCL en miligramos contenidos en la solución original.

Para realizar la experiencia de intercambio iónico se procede a montar la columna de intercambio iónico, la cual consiste en un instrumento similar a una bureta pero con la boquilla inferior removible; se coloca un trozo de lana de vidrio por el extremo de la boquilla para evitar que la resina llegue hasta la misma y la obstruya. Luego se procede a agregar agua destilada y la resina a la columna

hasta que la última alcance un volumen de nueve mililitros aproximadamente. Se permite el paso de la solución abriendo la válvula de la boquilla y se recolecta 150 mL de ésta, siempre cuidando que la resina no se seque, agregando agua destilada. Luego se comprueba que el intercambio iónico haya finalizado con la adición de dos gotas de fenolftaleína y una de NaOH (verificando el cambio de color por la presencia de ácido), entonces se procede a titular la solución recolectada con el mismo titulante. Realizado todo esto es posible calcular los equivalentes de HCL después del intercambio iónico, los equivalentes de  $Mg^{+2}$  intercambiados, y la masa de  $MgSO_4$  contenida en la solución original.

A los volúmenes del titulante (NaOH) empleado se les hizo un tratamiento estadístico; media, desviación estándar, desviación estándar relativa y el límite de confianza para 95%; en donde se pudo observar que los datos fueron muy precisos y además que la media de los volúmenes obtenidos es exactamente la misma de las mediciones realizadas. También se puede añadir que esto es debido a que la desviación estándar es cero lo que implica una alta precisión en los datos experimentales.

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo General:**

- ✓ Determinar el contenido iónico total de una solución de  $\text{MgSO}_4$  y  $\text{HCl}$  a través del intercambio iónico que se produce al poner en contacto la solución con una resina de intercambio.

### **Objetivos específicos:**

- ✓ Aplicar la técnica de titulación volumétrica para determinar a partir del volumen gastado de solución de  $\text{NaOH}$  con concentración conocida.
- ✓ Calcular los equivalentes de  $\text{HCl}$  en la titulación inicial así como en la titulación final.
- ✓ Calcular los equivalentes de magnesio intercambiados, durante el proceso de intercambio iónico.
- ✓ Analizar el proceso del intercambio iónico en una columna de intercambio.
- ✓ Determinar la masa de sulfato de magnesio contenida en la muestra original, empleando el factor de dilución.
- ✓ Efectuar un tratamiento estadístico de las mediciones de volumen de solución de  $\text{NaOH}$  gastado para alcanzar el punto final.

## **MARCO TEORICO**

El intercambio iónico es un proceso en el que los iones mantenidos por fuerzas electrostáticas a grupos funcionales cargados, situados en la superficie de un sólido, son cambiados por iones de carga similar de una disolución en la que el sólido está inmerso. El intercambio iónico se usa mucho para el tratamiento de agua y aguas residuales, principalmente para eliminar la "dureza" producida por los iones ( $\text{Ca}^{+2}$  y  $\text{Mg}^{+2}$ ) en los suministros de agua y para eliminar el hierro y manganeso en los suministros de aguas subterráneas. También se usa para el tratamiento de diversas aguas industriales con el fin de recuperar los materiales de desperdicio valiosos o subproductos, particularmente formas iónicas de metales valiosos tales como la plata, oro y uranio. Una aplicación adicional en el tratamiento del agua es la eliminación y recuperación de materiales radioactivos en el agua de reactores, hospitales y laboratorios.

Una resina intercambiadora de iones está formada por macromoléculas insolubles a las que están unidas a grupos ionizables. Una resina de intercambio de cationes tiene grupos sulfónico, fenólico o carboxílico, los cuales proporcionan sitios de enlace cargados negativamente. Una resina intercambiadora de cationes, tratada con ácido, se dice que esta en la forma de hidrógeno debido a que los grupos cargados negativamente están neutralizados por protones. Si se añaden iones metálicos a las soluciones, los protones son desplazados.

En donde R representa la parte del ión macromolecular insoluble que une a un ión metálico divalente. Puesto que estos equilibrios son reversibles, los iones metálicos pueden ser desplazados mediante un

aumento de la concentración de ácido. La afinidad de la resina por un ión metálico es afectada por dos factores, el radio del ión hidratado y la valencia del ión. Así, la resina retendrá con diferente intensidad a dos distintos iones metálicos. Entonces se puede conseguir de los iones sacando ventaja de esta diferencia en la afinidad de los dos iones por la resina. Si se arregla un lecho de resina en forma de columna y los iones metálicos se adsorben en la capa superior, se pueden arrastrar a través de la columna mediante el flujo de un disolvente, dependiendo la velocidad de transporte de los iones de su concentración de equilibrio en la solución. A medida que la solución equilibrada desciende por la columna, los iones adsorbidos en la orilla superior de la banda se disocian, pasando a la solución y una cierta porción de los iones, llevados a la capa de resina fresca, es adsorbido por la resina. La separación de diferentes iones metálicos obtenible de esta manera, puede reforzarse con el uso de un agente complejante (tal como un amortiguador de citrato o un amortiguador de tartrato) el cual forma complejos con los iones metálicos y compite con la resina por los cationes. Entonces la velocidad con que un ión dado desciende por la columna de resina depende de la afinidad de la resina para el ión y el punto hasta el cual el ión ha formado complejo con el agente complejante.

La Capacidad de la resina es la característica más importante de un intercambiador de iones, pues indica la cantidad de iones que puede absorber un intercambiador. Puede clasificarse en:

Capacidad útil: es la capacidad que puede aprovecharse en una columna de intercambio bajo las condiciones seleccionadas.

Capacidad total: indica la cantidad total de iones intercambiables.

## DATOS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan los datos recopilados durante el desarrollo de la práctica de Intercambio Iónico:

**Tabla N° 1.** Datos de la muestra problema.

# Muestra Solución HCL y MgSO <sub>4</sub>	1
--	---

**Tabla N° 2.** Concentración del titulante (NaOH).

Concentración del NaOH (C <sub>NaOH</sub> ± 0,0002)N
0,1008

**Tabla N° 3.** Volumen de NaOH empleado para la titulación de la solución antes del intercambio iónico (Alícuota de 25mL).

Ensayo	Volumen de NaOH (V <sup>a</sup> <sub>NaOH</sub> ± 0,05)mL
1	10,10
2	10,10
3	10,10
4	10,10
5	10,10
6	10,10

**Tabla N° 4.** Volumen de NaOH empleado para la titulación de la solución después del intercambio iónico.

Volumen de NaOH (V <sup>b</sup> <sub>NaOH</sub> ± 0,05)mL	11,3
---	------

## **RESULTADOS**

**Tabla N° 5.** Resultados pertinentes al estudio estadístico del volumen de NaOH empleado.

Media Aritmética ( $\bar{X}$ )	10,10 mL
Desviación Estándar ( $\delta$ )	0,00 mL
Desviación Estándar Relativa ( $\delta_{RELATIVA}$ )	0%
Límite de Confianza (L.C.)	[10,10mL - 10,10mL]

**Tabla N° 6.** Resultados obtenidos.

Volumen Promedio NaOH empleado en la solución inicial ( $V_{NaOH}^a \pm 0,08$ ) mL	(10,10 $\pm$ 0,01) mL
Volumen Promedio NaOH empleado en la solución final ( $V_{NaOH}^b \pm 0,08$ ) mL	(11,3 $\pm$ 0,05) mL
Equivalentes de HCL iniciales (eq)	(0,001018 $\pm$ 0,000002) eq
Equivalentes de HCL finales (eq)	(0,001139 $\pm$ 0,000006) eq
Equivalentes de Mg <sup>+2</sup> transferidos (eq)	(0,000121 $\pm$ 0,000006) eq
Masa de HCL en solución original (mg)	(743,14 $\pm$ 1,46) mg
Masa de MgSO <sub>4</sub> en la solución original (mg)	(291,26 $\pm$ 14,44) mg

## **DISCUSION DE RESULTADOS**

Al ver la tabla N° 3 se puede observar que los volúmenes obtenidos experimentalmente, para la titulación de la muestra antes del intercambio iónico, son todos iguales, lo que quiere decir que la apreciación del punto final para cada titulación es muy precisa, por lo tanto se debe esperar que el valor verdadero se encuentre muy cercano al valor experimental obtenido.

Si se observa la tabla N° 5, se puede apreciar que la desviación absoluta y desviación estándar relativa tienen valores de cero, por lo que se afirma la existencia de gran precisión de los volúmenes recogidos. Como consecuencia de esto todos los volúmenes coinciden con la media calculada.

El volumen de NaOH que se empleó para la titulación de la solución después del intercambio iónico es mayor que el requerido para la titulación original, esto debido a que se produjo el intercambio de iones. Para entender lo anterior se puede observar la tabla N° 6 en donde se puede observar los equivalentes de HCl para antes y después del intercambio iónico. Se observa que el número de equivalentes finales (después del intercambio) es mayor que los iniciales (antes del intercambio), ya que inicialmente solo están los equivalentes de HCl de la solución original y luego de finalizada el intercambio están presentes estos equivalentes de la solución inicial más los protones provenientes de la resina; lo que implica mayor requerimiento de titulante para neutralizar la solución final debido a que posee más cantidad de protones.

Al realizar el cálculo de la masa de HCl y  $\text{MgSO}_4$  contenidos en la muestra original, se observa que hay mayor masa de HCl con respecto a la de  $\text{MgSO}_4$ , lo que permite asegurar que la solución problema, suministrada por el profesor, es más concentrada en HCl respecto a la concentración de  $\text{MgSO}_4$ .

De forma cualitativa se puede hacer notar la utilidad de la fenoftaleína como indicador del punto final. Sin embargo, está sujeta a la sensibilidad del analista la detección apropiada del punto final. En la medida en que el observador sea más sensible a los cambios de coloración podrá estimar más adecuadamente el punto de equivalencia que indica la completación de la reacción. Este factor es el de principal incidencia sobre los resultados de este trabajo experimental, y el responsable de una posible desviación con respecto a los valores considerados correctos.

Los procesos de lavado de la resina son de vital importancia para que el proceso de intercambio iónico se desarrolle a cabalidad.

Los resultados obtenidos pueden no estar cercano a los valores verdaderos debido a que durante la experiencia, la resina estuvo un tiempo sin agua, lo que probablemente pudo haberse secado; originado que el agua que se agregaba seguidamente, para arrastrar la solución con los iones intercambiados, no pasara por algunas de las secciones de la resina contenida en la columna obteniéndose así menos cantidad de solución con los protones intercambiados

No se puede indicar la exactitud de las medidas y cálculos realizados, ya que no existe información acerca del rango en que se encuentren los valores verdaderos.

## **CONCLUSIONES**

1. Los resultados del análisis estadístico presentan valores bajos (cero), que permiten afirmar que la experiencia realizada es confiable, y no presenta desviaciones estadísticas que influyan en su análisis.
2. Todos los volúmenes obtenidos son iguales a su media.
3. La precisión en los resultados fue elevada.
4. Las resinas de intercambio iónico, adecuadamente tratadas, permiten determinar de forma rápida y eficiente el contenido iónico de una disolución dada.
5. Los procesos de lavado de la resina son de vital importancia para que el proceso de intercambio iónico se desarrolle a cabalidad.
6. La reacción de neutralización es rápida y se distinguió el punto final de la titulación mediante la presencia del cambio de color.
7. El método es bastante sencillo y eficiente para la determinación de la concentración iónica total.
8. El intercambio se produjo efectivamente.

## CÁLCULOS TIPOS

1. Media aritmética del volumen de hidróxido de sodio (NaOH) empleado para la titulación de la solución de MgSO<sub>4</sub> y HCL:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

Donde:

$\bar{X}$ : Media aritmética del volumen de NaOH empleado (mL).

$X_i$ : Volumen de NaOH empleado para cada muestra (mL).

$n$ : Número de muestras (adim).

$$\bar{X} = \frac{10,10\text{mL} + 10,10\text{mL} + 10,10\text{mL} + 10,10\text{mL} + 10,10\text{mL} + 10,10\text{mL}}{6} = 10,10\text{mL}$$

2. Desviación Estándar:

$$\bar{\delta} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Donde:

$\bar{\delta}$ : Desviación Estándar (mL).

$$\bar{\delta} = \sqrt{\frac{(10,10 - 10,10)^2 + (10,10 - 10,10)^2 + (10,10 - 10,10)^2 + (10,10 - 10,10)^2 + (10,10 - 10,10)^2 + (10,10 - 10,10)^2}{6-1}}$$

$$\bar{\delta} = 0,00 \text{ mL}$$

3. Volumen Promedio de NaOH empleado para la titulación de la muestra:

$$V_{\text{NaOH}} = (10,10 \pm 0,00) \text{ mL}$$

4. Desviación Estándar Relativa:

$$\delta_{\text{RELATIVA}} = \frac{\bar{\delta}}{\bar{X}} \times 100$$

Donde:

$\delta_{\text{RELATIVA}}$ : Desviación Estándar Relativa (%).

$$\delta_{\text{RELATIVA}} = \frac{0,00\text{mL}}{10,10\text{mL}} \times 100 = 0,00\%$$

5. Límite de Confianza:

$$L.C. = \bar{X} \pm \frac{t \times \bar{\delta}}{\sqrt{n}}$$

Donde:

$L.C.$ : Límite de Confianza.

$t$ : depende de los grados de libertad y nivel de probabilidad.

El valor de  $t$  para un 95% de confianza con  $(6-1)=5$  grados de libertad es (conseguida en la tabla):

$$t = 2,57$$

$$L.C. = \bar{X} \pm \frac{t \times \bar{\delta}}{\sqrt{n}} = 10,10mL \pm \frac{2,57 \times 0,00mL}{\sqrt{6}}$$

$$10,10mL \geq L.C. \geq 10,10mL$$

ó

el  $L.C.$  es  $10,10mL$

6. Equivalentes de HCL iniciales contenidos en la alícuota de 25mL de solución:

$$\begin{aligned} eq^a NaOH &= eq^a HCL \\ eq^a NaOH &= V^a_{NaOH} \times N_{NaOH} \end{aligned}$$

Donde:

$eq^a NaOH$ : Equivalentes de NaOH antes del intercambio iónico.

$eq^a HCL$ : Equivalentes de HCL antes del intercambio iónico.

$V^a_{NaOH}$ : Vol. de NaOH empleado para titulación antes del intercambio iónico (mL).

$N_{NaOH}$ : Normalidad del NaOH (eq/L)

$$eq^a NaOH = 10,10mL \times 0,1008eq/L \times \frac{1L}{1000mL}$$

Incertidumbre de los equivalentes de HCL iniciales o su error:

$$\varepsilon_{eq^a NaOH} = eq^a NaOH \times \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{V^a_{NaOH}}}{V^a_{NaOH}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{N_{NaOH}}}{N_{NaOH}}\right)^2}$$

Donde:

$\varepsilon_{eq^a NaOH}$ : Error que presenta el  $eq^a NaOH$ .

$$\varepsilon_{eq^a NaOH} = 10,10mL \times 0,1008eq/L \times \frac{1L}{1000mL} \times \sqrt{\left(\frac{0,01mL}{10,10mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0002eq/L}{0,1008eq/L}\right)^2} = 0,000002$$

$$eq^a NaOH = (0,001018 \pm 0,000002) eq = \varepsilon_{eq^a HCL}$$

7. Equivalentes de HCL finales luego del intercambio iónico:

$$\begin{aligned} eq^b NaOH &= eq^b HCL \\ eq^b NaOH &= V^b_{NaOH} \times N_{NaOH} \end{aligned}$$

Donde:

$eq^b NaOH$ : Equivalentes de NaOH después del intercambio iónico.

$eq^b HCL$ : Equivalentes de HCL después del intercambio iónico.

$V^b_{NaOH}$ : Vol. de NaOH empleado para titulación después de intercambio iónico (mL).

$N_{NaOH}$ : Normalidad del NaOH (eq/L)

$$eq^b NaOH = 11,3 mL \times 0,1008 eq / L \times \frac{1L}{1000 mL}$$

Incertidumbre de los equivalentes de HCL finales o su error:

$$\varepsilon_{eq^b NaOH} = eq^b NaOH \times \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{V^b_{NaOH}}}{V^b_{NaOH}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{N_{NaOH}}}{N_{NaOH}}\right)^2}$$

Donde:

$\varepsilon_{eq^b NaOH}$ : Error que presenta el  $eq^a NaOH$ .

$$\varepsilon_{eq^b NaOH} = 11,30 mL \times 0,1008 eq / L \times \frac{1L}{1000 mL} \times \sqrt{\left(\frac{0,05 mL}{11,30 mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0002 eq / L}{0,1008 eq / L}\right)^2}$$

$$\varepsilon_{eq^b NaOH} = (0,001139 \pm 0,000006) eq = \varepsilon_{eq^b HCL}$$

8. Equivalentes de  $Mg^{+2}$  intercambiados:

$$eq Mg^{+2} = eq^b HCL - eq^a HCL = 0,001139 eq - 0,001018 eq$$

Incertidumbre de los equivalentes de  $Mg^{+2}$  intercambiados o su error:

$$\varepsilon_{eq Mg^{+2}} = \sqrt{\left(\varepsilon_{eq^b HCL}\right)^2 + \left(\varepsilon_{eq^a HCL}\right)^2}$$

Donde:

$\varepsilon_{eq^b HCL}$ : Error que presenta el  $eq^b NaOH$ .

$\varepsilon_{eq^a HCL}$ : Error que presenta el  $eq^a NaOH$ .

$$\varepsilon_{eq Mg^{+2}} = \sqrt{(0,000006)^2 + (0,000002)^2} = 0,000006 eq$$

Por lo tanto los equivalentes de  $Mg^{+2}$  intercambiados son:

$$eq Mg^{+2} = (0,000121 \pm 0,000006) eq$$

9. Masa de HCL presente en la solución antes del Intercambio.

$$m_{HCL} = \frac{eq^a HCL}{1eq / mol} \times PM_{HCL} \times 1000mg / g \times \frac{500mL}{25mL}$$

Donde:

$m_{HCL}$  : Masa de HCL en la solución original (mg).

$$m_{HCL} = \frac{0,001018eq}{1eq/mol} \times 36,5g / mol \times 1000mg / g \times 20$$

Incertidumbre de la masa de HCL en la solución original o su error:

$$\varepsilon_{m_{HCL}} = m_{HCL} \times \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{eq^a HCL}}{eq^a HCL}\right)^2}$$

Donde:

$\varepsilon_{m_{HCL}}$  : Error que presenta el  $m_{HCL}$ .

$$\varepsilon_{m_{HCL}} = \frac{0,001018eq}{1eq/mol} \times 36,5g / mol \times 1000mg / g \times 20 \times \sqrt{\left(\frac{0,000002eq}{0,001018eq}\right)^2}$$

$$\varepsilon_{m_{HCL}} = 1,46 \text{ mg}$$

Por lo tanto la masa de HCL en la muestra original es:

$$m_{HCL} = (743,14 \pm 1,46) \text{ mg}$$

10. Masa de MgSO<sub>4</sub> presente en la solución antes del Intercambio.

$$m_{MgSO_4} = \frac{eqMg^{+2}}{1eq / mol} \times PM_{MgSO_4} \times 1000mg / g \times \frac{500mL}{25mL}$$

Donde:

$m_{MgSO_4}$  : Masa de MgSO<sub>4</sub> en la solución original (mg).

$$m_{MgSO_4} = \frac{0,000121eq}{1eq / mol} \times 120,37g / mol \times 1000mg / g \times \frac{500mL}{25mL}$$

Incertidumbre de la masa de MgSO<sub>4</sub> en la solución original o su error:

$$\varepsilon_{m_{HCL}} = m_{MgSO_4} \times \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{eqMg^{+2}}}{eqMg^{+2}}\right)^2}$$

Donde:

$\varepsilon_{m_{MgSO_4}}$  : Error que presenta el  $m_{MgSO_4}$ .

$$\varepsilon_{m_{MgSO_4}} = \frac{0,000121eq}{1eq / mol} \times 120,37g / mol \times 1000mg / g \times \frac{500mL}{25mL} \times \sqrt{\left(\frac{0,000006eq}{0,000121eq}\right)^2}$$

$$\varepsilon_{m_{MgSO_4}} = 14,44 \text{ mg}$$

Por lo tanto la masa de HCL en la muestra original es:

$$M_{MgSO_4} = (291,26 \pm 14,44) \text{ mg}$$