

DETERMINACIÓN DE YESO EN MUESTRAS DE SUELO MEDIANTE UN MÉTODO MODIFICADO.

Carlos Hernández Rodríguez¹, E. Jonathan Suarez D.¹, Juvencio A. Betancourt Mar¹

¹Mexican Institute of Complex Systems. Tlaxcala 111Col. Unidad Nacional, C. P. 89410, Cd. Madero, Tamaulipas, México.
chr@chaosexplorer.org

Introducción.

Para la determinación de yeso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) se han desarrollado varios métodos, como el de la acetona, carbonato de sodio, resina, entre otros; de los cuales se ha encontrado que el mejor de ellos es el método del carbonato de sodio, el segundo mejor es el de la resina y funciona bien para suelos no salinos¹. También se han hecho determinaciones de yeso en muestras basándose en sus propiedades termogravimétricas y por refinamiento del método de la pérdida diferencial de agua². En este trabajo se empleó el método del carbonato de sodio y se modificó para determinar la cantidad de yeso presente en muestras de suelo potosino. Este método originalmente consiste tomar 2g de suelo y lavarlo con porciones de 25mL de una solución de etanol al 50% (v/v) y solubilizar el yeso utilizando una solución de Na_2CO_3 0.5M con ayuda de un ultrasonido. La solución resultante se centrifuga y se analiza el contenido de yeso gravimétricamente con BaSO_4 y turbidimetría³. Las modificaciones realizadas a este método son señaladas en la metodología experimental.

Se necesita calcular la incertidumbre para validar el método. Lo anterior se debe a la necesidad de tener una medida de la confianza que se tiene de los resultados analíticos⁴; debido a la dispersión de los valores que se obtienen al hacer las mediciones y que se atribuyen a la muestra en cuestión⁵.

Metodología Experimental.

La muestra de suelo o roca debe estar pulverizada y secada a 110°C por una hora. Se toman aproximadamente 2g de la muestra y se lava con 25mL de una solución de etanol al 50% (v/v), se filtra la solución sobre un papel filtro. Se miden 50mL de Na_2CO_3 0.5M en un matraz volumétrico y se lleva a ebullición junto con el papel filtro que contiene la muestra lavada hasta la evaporación de aproximadamente la mitad del volumen inicial. Se enfría la solución y se afora ésta en un matraz volumétrico de 50mL con Na_2CO_3 0.5M filtrándola junto con el papel del inicio.

De esta solución se toma una alícuota de 10mL y se coloca en un matraz erlenmeyer, se agregan 3-5mL de HCl 17% (v/v) hasta la completa eliminación de los carbonatos presentes y un ligero exceso para acidificar la solución. Se agrega posteriormente 1g de NH_4Cl y 40mL de BaCl_2 0.1M. Esta solución es valorada con Na_2SO_4 0.1M empleando la sal disódica del ácido rodizónico de sodio como indicador.

Resultados y discusión.

Se utilizó $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ del grado reactivo para realizar una validación simplificada del método. Se realizaron siete experimentos, en los cuales se encontró una desviación estándar de 0.2772, y con un nivel de confianza del

95% se encontró que la precisión fue del 0.28%; así mismo, el porcentaje de recuperación calculado fue del 98.53%. El modelo matemático empleado para calcular las concentraciones de yeso presentes en las muestras es el siguiente:

$$\% \text{ yeso} = \frac{43 (N_{BaCl_2} V_{BaCl_2} - N_{Na_2SO_4} V_{Na_2SO_4})}{m_0} \quad (1)$$

Donde:

N, V = normalidad y volumen (mL) del cloruro de bario y del sulfato de sodio, respectivamente

m_0 = masa inicial de la muestra en g

43 = constante que implica el peso fórmula del $CaSO_4 \cdot 2H_2O$, la conversión de los volúmenes a mL, la proporción entre la alícuota tomada respecto al total de la solución preparada para el análisis y la conversión a porcentaje.

De la ecuación (1) se desprenden las siguientes ecuaciones para determinar la incertidumbre con la ecuación (7).

El símbolo “%yeso” fue cambiado por el símbolo y :

$$\frac{\partial y}{\partial N_{BaCl_2}} = \frac{43V_{BaCl_2}}{m_0} \quad (2); \quad \frac{\partial y}{\partial V_{BaCl_2}} = \frac{43N_{BaCl_2}}{m_0} \quad (3); \quad \frac{\partial y}{\partial N_{Na_2SO_4}} = \frac{-43V_{Na_2SO_4}}{m_0} \quad (4);$$

$$\frac{\partial y}{\partial V_{Na_2SO_4}} = \frac{-43N_{Na_2SO_4}}{m_0} \quad (5); \quad \frac{\partial y}{\partial m_0} = \frac{-43(N_{BaCl_2} V_{BaCl_2} - N_{Na_2SO_4} V_{Na_2SO_4})}{m_0^2} \quad (6)$$

La ecuación para calcular la incertidumbre es la siguiente:

$$u = \sqrt{(C_M u_M)^2 + (C_V u_V)^2 + (C_B u_B)^2 + (C_N u_N)^2 + u_R^2} \quad (7)$$

Donde:

u = incertidumbre del mesurando en la muestra

u_M = incertidumbre del volumen de muestra en mL

u_V = incertidumbre del volumen gastado de titulante en muestra en mL

u_B = incertidumbre del volumen gastado de titulante en blanco en mL

u_N = incertidumbre de la normalidad del titulante

u_R = repetibilidad del analista en mg/L

A continuación se muestra uno de los resultados del cálculo de la incertidumbre:

Incertidumbres combinadas	Valor	u	Coef. de sensibilidad	
Medición de muestra, g	2.0032	0.000172	C_M	-49.18
Volumen BaCl ₂ , mL	40	0.01382	C_{VH}	4.400
Normalidad BaCl ₂	0.205	0.00038	C_{NH}	858.626
Volumen Na ₂ SO ₄ , mL	17.7	0.01585	C_{VN}	-4.38
Normalidad Na ₂ SO ₄	0.2040	0.00067	C_{NN}	-379.94
Habilidad del analista, %		0.1048		

Incertidumbre combinada para la muestra..

Se obtuvo un porcentaje de yeso del $98.51 \pm 0.87\%$ en el caso anterior. El valor de esta incertidumbre (expandida, cuyo símbolo es U) se calculó en base a la incertidumbre estándar $u = 0.44\%$, con un factor de cobertura de 2. La incertidumbre de la medición de la masa está calculada tomando en cuenta la resolución de la balanza y la incertidumbre de la pesa con la que se realiza su verificación; las incertidumbres de las concentraciones de las soluciones se calcularon basándose en las incertidumbres de los estándares que fueron necesarios para la valoración de estas soluciones, a la vez que se tomó también en cuenta las del material volumétrico y de pesado para calcular la incertidumbre de éstos; y la incertidumbre de los volúmenes se calcularon por medio de la tolerancia de los materiales volumétricos. De los otros experimentos obtuvieron resultados similares.

Se tuvieron problemas con el vire del indicador. Al principio, se preparaba el indicador disolviendo aproximadamente 0.03g de la sal disódica del ácido rodizónico en 10mL de agua, pero el viraje era incierto; se optó por disolver aproximadamente 0.11g en 10mL de agua, asegurándose de que la solución quede ácida para notar el viraje del indicador.

Conclusiones.

En este método de determinación no fue necesario usar ultrasonido ni turbidímetro. Los resultados de la incertidumbre indican que el método es apropiado para la determinación de yeso en los suelos.

Referencias.

1. N. Yaghmaeian Mahabadi and J. Givi. Comparison of different methods of gypsum determination in selected soils from Isfahan. 2007. J. Sci. & Technol. Agric. & Natur. Resour., *11*, No. 42 (B): 577-588.
2. O. Artieda, J. Herrero and P. J. Drohan. Refinement of the Differential Water Loss Method for Gypsum Determination in Soils. 2006. Soil Science Society of America. *70*:1932–1935.
3. Berigari and Al-Any. Gypsum Determination in Soils by Conversion to Water-Soluble Sodium Sulfate. 1994, Soil Sci. Soc. Am. J.; *58*: 1624-1627.
4. Ellison, S. L. R; Rosslein, M. and Williams A. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Second Edition, EURACHEM/CITAC Working Group 2000. p. 1
5. NMX-CH-140-IMNC-2002. "GUÍA PARA LA EXPRESIÓN DE INCERTIDUMBRES EN LAS MEDICIONES".