

Preparación de disoluciones de concentración conocida para calibraciones

La utilización de instrumentos de medida exige un trabajo previo de calibración de los instrumentos. Esto se debe a que estas medidas son indirectas, es decir, en realidad se mide otra magnitud relacionada de forma conocida con la que realmente queremos medir.

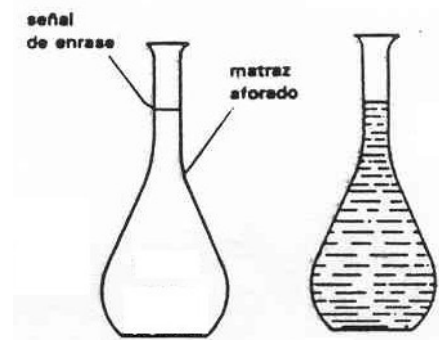
En este trabajo vamos a calibrar tres instrumentos (¹):

Conductímetro	Mide una corriente eléctrica relacionada con la concentración
pHmetro	Mide una diferencia de potencial relacionada con el pH
Colorímetro	Mide una absorción de luz relacionada con la concentración

En los tres casos, tendremos que preparar disoluciones-patrón muy precisas que mediremos con el aparato correspondiente. Obtendremos lecturas precisas y, con ellas, podremos ajustar la lectura del conductímetro o del pH-metro o bien obtener una tabla absorbancia-concentración con la que construiremos la “gráfica de calibración” del colorímetro. Esta gráfica nos permitirá medir disoluciones coloreadas de concentración desconocida de disoluciones con el mismo soluto con el que se calibró.

MATERIAL

- Balanza
- Matraz aforado de 50 cm³
- Vaso de precipitados de 100 cm³
- Vidrio de reloj
- Varilla para agitar
- Reactivos y disoluciones: ver en cada aparato
- Conductímetro, pH-metro y colorímetro



PROCEDIMIENTO

Recuerden que el procedimiento para preparar una disolución se puede resumir en:

- 1) Comprobar sobre el frasco de reactivo si tiene agua de hidratación (ya que afecta a la masa molecular) y su pureza (ya que modificará la masa de reactivo que necesitamos).
- 2) Realizar los cálculos necesarios para saber la masa o volumen de reactivo que debemos disponer.
- 3) Pesar en la balanza, utilizando un vidrio de reloj, la masa necesaria o medir el volumen de la disolución del producto original.
- 4) Disolver esa masa o volumen de disolución medidos en el vaso de precipitados con menos agua destilada de la que haya que meter en el matraz aforado.
- 5) Añadir el agua con el soluto al matraz aforado y enrasar. Para enrasar se añade un poco de agua destilada al vaso de precipitados (así se enjuagan los restos de soluto que queden en él) y se van añadiendo al matraz aforado hasta llegar a la línea del aforo)
Debido a la precisión que se necesita, un buen enrase es primordial. En el caso de añadir demasiada agua, se debe hacer de nuevo la disolución empezando desde el principio.
- 6) Rotular con un adhesivo la composición y concentración de la disolución.

Guía [pHmetro](#) Pasco

Guía [conductímetro](#) Pasco

Guía [colorímetro](#) Pasco

1 Este trabajo se hace con los módulos Pasco que contienen estos tres sensores conectables a ordenador que dan lecturas a través de su software.

Conductímetro.

Reactivo: KCl.

La conductividad se calibra con una disolución patrón de KCl 0,01M a 25°C, que debe tener una conductividad de 1413 Siemens/cm.

Calibrado.

Tras poner la sonda en una de las disoluciones-patrón, pulsar el botón **Calibrate**, que está junto a S/cm. Introducir en el cuadro de texto el valor de la conductividad de la disolución-patrón y pulsar **Set**. Salir con **OK**.

pH-metro.

Mantenimiento del electrodo: sumergir en una disolución 0,1 M de HCl durante un cuarto de hora y enjuagar con agua destilada antes de medir.

Calibrado.

Se calibra con una o dos disoluciones de pH conocido.

Típicamente se usan:

- Disolución 0,025M de trioxocarbonato(IV) de sodio (Na_2CO_3), con un pH a 25°C de 10,012
- Disolución de citrato de potasio ($\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{O}_7$) 0,05M, con un pH a 25°C de 3,776
- Disolución tampón acético/acetato. Una disolución 0,1M de ácido acético y 0,1M de acetato de sodio tiene un pH=4,74
- Disolución tampón amonio/amoniaco. Una disolución 0,1M de cloruro de amonio y 0,1M de hidróxido de amonio tiene un pH=9,25

Tras poner el electrodo en una de las disoluciones-patrón, pulsar botón **Calibrate**, introducir el valor del pH y pulsar **Set**. Repetir para la otra disolución patrón y salir con **OK**

Colorímetro.

Encender el colorímetro 10 minutos antes para que se estabilice.

Evitar el trabajo cerca de luces brillantes y evitar trabajar con disoluciones turbias.

Asegurarse de que el aparato está calibrado en absorbancia y no en transmitancia.

Preparación de las cubetas.

- Deben llenarse con un mínimo de 6 ml de muestra, cerrar bien la tapa y agitar suavemente para que no se formen burbujas en el interior.
- A continuación, sujetando por la tapa, limpiar el vidrio con un tejido limpiador no abrasivo, evitando tocar el vidrio con los dedos.
- Conviene etiquetar el contenido en la tapa si se van a usar varias disoluciones.

Calibrado.

Llenar la cubeta con agua destilada, cerrarla bien, introducirla en el receptáculo y cerrar bien la tapa. Presionar el botón de calibración y esperar mientras la luz esté encendida hasta que se apague.

Leer la absorbancia que corresponde a concentración nula a varias frecuencias de luz: color rojo (660nm), color naranja (610nm), color verde (565nm) y color azul (468nm). Ajustar a cero de absorbancia.

Preparar disoluciones coloreadas de concentraciones conocidas:

Equipo	Reactivos	Fórmula química	Concentraciones				
1	Bistrioxonitrato (V) de cobalto(II) hexahidrato	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,1	0,05	0,01	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
2	Tetraoxomanganato (VII) de potasio	KMnO_4	0,01	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
3	Trioxonitrato (V) de níquel (II) hexahidrato	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,1	0,05	0,01	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
4	Tetraoxosulfato (VI) de cobre(II) monohidrato	$\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,1	0,05	0,01	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
5	Heptaoxicromato (VI) de potasio	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	0,1	0,05	0,01	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$

Se preparan 50 cm³ de la disolución más concentrada y, a partir de ella y por dilución, las demás disoluciones.

El color de luz más apropiado es el complementario al color de la muestra.

Medir la absorbancia de cada disolución y construir la gráfica absorbancia-concentración para la disolución.

Introducción a la conductividad

La conductividad de una disolución mide la facilidad con que una corriente eléctrica atraviesa una disolución. Depende de la naturaleza del electrolito, de la temperatura y de la concentración.

La resistencia eléctrica de una disolución responde al modelo $R = \rho (\ell/A)$, donde ρ es la resistividad de la disolución en $\text{ohm} \cdot \text{cm}$, ℓ la distancia entre los electrodos en cm y A es la superficie a través de la que hay flujo eléctrico en cm^2 . Se debe tener en cuenta que la resistividad ρ depende de la temperatura, con un incremento de entre un 1 y un 4% por cada $^{\circ}\text{C}$. De ahí que para las mediciones se tome la temperatura estándar de 25°C .

La conductancia electrolítica (L) es la inversa de la resistencia eléctrica R y su unidad es el Siemens (S) que es la inversa del ohmio (Ω). $L(S) = 1/R (\Omega) = (1/\rho) (A/\ell) = K (A/\ell)$ donde K es la conductividad, que se mide en S/cm y A/ℓ es una constante que depende de la geometría de la célula que valdrá la unidad para una célula cúbica de 1 cm de lado.

La conductividad molar Λ_m es el cociente de la conductividad (K) y la concentración molar (moles/litro) multiplicada por un factor de conversión $1000 \text{ cm}^3/\text{dm}^3$

$$\Lambda_m = 1000 K (\text{Scm}^{-1}) / c (\text{mol l}^{-1})$$

En resumen, el conductímetro medirá la resistencia eléctrica (R) de la disolución contenida en una celda cúbica de 1 cm de lado, en la que $A/\ell=1$. Como $K = \ell/AR = 1/R$ y sus unidades serán $S \cdot \text{cm}^{-1}$.

Como la conductividad de las disoluciones diluidas es del orden de $10^{-6} S$, se usa como unidad el $\mu S = 10^{-6} S$

Si se representa una gráfica K en $\mu S \cdot \text{cm}^{-1}$ frente a la concentración en moles/litro se obtendrá una curva de calibración que nos permitirá medir disoluciones desconocidas.

Para disoluciones diluidas la curva responde a la ecuación de Kohlraush: $\Lambda_m = \Lambda_0 - A \sqrt{c}$ donde Λ_0 es la ordenada en el origen y A es la pendiente de la gráfica Λ_m frente a raíz cuadrada de la concentración molar.

Algunas conductividades de referencia:

Agua desionizada de alta calidad: $0,05 \mu S \cdot \text{cm}^{-1}$

Agua potable: 5 a $50 \mu S \cdot \text{cm}^{-1}$

NaOH al 5%: $223000 \mu S \cdot \text{cm}^{-1}$

Introducción al pH

El pH es una magnitud que mide la acidez o alcalinidad de una disolución.

pH significa potencial de hidrogeniones. Se define el pH como el logaritmo decimal cambiado de signo de la concentración de iones hidrógeno H^+ .

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

El pH se mide con el pH-metro, que mide la diferencia de potencial entre dos electrodos, uno de los cuales es sensible al ión H^+

En teoría al pH del agua pura es 7 , es decir, $[\text{H}^+] = 10^{-7}$ moles/litro. Pero la absorción de CO_2 del aire suele provocar un pH más ácido ($6,5$)

Una manera de calibrarlo es utilizar disoluciones tampón.

Funcionamiento de disoluciones tampón:

<http://www.ehu.eus/biomoleculas/buffers/buffer.htm>

Introducción a la fotocolorimetría

Los fotocolorímetros miden la absorción de la luz al atravesar una disolución coloreada a una determinada frecuencia luminosa. Esta absorción es proporcional a la concentración para cada frecuencia luminosa. Para fijar la frecuencia de la luz se usan filtros ópticos de color o se ilumina la muestra con luz monocromática mediante láser o con diodos LED.

La absorbancia de una sustancia es proporcional a la concentración y sigue el modelo de la ley de Beer-Lambert:

$$I_1/I_0 = 10^{-A} \text{ y, en forma logarítmica, } \log I_1/I_0 = -A$$

donde A es la absorbancia, que es directamente proporcional a la concentración: $A = \alpha \ell c$ siendo α es el coeficiente de absorción en mol/cm^2 , ℓ es la longitud atravesada por la luz en cm y c es la concentración molar en moles/litro.

Se calibra mediante disoluciones-patrón de concentración conocida del mismo compuesto químico de cuya concentración se pretende determinar en una disolución de concentración desconocida.