

Análisis volumétrico vs absorción atómica en el laboratorio de ENSAYES de la comercializadora SAGO Import Export S.A. de C.V.

Análisis comparativo de la técnica de análisis volumétrico vs absorción atómica en el laboratorio de ENSAYES de la comercializadora SAGO Import Export S.A. de C.V.

Campos De La Cruz Antonio, Miguel Ángel Vázquez González y Victor Manuel Mejía Palma.

Cita:

Campos De La Cruz Antonio, Miguel Ángel Vázquez González y Victor Manuel Mejía Palma (2017). *Análisis comparativo de la técnica de análisis volumétrico vs absorción atómica en el laboratorio de ENSAYES de la comercializadora SAGO Import Export S.A. de C.V.* Análisis volumétrico vs absorción atómica en el laboratorio de ENSAYES de la comercializadora SAGO Import Export S.A. de C.V.

Dirección estable: <https://www.aacademica.org/antonio.campos.de.la.cruz/3>

ARK: <https://n2t.net/ark:/13683/pEhf/Kxg>



Esta obra está bajo una licencia de Creative Commons.
Para ver una copia de esta licencia, visite
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>.

Acta Académica es un proyecto académico sin fines de lucro enmarcado en la iniciativa de acceso abierto. Acta Académica fue creado para facilitar a investigadores de todo el mundo el compartir su producción académica. Para crear un perfil gratuitamente o acceder a otros trabajos visite: <https://www.aacademica.org>.

Análisis comparativo de la técnica de análisis volumétrico vs absorción atómica en el laboratorio de ENSAYES de la comercializadora SAGO Import Export S.A. de C.V.

¹Antonio Campos De La Cruz, ¹Miguel Ángel Vázquez González, ¹Victor Manuel Mejía Palma.

¹Laboratorio de ENSAYES Comercializadora SAGO Import Export S.A. de C.V.

RESUMEN.

En este reporte se establecen las condiciones y parámetros utilizados en el análisis volumétrico, para determinar la concentración del Zn en las distintas corridas. Para llevar a cabo dicha experimentación, se ensayaron diferentes muestras (muestra conocida, concentrado, colas y muestra 028) con diferentes reactivos, tomando una muestra de forma representativa y referencial, con el objetivo de hacer las comparaciones (forma cuantitativa) con el resto de las muestras. Se observó que mediante este método analítico se obtuvieron resultados favorables, ya que al repetirse la experimentación bajo las mismas condiciones y parámetros, los resultados reflejaron valores confiables.

INTRODUCCIÓN.

El análisis volumétrico es un método analítico cuantitativo ampliamente utilizado. Este método implica la medición del volumen de una solución de concentración conocida que se usa para determinar la concentración del analito [1]. *“La cantidad de una sustancia se determina midiendo el volumen que ocupa y el volumen de una segunda sustancia que se combina con la primera en proporciones conocidas”* [2].

La necesidad de determinar el concentrado de Zn de diferentes muestras de minerales provenientes de

distintas minas, así como establecer un estándar de procedimiento para las muestras conocidas, conlleva a determinar un método analítico. Para las muestras de Michoacán y el Monte, se realizan pruebas volumétricas en el laboratorio de ENSAYES, hasta el momento con el procedimiento establecido y estandarizado se han obtenido resultados certeros y confiables. El error aleatorio y sistemático siempre estará presente y a menudo dará como resultado, un punto final de cuantificación equivoca, punto en el que se detiene un análisis volumétrico, ya que no es exactamente el mismo que el punto equivalente entre la muestra conocida y la referencial.

MATERIALES.

En la tabla 1.1 se observan los materiales, equipos y reactivos utilizados para el análisis de la prueba de volumetría.

Tabla 1.1.- Materiales y reactivos para el análisis volumétrico [3].

MATERIALES Y EQUIPO	REACTIVOS
Parilla de gas	Ácido clorhídrico (HCl) al 36.5 %.
Balanza analítica Marca Mettler Toledo PR/SR	Ácido nítrico (HNO ₃) al 65.2%.
Espátula	Ácido nítrico (HNO ₃) al 65.2%.
Embudo de vidrio Pyrex de 65mm de diámetro	Cloruro de amonio (NH ₄ Cl)
Vasos de precipitados (250mL, 600mL)	Peróxido de amonio ((NH ₄) ₂ O ₂)
Vidrio de reloj de 65mm	Hidróxido de amonio (NH ₄ OH).
Pinzas para vaso de precipitado	Azul Bromotimol (C ₂₇ H ₂₈ Br ₂ O ₃ S) (0.1g de sal en 100ml de alcohol etílico)
Bureta de 50mL	Buffer de zinc (pH 7-8, 165g de acetato de amonio, 65g de Thiosulfato de sodio, 34g de Cloruro de amonio y aforar con agua desionizada a 1000mL)
Frascos Goteros	Anaranjado de xilenol (500mg de sal, disolver en 100mL de agua desmineralizada)
Picetas de 500mL	Ácido etilendiaminotetraacético (EDTA)
Papel filtro Whatman No. 91	
Agitador de polietileno	
Brochas de pelo de camello	
Cuchara de polietileno	

Para la preparación de la solución EDTA, se tomó como referencia la siguiente estandarización [3]:

- Pesar 0.150 mg de Zinc químicamente puro.
- Colocar la lámina o granalla de Zinc en un vaso de 600mL.
- Agregar 100mL de agua desionizada más 10mL de ácido clorhídrico.
- Poner a hervir hasta que se disuelva el Zinc.

- Sacar, enfriar y lavar la tapa y las paredes del vaso en un vaso aforar a 200mL.
- Poner 3 gotas de azul de bromotimol, pasar a básico con hidróxido de Amonio.
- Se neutraliza adicionar ácido clorhídrico al 50% lentamente agitando la solución hasta tener un cambio de color azul a amarillo.
- Adicionar 30mL de solución buffer más 3 gotas de anaranjado de xilenol.
- Calcular el factor (véase Ecuación 1).

$$\% \text{ de Zn} = \frac{FML100}{W} \dots \dots \dots (1)$$

Dónde:

(F) Factor=de solución de EDTA (g de Zn/mL gastados de EDTA).

ML= De solución de EDTA gastados en titulación de solución problema.

W= Peso de la muestra.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

1.- Se pesan las muestras de interés, así como una muestra conocida como referencia (0.250 g en una báscula analítica).

2.- Se vierte el material previamente pesado en un vaso de precipitado de 250 mL, adicionando 15 mL de ácido clorhídrico (HCl) al 36.5 %. Enseguida se lleva a fuego lento por 10 minutos aproximadamente.

3.-Se agrega 10 mL de ácido nítrico (HNO₃) al 65.2%. Llevando a fuego lento durante 10 minutos. Se retira del fuego y se deja enfriar por 5 minutos.

4.- Se colocan 1 g de cloruro de amonio (NH₄Cl), 4 gotas de peróxido de amonio ((NH₄)₂ O₂) y se afora con agua destilada a 50 ml, por último se vierten 20 ml de hidróxido de amonio (NH₄ OH).

5.- Se coloca al fuego agitando con pinzas para evitar posibles explosiones, una vez que la muestra se halla consumido hasta 50 ml del vaso de precipitado se retira del fuego.

6.- En un embudo se coloca papel filtro. Se lleva acabo el filtrado colocándolo en un vaso de precipitado de 600 ml, el sedimento obtenido se

enjuaga con agua destilada previamente calentada, hasta obtener 200 ml del filtrado.

7.- El sedimento lavado se recupera con ayuda de agua destilada, colocándolo en vaso de precipitado de 250 ml usado anteriormente, volviendo a agregar 1 g de (NH₄Cl) ,5 ml de (HCl) y 20 ml de (NH₄ OH). Repitiendo el paso 5 y 6.

8.- Posteriormente se agregan 3 gotas de azul de bromotimol (C₂₇H₂₈Br₂O₅S) acompañado de una agitación, enseguida se adiciona por goteo (HCl) al 50 %, hasta que la solución se aclare.

9.- Se adicionan 30 ml de Buffer de zinc y 3 gotas de anaranjado de xilenol precedida de una agitación para dar paso a la titulación.

10.- En una bureta de 50 ml se vierten ácido etilendiaminotetraacético (EDTA). A continuación se mezclan la solución antes preparada tomando encuentra los mililitros gastados al cambio de color de la solución azul cielo a amarillo.

11.- Para obtener la concentración de Zn, esta se calcula mediante la siguiente formula (Ecuación 2).

$$\% \text{ de Zn} = \frac{(mL \text{ gastados})(factor)(0.005)(100)}{\text{peso de la muestra}} \dots \dots (2)$$

Para automatizar el cálculo del % de Zn se optó por diseñar un programa en LabView. Imagen 1.

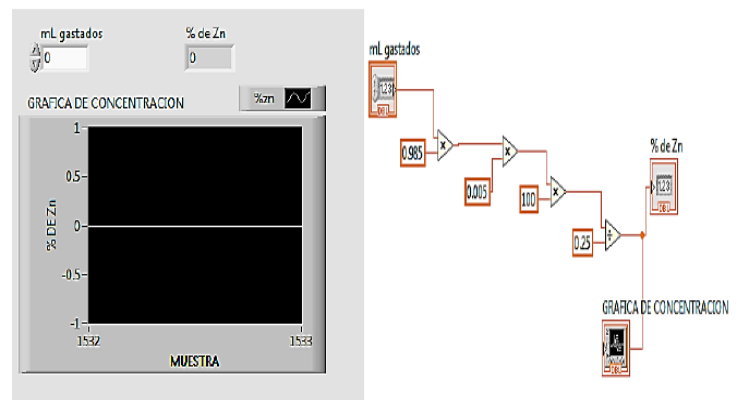


Imagen 1.- Programación en el software Labview[®] para la obtención de % del Zn.

Para deducir a una expresión menor la fórmula del % de Zn, se aplicó la serie de Taylor, dando como resultado las siguientes ecuaciones (3 y 4).

$$\% \text{ de Zn} = \frac{197x}{200} \dots \dots \dots (3)$$

Donde:

X=mL gastados

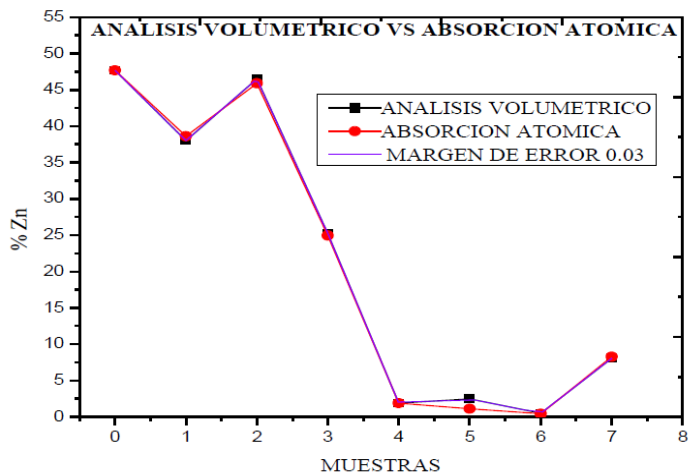
Condición de borde=muestras de 0.500g

$$\% \text{ de Zn} = \frac{197y}{100} \dots \dots \dots (4)$$

Donde:

Y=mL gastados

Condición de borde=muestras de 0.250g



Gráfica 1.- Análisis volumétrico de las distintas muestras.

ANÁLISIS DE RESULTADOS:

En la siguiente grafica (1) se puede observar los valores arrojados del análisis volumétrico y por absorción, en ella se aprecia que los valores por volumetría presentan una mínima diferencia en comparación con absorción atómica. Sin embargo para la cola #4 (muestra 4, véase tabla 1.2) se observa una discrepancia entre los dos métodos para Volumetría se obtuvo un resultado de 2.46% de Zinc mientras que por absorción 1.1% de Zinc.

Existe el margen de error de ± 1.36 aproximadamente. Lo anterior se atribuye al manejo incorrecto de la bureta, donde al momento de la titulación, el personal descuidó el goteo del EDTA obteniendo un valor incorrecto.

En la tabla 1.3 se muestra una comparación general de análisis estadístico en donde se observa la desviación estándar y la mediana la diferencia entre los valores de volumetría y absorción reflejan un margen de error mínimo excepto la cola #4 que presenta una diferencia significativa resultado de lo discutido en el párrafo anterior.

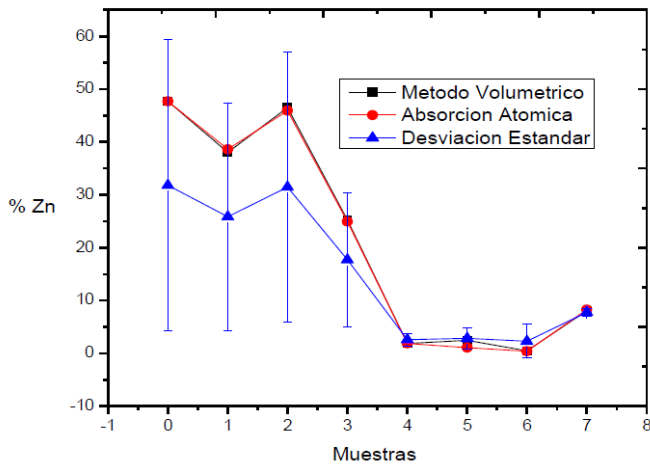
Concluyendo que es de gran importancia el cuidado y manejo del material, así como la observación al momento de llevar acabo el ensaye, mostrando confiabilidad ambos métodos. Sin embargo es importante recalcar la diferencia entre estos métodos como se muestra en la tabla 1.4 respectivamente.

Tabla 1.2 Resultados de % de Zn por volumetría y absorción atómica.

NOMBRE	NUMERO	% Zn (método volumétrico)	% Zn (absorción atómica)
Muestra conocida	0	47.67	47.67
Muestra concentrada rotger	1	38.021	38.61
Concentrado #4	2	46.49	45.9
Concentrado #5	3	25.216	24.92
Cola #3	4	1.87	1.9
Cola#4	5	2.46	1.1
Cola #5	6	0.49	0.42
Muestra 028	7	8.07	8.27

Tabla 1.3.- Análisis general estadístico de las muestras ensayadas.

NUMERO	% Zn (método volumétrico)	% Zn (absorción atómica)	Media (μ)	Desviación Estándar (σ)
0	47.67	47.67	31.78	27.52229
1	38.021	38.61	25.877	21.54613
2	46.49	45.9	31.46333	25.5177
3	25.216	24.92	17.712	12.74183
4	1.87	1.9	2.59	1.22119
5	2.46	1.1	2.85333	1.97953
6	0.49	0.42	2.30333	3.2016
7	8.07	8.27	7.78	0.68286



Grafica 2.- Barras de error de las muestras de ensaye.

Tabla 1.4 Comparación general entre Análisis volumétrico vs Absorción atómica.

Utilidades	Análisis Volumétrico	Absorción Atómica
Tiempo	Aproximadamente 1 hora por muestra	Aproximadamente 15 minutos por muestra
Costo	Aparentemente mayor	Aparentemente menor
Manejo del material	Manipulación complicada	Manipulación simple
Cantidad de muestras analizadas	10 muestras por día apróx.	40 por día apróx.
Elementos analizados en una sola muestra	Una (Zn)	Cinco (Ag, Pb, Zn, Cu, Fe, As, Sb)
Cantidad de reactivos utilizados	Trece	Cuatro

CONCLUSIONES.

1. Los análisis arrojados por el método volumétrico y el método de absorción atómica fueron influyentes, al obtener resultados favorables por los dos métodos, ya que la complejidad del método volumétrico resulta con un procedimiento extenso y con un alto consumo de reactivos.

2. En el método experimental por absorción atómica, los resultados fueron eficientes y con un nivel de consumo de reactivos mínimo, tomando en cuenta que el tiempo para tomar lectura de resultados en el equipo de absorción es corto relativamente vs volumetría.

3. Los resultados obtenidos en volumetría donde se realizaron 8 muestras se obtuvo una lectura con un margen de error mínimo ya que los resultados fueron comprobados por el equipo de absorción atómica, obteniendo una variación del ± 0.03 en el

total de las muestras, indicando que los métodos experimentales fueron realizados correctamente, desde su preparación hasta su lectura final.

4. Como se puede observar en la tabla 1.4 el equipo de absorción atómica tiene grandes ventajas por lo cual para futuras ensayes se recomendaría, ampliamente este método.

REFERENCIAS.

1. <http://www.wiredchemist.com/chemistry/instructional/laboratory-tutorials/volumetric-analysis>.

2. <http://chemistry.tutorvista.com/analytical-chemistry/volumetric-analysis.html>.

3.-Departamento de laboratorio y Ensaye. Manual de procedimiento. Jorge Arturo Coello Gutiérrez.