

CERTIFICACIÓN DE UNA DISOLUCIÓN DE CLORURO DE SODIO POR EL MÉTODO GRAVIMÉTRICO

Moreno Ramírez G

Metrología de Materiales Metálicos, Centro Nacional de Metrología
km. 4,5 carretera a los Cués Mpio. Del Marqués, Querétaro
(442) 11-05-00 ext. 3940
mmoreno@cenam.mx

Resumen: Una de las formas de certificar materiales de referencia es emplear un Método Primario. CCQM* reconoce el Método de Gravimetría con potencialidad a ser método primario para la medición de cantidad de substancia que demuestra trazabilidad al SI.

El método gravimétrico se ha desarrollado en el CENAM, al momento, se han certificado las disoluciones espectrométricas de sodio, silicio y una disolución de cloruro de sodio. Para la disolución de cloruro de sodio, el cloruro se precipita como cloruro de plata se seca y es llevado a peso constante.

En este trabajo se presenta una descripción de uno de los métodos empleados para la certificación de la disolución de cloruro de sodio de 100 meq/L y las fuentes de incertidumbre involucradas en el proceso de medición así como su aportación en términos de incertidumbre relativa.

* CCQM, Comités Consultatifs pour la Quantité de Matière

INTRODUCCION

El Método de Gravimetría es considerado un método clásico ya que fue uno de los métodos con los que se inició la química analítica cuantitativa, su aplicación ha prevalecido hasta nuestros días y aún más, es reconocido por el CCQM por su alto nivel metrológico en el ámbito de metrología química ya que cuenta con un nivel de incertidumbre relativa de (0,2 a 1)%. Su fundamento teórico se describe y se entiende perfectamente en términos del Sistema Internacional de Unidades (SI).

El método Primario de Gravimetría basa su principio en la medición de la cantidad de substancia de un analito, por medio de la medición de masa de un producto insoluble, proveniente de una reacción química estequiométrica (o serie de reacciones) en las cuales está involucrado el analito de interés. La ecuación general que rige la medición en el Método de Gravimetría es la ecuación 1:

donde,

$$a \cdot nd = b \cdot nw \quad \dots \quad (1)$$

nd = Cantidad de analito a ser determinado.

nw = La cantidad de analito insoluble a ser pesado.

a y b = Enteros estequiométricos, los cuales definen la relación entre el analito a medir y el analito precipitado a ser pesado.

En el CENAM, la certificación de disoluciones espectrométricas de sodio y silicio así como la certificación de la disolución de cloruro de sodio han permitido el desarrollo del Método Gravimétrico.

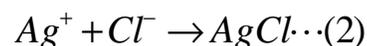
El método consta de varias etapas en donde cada una de ellas emplea su equipo específico y reactivos químicos.

Las etapas son: secado de la muestra, pesado, disolución, digestión, filtración, calcinación y peso constante.

EXPERIMENTAL

Para la medición del contenido de cloruros en la disolución de cloruro de sodio, fue empleado el método gravimétrico directo.

El método gravimétrico directo de la medición de cloruro, como cloruro de plata; está basado en la insolubilidad del mismo en ácido nítrico diluido llevándose a cabo la siguiente reacción 2:



El método consta de las etapas que se describen a continuación.

Muestreo

Se eligieron por muestreo estratificado, 4 botellas para ser empleadas en la medición de cloruro como cloruro de plata de un lote de 80 botellas.

Pesado de la muestra

En la balanza analítica con resolución de 0,1 mg mostrada en la figura 1 se pesaron aproximadamente 2,5 g de disolución de cloruro de sodio a cada vaso de precipitado y se adicionaron 100 mL de ácido nítrico diluido al 1 %.



Fig. 1 Balanza analítica y accesorios de pesada

Digestión de la muestra y formación del precipitado

El vaso con su contenido se colocó sobre parrilla de calentamiento a ligera ebullición y adicionaron 15 mL de nitrato de plata 0,1 N se agita suavemente y dejó reposar por 2 horas en la obscuridad.

Filtración

Previa a la filtración del precipitado de cloruro de plata, los crisoles de vidrio de filtración fueron seleccionados de acuerdo a su velocidad de filtración y a su tamaño de porosidad y puestos a peso constante. El precipitado se transfirió a los crisoles de filtración ver figura 2 y el vaso se lavó con 2 fracciones de 25 mL de agua acidulada aproximadamente al 1 % de ácido nítrico.

El precipitado fue lavado 4 veces con fracciones de 25 mL de la misma solución de lavado.

El sistema de filtración empleado es el de la figura 2.



Fig. 2 Sistema de filtración

Peso constante

El precipitado contenido en los crisoles de filtración fue sometido a secado a 120-130 ° C. El equipo para realizar esta etapa fue la estufa que se presenta en la figura 3 la que se verificó con un termómetro de exactitud de 0,1 °C.



Fig. 3 Estufa de secado

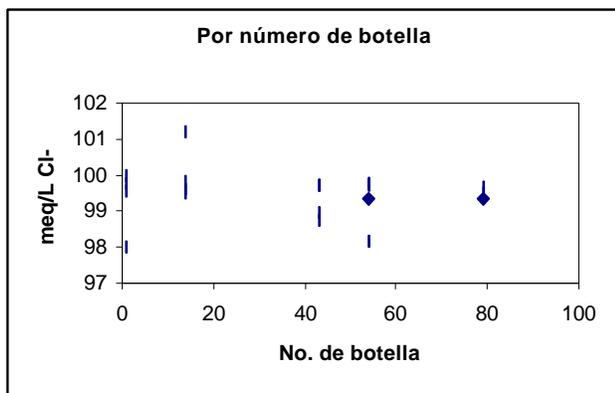
El criterio de peso constante considerado fue cuando la variación entre dos pesadas consecutivas fue de 0,0002 g. En esta etapa se pesó el cloruro como cloruro de plata.

RESULTADOS

El cloruro fue cuantificado por el método de gravimetría directo y el valor sugerido para este método de certificación fue de 99,7 con una incertidumbre combinada de 0,66 meq/L, estableciendo que la relación de cloruro y sodio es de 1, el valor sugerido se estableció para la disolución de cloruro de sodio. La ecuación con la cual se midió el cloruro fue la ecuación 3 y el significado de las variables involucradas se presenta en la tabla 1.

$$Cl^-_{\text{meq/L}} = \frac{(m_{AgCl} - m_c)M_{Cl^-}}{weq_{Cl^-} M_{AgCl} * m_{Cl^-}} * r \dots (3)$$

En la gráfica 1 se presenta una corrida por número de botella analizada; el eje de las abscisas corresponde al número de botella analizada y el eje de las ordenadas corresponde a la concentración de cloruro en meq/L.



Gráfica 1. Muestra la concentración en meq/L de cloruros por alicuota medida de cada botella analizada.

A continuación en la tabla 1 se presentan las fuentes de incertidumbre en la certificación de cloruro así como el aporte de incertidumbre en términos relativos de cada fuente al proceso de medición.

Fuente de incertidumbre	Identificación	Incertidumbre relativa
Masa de cloruro de plata	m_{AgCl}	$1,0 \times 10^{-6}$
Masa de crisol vacío	m_c	$1,0 \times 10^{-6}$
Masa de DMR 75 ³ disolución cloruro de sodio	m_{Cl^-}	$1,0 \times 10^{-5}$
Material de referencia	SRM	$1,7 \times 10^{-4}$
Masa molar de cloruro de plata	M_{AgCl}	$1,5 \times 10^{-5}$
Masa molar del cloruro	M_{Cl^-}	$1,04 \times 10^{-5}$
Peso equivalente del cloruro	Weq_{Cl^-}	$1,04 \times 10^{-5}$
Densidad	ρ	$2,0 \times 10^{-5}$
Reproducibilidad de la medición	R	$6,6 \times 10^{-3}$

Tabla 1 Fuentes de incertidumbre del proceso de medición de cloruros.

DISCUSIÓN

Para la certificación del material de referencia disolución de cloruro de sodio, con método gravimétrico, se midió el cloruro como cloruro de plata, la metodología involucra etapas críticas como son la de filtración y la etapa de pesado del precipitado de cloruro de plata. Para la etapa de filtración y dado que el precipitado era de textura fina, se seleccionaron los crisoles de filtración por su tamaño de porosidad, así como al tiempo de filtración, con lo cual se evitó que parte del precipitado de cloruro de plata pasara al filtrado; en la etapa de pesado el precipitado de cloruro de plata se pesó sin ser expuesto a la luz debido al proceso de oxidación generado por la luz. La incertidumbre relativa obtenida para esta certificación fue de 0,66 % lo que sugiere que se trabaje más en la optimización de las etapas anteriormente mencionadas del proceso de medición gravimétrico, así como en la estimación de otras fuentes de

incertidumbre que sin estar expresadas en el modelo matemático, tiene influencia en la incertidumbre total como lo son las pérdidas mecánicas, los blancos, las impurezas en el precipitado así como el residual en el filtrado.

CONCLUSIONES

Una vez evaluadas todas las fuentes de incertidumbre involucradas en el proceso de medición gravimétrica, así como la eficiente optimización del proceso de medición se aplicará directamente el método gravimétrico a la certificación de materiales de referencia.

REFERENCIAS

- [1] NIST, CENAM, SIM chemical Metrology Workshop, Classical Methods Course Note. México (1999) pp.1-81
- [2] Beck II C.M. "Classical Analysis: A Look at the Past, Present and Future" Analytical Chemistry, republication of 1991 A.page Report in special commemorative issue. Vol 66, N^o. 4 (1994) pp.224^a -239A
- [3] Beck II C.M. "Toward a Revival of Classical Analysis", *Metrología*, Vol 34 N^o 1(1997) pp. 19-30
- [4] Memorias de capacitación en el National Institute Standard and Technology