

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

TURBIDIMETRÍA

INFORME N° 9.
PRESENTADO POR LOS BRS.:
WILLIAM CHEN CHEN
C.I.: 16.113.714
YUSMARY DE ABREU
C.I.: 15.914.973

CARACAS, 18 FEBRERO DE 2004.

RESUMEN

Cuando la radiación electromagnética atraviesa una solución, esta puede ser absorbida o dispersada; depende de las propiedades de la solución. Cuando la radiación es dispersada se usan la turbidimetría, que se basa en la medición de la intensidad de la luz transmitida como una función de la concentración de la fase dispersa; esta técnica se usa para determinar la cantidad de material sólido en una suspensión coloidal.

En estos análisis se tiene en cuenta que tan grande son las partículas puesto que se desean medir aquellas que tienen un tamaño entre 1 y 10^3 nanómetros; teniéndose que agregar una solución de etanol-glicerol que ayuda a estabilizar la suspensión y también cloruro de sodio y ácido clorhídrico en solución para inhibir el crecimiento de microcristales de BaSO_4 .

El objetivo general de la práctica fue la determinación de sulfato (SO_4) de una muestra problema mediante el uso de la técnica de turbidimetría, la cual consiste en la medición de la turbidez de una solución, es decir, la propiedad óptica que hace que la radiación incidente en ella sea dispersada y absorbida, más que transmitida en línea recta a través de la muestra, y es ocasionada por la presencia de materia suspendida en líquido.

Entre los objetivos específicos se encuentra la medición de absorbancia para varias soluciones, la construcción de una curva de calibración de absorbancia vs concentración (ppm) y la determinación de la masa de sulfato de la muestra problema.

Para el logro de estos objetivos, se prepararon varias soluciones patrones de distintas concentraciones, a partir de una solución estándar de sulfato de 96 ppm, preparando además la muestra problema, disolviendo una muestra sólida de sulfato. A alícuotas iguales de todas estas soluciones, a la muestra problema, se les añadió una solución acondicionadora de NaCl, HCl, glicerol y etanol disueltos en agua agitándolas durante 2 minutos, tiempo después del cual se agregó un poco de $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ para formar la suspensión de BaSO_4 , agitando durante un minuto más, midiendo posteriormente la transmitancia de cada una con ayuda de un Spectronic 20 debidamente calibrado. Se tuvo especial cuidado en mantener las mismas condiciones de operación para todas las muestras para obtener resultados reproducibles.

Posteriormente, con los datos recogidos de transmitancia para las muestras problemas, se construyó la curva de calibración de absorbancia vs concentración, a través de la cual fue posible hallar la concentración de la muestra problema, y con ésta y los factores de dilución correspondientes, se determinó la cantidad de sulfato en la muestra (g), reportando el resultado en términos de MgSO_4 .

La curva de calibración obtenida se puede considerar una buena aproximación ya que la correlación, R^2 , resultó cercano a uno. Además se observa que dicha curva pasa aproximadamente por el origen, lo que implica que cumple con la Ley de Beer.

OBJETIVO

1. Construir la curva de calibración A vs C (ppm).
2. Determinar a partir de la curva de calibración la concentración de una muestra problema.
3. Determinar la cantidad de sulfato de magnesio en la muestra a partir de la concentración de la misma y tomando en cuenta los factores de dilución.
4. Aplicar la técnica de la turbidimetría como una técnica de análisis químico.
5. Distinguir entre la turbidimetría y la nefelometría.

MARCO TEÓRICO

Los componentes insolubles presentan problemas para su análisis de concentración en una solución por medios ópticos. Bajo ciertas condiciones es posible determinar la concentración de un ion que precipita en su forma de sal a partir de sus propiedades ópticas. Tales propiedades de una solución varían de acuerdo a la concentración de la fase dispersa en la suspensión. Cuando se hace incidir una fuente de radiación electromagnética, como por ejemplo la luz de una bombilla, la energía radiada a la suspensión es disipada en parte por absorción, y en parte por reflexión y refracción, mientras que la restante es transmitida.

Mediante la aplicación de la ley de Lambert – Beer es posible determinar el valor de la concentración de una solución en base a la relación entre la energía emitida por una fuente y la absorbida por un cuerpo. Es posible medir así con la ayuda de un espectrofotómetro la relación entre la energía emitida y la energía absorbida por la muestra mediante la medición de los valores de transmitancia y absorbancia.

La ley de Lambert – Beer establece que:

$$A = - \log (T) = K b C$$

Donde:

A : Valor de la absorbancia.

T : Valor de la transmitancia.

k : Constante de absortividad.

b : Ancho de la cubeta donde se encuentra la muestra.

C : concentración de la muestra.

De esta forma, como k y b son constantes para diferentes muestras de una misma sustancia a concentraciones diferentes, es posible establecer que la absorbancia en función de la concentración debe ser una línea recta que pasa por el origen.

Utilizando este principio es posible con ayuda de un espectrofotómetro determinar el valor de la concentración de una muestra desconocida a partir de una curva de calibración de absorbancia en función de la concentración.

En el caso de una suspensión, realizar un análisis de la concentración con ayuda de un espectrofotómetro implica el control de ciertas variables que pueden alterar los valores de lectura. Cuando bajo ciertos ángulos se hace incidir una radiación electromagnética, debido a las partículas en suspensión se producen reflexiones de radiación que afectan y hacen perder un porcentaje de radiación, y por lo tanto se altera la lectura de transmitancia y absorbancia.

La energía dispersada por la fase dispersa de una suspensión es la base del análisis nefelométrico. De igual forma la relación de la energía transmitida a través de la fase dispersa como función de la concentración de esta fase es función del análisis turbidimétrico.

Es posible de esta forma aplicando la ley de Lambert – Beer determinar la concentración de la fase dispersa de una suspensión. Un ejemplo de la aplicación de este análisis es la determinación de la concentración de suspensiones diluidas de sulfato de bario.

Debido a que los valores de energía transmitida y dispersada por la fase dispersa de la suspensión dependen de la concentración de los iones que se unen para formar el precipitado (en este caso el sulfato y el bario), las cantidades de las demás sustancias presentes, la temperatura y la velocidad de la mezcla, se deben controlar.

En el caso de la formación de sulfato de bario a partir de una sustancia sulfatada y cloruro de bario, la velocidad de reacción depende de la cantidad de cloruro de bario presente. Para controlar la turbulencia de la suspensión, garantizar la suspensión del sulfato de bario y minimizar el efecto de otros iones presentes en la solución es necesaria la utilización de una solución acondicionadora formada por cloruro de sodio, ácido clorhídrico y una mezcla de glicerol y alcohol isopropílico. La finalidad de esta solución es controlar el tamaño de los cristales de sulfato de bario, los cuales alteran los valores de radiación que se desean medir y minimizar el efecto de otros iones con la presencia del cloruro de sodio y el ácido clorhídrico. Por otra parte la mezcla glicerol-alcohol isopropílico se utiliza para lograr estabilizar la turbulencia de la mezcla y hacerla uniforme a lo largo de la cubeta que contiene los iones. Adicionalmente se hace necesario que el tiempo de mezclado de la solución y de reacción sea el mismo y a una velocidad igual, para garantizar las mismas condiciones con todas las muestras que se desean analizar.

DATOS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan los datos recopilados durante el desarrollo de la experiencia de laboratorio:

Tabla N° 1. Volúmenes empleados de la solución madre para la preparación de las soluciones patrones

Concentración de la solución patrón (ppm)	Volumen de la solución madre (mL)
67,2	65,0
57,6	67,5
48,0	71,0
38,4	81,5

Tabla N° 2. Transmitancia de las soluciones patrones

Concentración de la solución patrón, C_{PATRON} (ppm)	Transmitancia ($T \pm 0,5$) %
67,2	65,5
57,6	67,5
48,0	71
38,4	81,5

Tabla N° 3. Transmitancia de la muestra problema.

Transmitancia de la muestra problema ($T_{MUESTRA} \pm 0,5$) %	68,0
--	------

RESULTADOS

Tabla N° 4. Absorbancias de las muestras patrones experimentales.

Concentración de la solución patrón (ppm)	Absorbancia (adim.)
67,2	0,184
57,6	0,171
48	0,149
38,4	0,089

Tabla N°5. Datos de la curva de calibración

Ecuación	Coeficiente de determinación (R^2)
$A = 0,0029 \cdot C - 0,0028$	0,9716

Tabla N°6. Concentración de la muestra problema

Absorbancia, A_{MUESTRA}	Concentración, C (ppm)
0,167	$58,72 \pm 8,39$

Tabla N°7. Promedios de las concentraciones y absorbancias experimentales.

Concentración Promedio, $\bar{C}$ (ppm)	Promedio Absorbancia, $\bar{A}$
52,8	0,148

Tabla N° 8. Datos de concentración y emisividad de los patrones por el ajuste lineal.

Patrón	Concentración, (ppm)	Absorbancia, (adim)
1	67,2	0,19768
2	57,6	0,16984
3	48	0,142
4	38,4	0,11416

Tabla N° 9. Masa de sulfato presente en la muestra problema.

Masa de Sulfato en la muestra problema	$(0,37 \pm 0,05)\text{g}$
--	---------------------------

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La Tabla N° 4 muestra la absorbancia calculada para cada una de las soluciones patrón, éstos valores son los empleados para la construcción de la curva de calibración del Spectronic 20 (equipo empleado para el análisis turbidimétrico). Al realizar la curva de calibración para los valores de absorbancia con respecto a los de concentración de los patrones (tabla N° 4), se puede apreciar que varía linealmente en función de la concentración de sulfato, tal como se esperaba. Aún cuando la tendencia no es exactamente una recta (ya que el valor de R^2 es 0,9716) si se aproxima bastante a dicha forma y las desviaciones de la linealidad se pueden deber a errores en la preparación de las soluciones patrón, donde éstos afectan directamente la concentración de las muestras, afectando de manera significativa la tendencia de la curva de calibración, *lo cual influyó en los valores obtenidos de absorbancia y por ende no se obtuvo perfectamente una recta*. La Figura N° 1 es la representación gráfica de la curva de calibración del equipo utilizado.

Con el valor de R^2 obtenido se comprueba que se trabajó dentro del rango de la linealidad entre la absorbancia y la concentración de las diversas soluciones; es decir, se escogió una longitud de onda óptima, donde la absorbancia no varía demasiado al variar la longitud de onda y con una alta sensibilidad; lo que garantiza la obtención de datos experimentales adecuados y que permitan un ajuste lineal preciso de los mismos. Sin embargo la curva de calibración obtenida no pasa por el origen, esto se le atribuye a errores relacionados con el tarado del equipo, es decir, cuando al ajuste en el 0% y el 100% de transmitancia del equipo.

La masa de sulfato presente en la muestra problema fue de 0,37g de sulfato de magnesio. Es importante señalar que el verdadero valor de sulfato presente en la muestra debe encontrarse cerca del obtenido experimentalmente, ya que el estudio de las interacciones de la radiación electromagnética con la materia es uno de los métodos más exactos utilizado en los análisis químicos; en la presente experiencia se utilizó específicamente el análisis turbidimétrico. Este método basado en la Ley de Lambert – Beer, permite la obtención de la concentración de una solución en base a la relación entre la energía emitida por una fuente y la absorbida por un cuerpo.

CONCLUSIONES

- El selección del método de turbidimetría fue acertado.
- Los datos obtenidos a partir de las soluciones patrones se ajustaron a una recta con un coeficiente de regresión igual a 0,95, demostrando la validez de la analogía con la Ley de Beer.
- La curva de calibración obtenida no pasa por el origen, esto se le atribuyó a errores experimentales en el tarado del Spectronic 20.
- La correcta preparación de los patrones es de gran importancia para el efectivo ajuste de los puntos obtenidos experimentalmente que da origen a la construcción de la curva de calibración, la cual es posteriormente empleada para los subsiguientes cálculos requeridos en la práctica.

CÁLCULOS TIPOS

A partir de los datos de transmitancia obtenidos en el laboratorio (para cuatro patrones de sulfato de diferentes concentraciones), determina la absorbancia respectiva. A partir de estos últimos se les realizó un ajuste lineal (tomando en cuenta que la absorbancia es proporcional a la concentración) con los valores de la tabla N° 4:

1. Absorbancia de la muestra patrón:

$$A_{PATRÓN} = \log_{10} \left(\frac{1}{T_{PATRÓN}} \right)$$

Donde:

$A_{PATRÓN}$: Absorbancia de la muestra patrón (adim)

$T_{PATRÓN}$: Transmitancia de la muestra patrón (adim)

Para el patrón de concentración 62,7 ppm se tiene que:

$$A_{PATRÓN\ 62,7\ ppm} = \log_{10} \left(\frac{1}{0,655} \right) = 0,184$$

2. Absorbancia de la muestra problema:

$$A_{MUESTRA} = \log_{10} \left(\frac{1}{T_{MUESTRA}} \right)$$

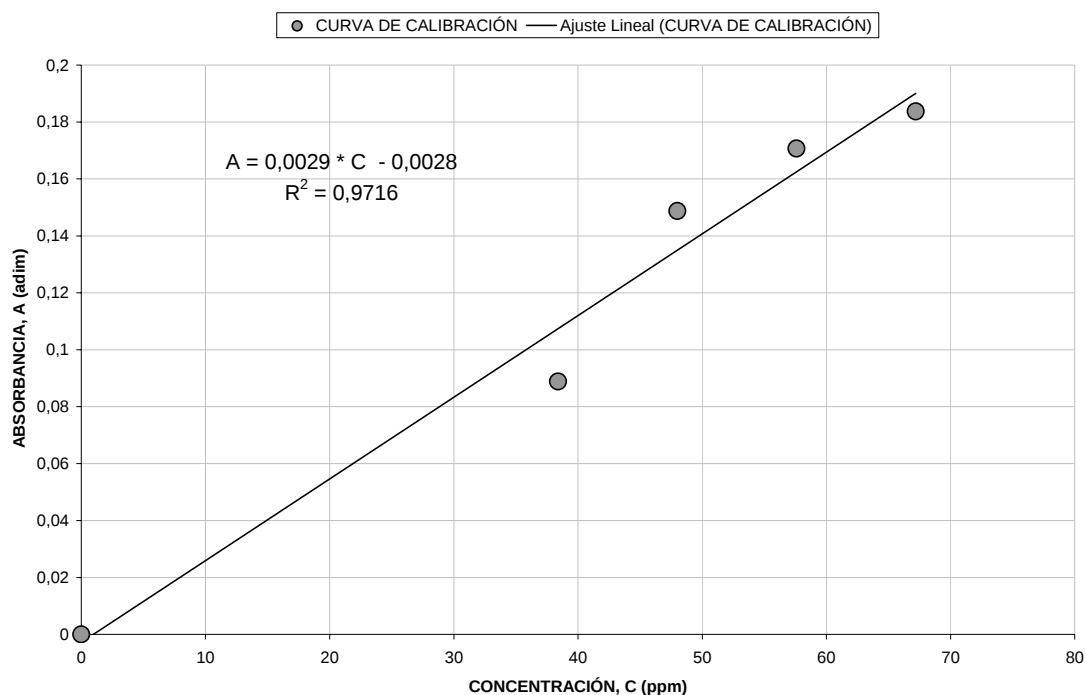
Donde:

$A_{MUESTRA}$: Absorbancia de la muestra (adim)

$T_{MUESTRA}$: Transmitancia de la muestra (adim)

$$A_{MUESTRA} = \log_{10} \left(\frac{1}{0,68} \right) = 0,167$$

FIGURA N° 1. CURVA DE CALIBRACIÓN



3. Determinación de la concentración de sulfato en la muestra problema.

Introduciendo el valor de absorbancia, A_{MUESTRA} , determinado experimentalmente para la muestra problema, en la ecuación de la recta del ajuste lineal obtenido que se presenta en la Tabla N° 5, se obtiene el valor de concentración, C, correspondiente a dicha solución o muestra problema en partes por millón.

$$C = \frac{(A + 0,0028)}{0,0029}$$

Donde:

A: Absorbancia de la solución (adim).

C: Concentración de la solución (ppm).

$$C_{\text{MUESTRA}} = \frac{(0,167 + 0,0028)}{0,0029} = 58,72 \text{ ppm}$$

Incertidumbre de la concentración de sulfato o su error:

$$A_{y/x} = \sqrt{\sum \frac{(A_{EXPi} - A_{CALIBRAi})^2}{n - 2}}$$

Donde:

$A_{y/x}$: Dato estadístico.

A_{EXPi} : Valor de absorbancia obtenida experimentalmente.

$A_{CALIBRAi}$:Valor de absorbancia obtenido a partir del ajuste lineal.

i: Cada uno de los patrones.

n: Número de patrones.

$$A_{y/x} = \sqrt{\frac{(0,184 - 0,198)^2 + (0,171 - 0,170)^2 + (0,149 - 0,142)^2 + (0,089 - 0,0028)^2}{4 - 2}}$$

$$A_{y/x} = 0,021$$

$$\varepsilon_{C_{MUESTRA}} = \frac{A_{y/x}}{b} \cdot \sqrt{\left(1 + \frac{1}{n} + \frac{(A_{MUESTRA} - \bar{A})^2}{b^2 \sum (C_{PATRONESi} - \bar{C})^2}\right)}$$

Donde:

$\varepsilon_{C_{MUESTRA}}$: Incertidumbre de la concentración sulfato la muestra.

b : Pendiente de la recta de regresión

n : Número de puntos con los cuales se construye la recta

$A_{MUESTRA}$: Valor experimental de absorbancia de la muestra problema.

$\bar{A}$: Promedio de los valores de absorbancia experimentales.

$C_{PATRONESi}$: Concentraciones de las soluciones patrones (ppm).

$\bar{C}$: Promedio de las concentraciones de los patrones (ppm).

$$\bar{A} = \frac{0,184 + 0,171 + 0,149 + 0,089}{4} = 0,148$$

$$\bar{C} = \frac{67,2ppm + 57,6ppm + 48ppm + 38,4ppm}{4} = 52,8ppm$$

$$\sum (C_{PATRONESi} - \bar{C})^2 = (67,2 - 52,8)^2 + (57,6 - 52,8)^2 + (48 - 52,8)^2 + (38,4 - 52,8)^2 = 460,8$$

$$\varepsilon_{C_{MUESTRA}} = \frac{0,021}{0,0029} \cdot \sqrt{\left(1 + \frac{1}{4} + \frac{(0,167 - 0,148)^2}{0,0029^2 \times 460,8}\right)} = 8,39ppm$$

Por lo tanto la concentración de la muestra problema es:

$$C_{MUESTRA} = (58,72 \pm 8,39) ppm$$

4. Masa de Sulfato en la muestra problema:

$$m_{MgSO_4} = C_{MUESTRA} \times V_{SOLUCIÓN} \times \frac{V_{DISOLUCIÓN}}{V_{DISOLUCIÓN}} \times \frac{PM_{MgSO_4}}{PM_{SO_4^2}}$$

$$m_{MgSO_4} = 58,72ppm \times 0,5L \times \frac{100mL}{10mL} * \frac{120,37mg MgSO_4 / mmol}{96,06mg SO_4 / mmol}$$

$$m_{MgSO_4} = 367,9mg = 0,37g$$

Incertidumbre de la masa de sulfato o su error:

$$\varepsilon m_{MgSO_4} = 0,37 \times \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{C_{MUESTRA}}}{C_{MUESTRA}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{V_{DISOLUCIÓN}}}{V_{DISOLUCIÓN}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{V_{ALÍCUOTA}}}{V_{ALÍCUOTA}}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{V_{SOLUCIÓN}}}{V_{SOLUCIÓN}}\right)^2}$$

$$\varepsilon m_{MgSO_4} = 0,37 \times \sqrt{\left(\frac{8,39ppm}{58,72ppm}\right)^2 + \left(\frac{0,03mL}{100mL}\right)^2 + \left(\frac{0,01mL}{10mL}\right)^2 + \left(\frac{0,08mL}{500mL}\right)^2} = 0,05g$$

Por lo tanto la masa de sulfato es:

$$m_{MgSO_4} = (0,37 \pm 0,05)g$$