



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SEC. DE QUÍMICA ANALÍTICA



Curva de calibración espectrofotométrica directa sin dilución

Objetivo: Que el alumno identifique las características relacionadas con una curva de calibración directa sin efecto de dilución mediante la resolución paso a paso de un ejercicio, empleando datos espectrofotométricos y una redacción de un problema común en la industria química.

Material de apoyo para las carreras de: Química, Química Industrial, Farmacia, Ingeniería Química, Bioquímica Diagnóstica, Química Farmacéutica Biológica para las asignaturas de química analítica donde se revisan los temas de espectrofotometría de absorción atómica y curvas de calibración.

Elaborado por Alma Luisa Revilla Vázquez y Luis Ángel Ojeda Gómez, en noviembre de 2022 en el marco del proyecto PAPIME PE208921

D. R. UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Excepto donde se indique lo contrario esta obra está bajo una licencia Creative Commons Atribución No comercial, No derivada, 4.0 Internacional (CC BY NC ND 4.0 INTERNACIONAL).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>

ENTIDAD EDITORA. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán



Usted es libre de **compartir**, copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato.

La licenciante no puede revocar estas libertades en tanto usted siga los términos de la licencia.

Atribución: Usted debe dar crédito de manera adecuada y brindar un enlace a la licencia. Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que usted o su uso tienen el apoyo de la licenciante.

No Comercial: Usted no puede hacer uso del material con propósitos comerciales.

Sin Derivadas: Si remezcla, transforma o crea a partir del material, no podrá distribuir el material modificado.

Forma sugerida de citar: Revilla, A. y Ojeda, L. (2022). Curva de calibración directa sin dilución.

Nov 2022. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán UNAM

¿QUÉ ES UNA CURVA DE CALIBRACIÓN?

Es un método de cuantificación empleado para conocer la concentración de un analito en una muestra problema mediante la lectura de alguna propiedad fisicoquímica.

Para que dicho método pueda ser utilizado, la propiedad fisicoquímica a medir debe ser directamente proporcional a la concentración del analito estudiado. Específicamente en espectrofotometría de absorción, la ecuación que rige es la ley de Lambert & Beer, que establece:

$$A = \epsilon l C$$

Donde: A es la absorbancia; ϵ es el coeficiente de absortividad molar para el analito a una determinada longitud de onda, l es la longitud de paso de la celda y C es la concentración molar del analito.

CARACTERÍSTICAS DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN DIRECTA SIN DILUCIÓN

- ✓ La propiedad por medir depende directamente de la concentración de la especie química a cuantificar, es decir, del analito.
- ✓ No hay necesidad de una reacción química para medir la propiedad.
- ✓ Se preparan n -sistemas de diferente concentración conocida de la especie química a determinar, a partir de un reactivo analítico o solución estándar.
- ✓ Se prepara al menos un sistema problema, que contenga la especie química a cuantificar.
- ✓ El volumen de todos los sistemas preparados es igual y constante.
- ✓ La recta parte idealmente del origen porque $A = \epsilon l C$, o sea $y = mx$ (figura 1).

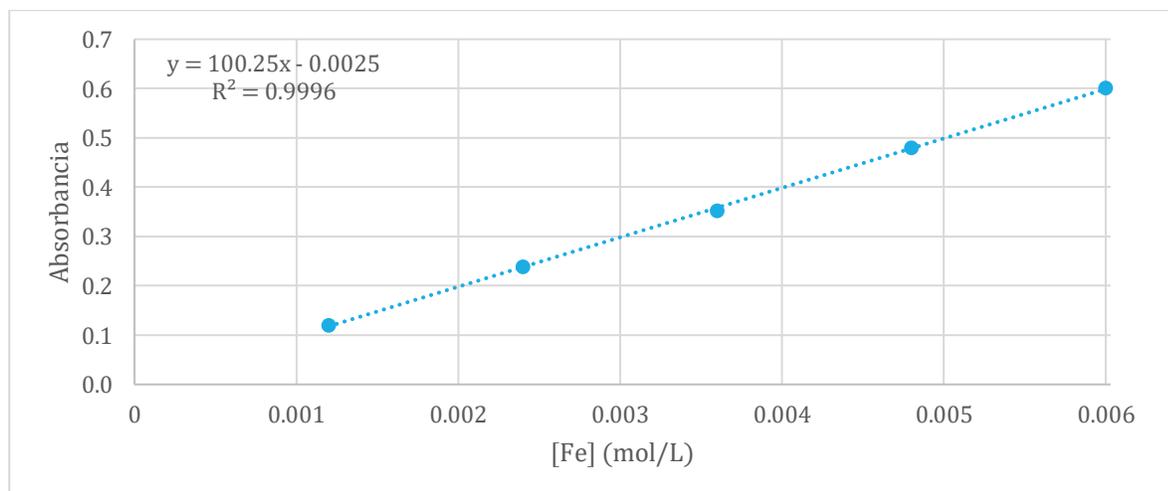


Figura 1. Ejemplo de curva de calibración directa sin dilución.

EJERCICIO PROPUESTO

Se desea cuantificar el contenido de bismuto (Bi) en una aleación con un bajo punto de fusión utilizada en la manufactura de sellos de seguridad en cilindros de gas comprimido (con un contenido requerido de Bi de $70 \pm 5 \%$), utilizando la técnica de espectrofotometría de absorción atómica (EAA). Para realizarlo, se miden 75 mg de limadura de aleación (muestra problema), se adicionan 10 mL de HNO_3 concentrado y 10 mL de H_2O destilada, una vez mezclado se lleva a un aforo de 100 mL (Sol. Problema Stock).

Se toman 25 mL de la Sol. Problema Stock y se aforan a 50 mL (Sol. A); posteriormente, se toman 10 mL de Sol. A y se lleva a un aforo de 50 mL (Sol. B). Un resumen de este proceso se muestra en la figura 2.

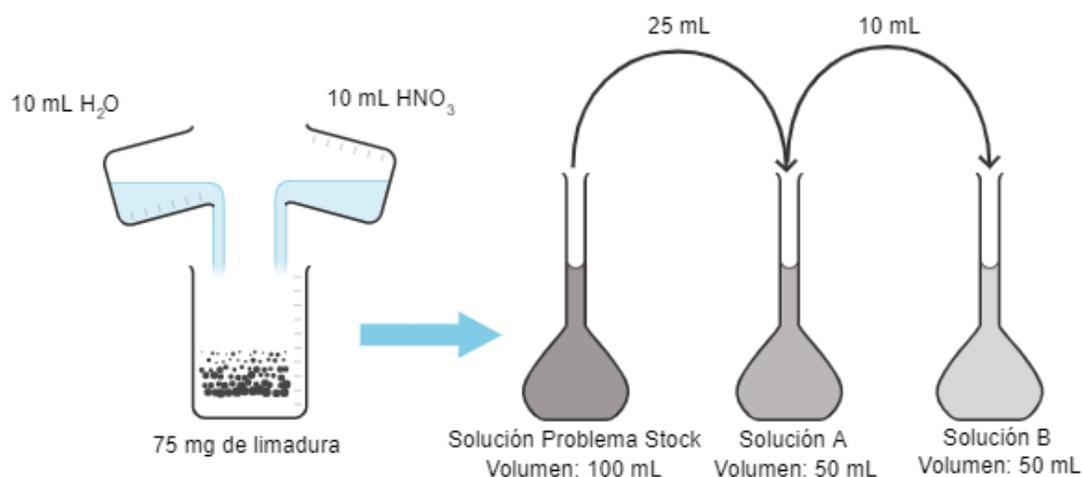


Figura 2. Esquematación de la preparación de las soluciones a partir de la muestra problema.

Para la construcción de la curva de calibración se emplea una solución estándar de Bi de concentración $5 \times 10^{-4} \text{ M}$ (Sol. Madre), una solución buffer $\text{pH}=1$ y la Sol. B problema. La tabla 1 muestra la preparación de los sistemas de la curva de calibración, la solución problema (Sol. C) y las absorbancias obtenidas experimentalmente.

Tabla 1. Preparación de los sistemas y datos de absorbancia obtenidos.

Sistema	Blanco	SSTD 1	SSTD 2	SSTD 3	SSTD 4	SSTD 5	Sol. C
Sol. Madre (mL)	0	1	2	3	4	5	0
Sol. Buffer (mL)	4	4	4	4	4	4	4
Sol. B (mL)	0	0	0	0	0	0	5
Vol. aforo (mL)	25	25	25	25	25	25	25
Absorbancia	0	0.18	0.41	0.57	0.85	1.10	0.49

SSTD: Solución estándar.

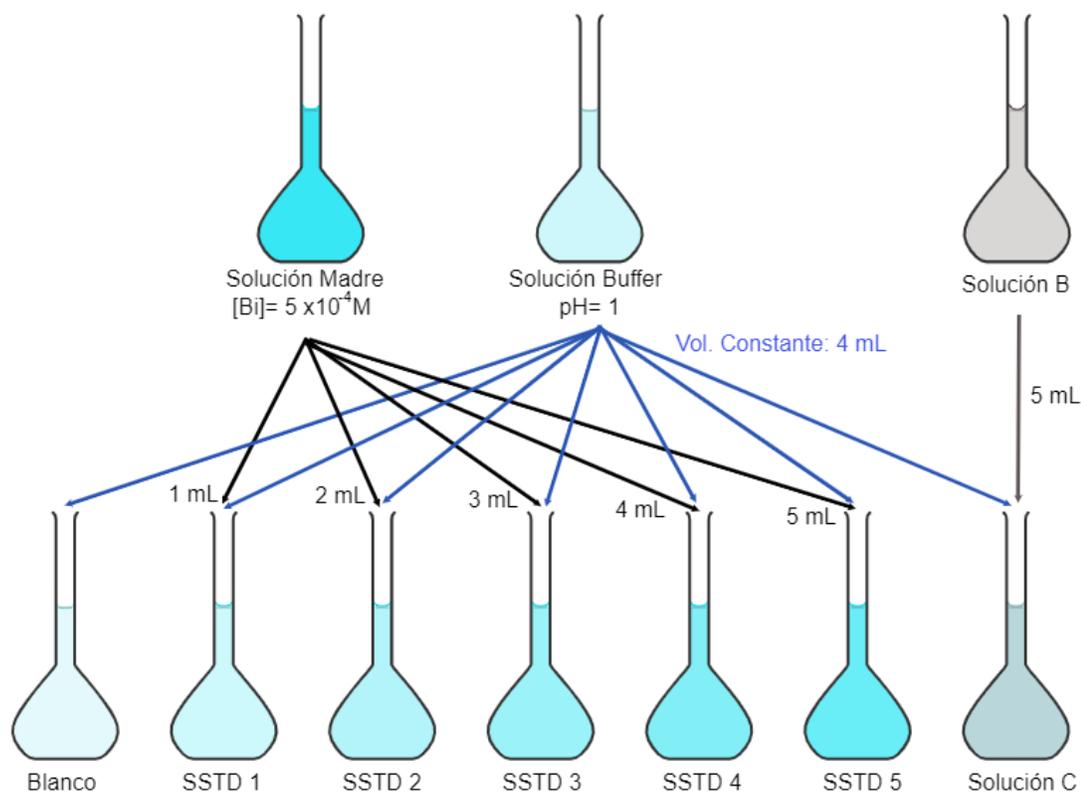


Figura 3. Esquemización de la preparación de las soluciones estándares para la curva de calibración directa sin dilución y la solución problema (sol. C)

SOLUCIÓN AL EJERCICIO

PASO 1. CALCULAR LA CONCENTRACION MOLAR DE BISMUTO EN LOS SISTEMAS DE LA CURVA

Esto se realiza empleando la ecuación:

$$C_{Bi\ sistema} = \frac{C_{std} V_{std}}{V_{total}}$$

$C_{Bi\ sistema}$, será la concentración de bismuto para cada sistema preparado de la curva de calibración. Para ello, se sustituyen los valores conocidos C_{std} que es la concentración de la solución madre ($5 \times 10^{-4} M$ Bi), V_{std} que es el volumen que se toma de la solución madre (y es diferente para cada uno de los sistemas) y finalmente V_{total} , que es el volumen de aforo de los sistemas estándar (25 mL para este ejercicio).

Calculando las concentraciones se tiene:

$$C_{SSTD\ 1} = \frac{(5 \times 10^{-4} M) (1\ mL)}{25\ mL} = 2 \times 10^{-5} M$$

$$C_{SSTD\ 2} = \frac{(5 \times 10^{-4} M) (2\ mL)}{25\ mL} = 4 \times 10^{-5} M$$

$$C_{SSTD\ 3} = \frac{(5 \times 10^{-4} M) (3 mL)}{25 mL} = 6 \times 10^{-5} M$$

$$C_{SSTD\ 4} = \frac{(5 \times 10^{-4} M) (4 mL)}{25 mL} = 8 \times 10^{-5} M$$

$$C_{SSTD\ 5} = \frac{(5 \times 10^{-4} M) (5 mL)}{25 mL} = 1 \times 10^{-4} M$$

PASO 2. CONSTRUCCION DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN Y OBTENCIÓN DE LA REGRESIÓN LINEAL

Una vez que se ha obtenido la concentración de cada una de las soluciones estándar, el siguiente paso es elaborar el gráfico $Abs = f([Bi])$, a partir de los datos de absorbancia mostrados en la tabla 1 y las concentraciones obtenidas. Una vez comprobada visualmente la tendencia lineal, se realiza la regresión por mínimos cuadrados para obtener la línea que mejor explica los datos de absorbancia (Figura 4).

Tabla 2. Datos para la construcción de la curva de calibración

Solución	[Bi] mol/L	Absorbancia
SSTD 1	2×10^{-5}	0.18
SSTD 2	4×10^{-5}	0.41
SSTD 3	6×10^{-5}	0.57
SSTD 4	8×10^{-5}	0.85
SSTD 5	1×10^{-4}	1.10

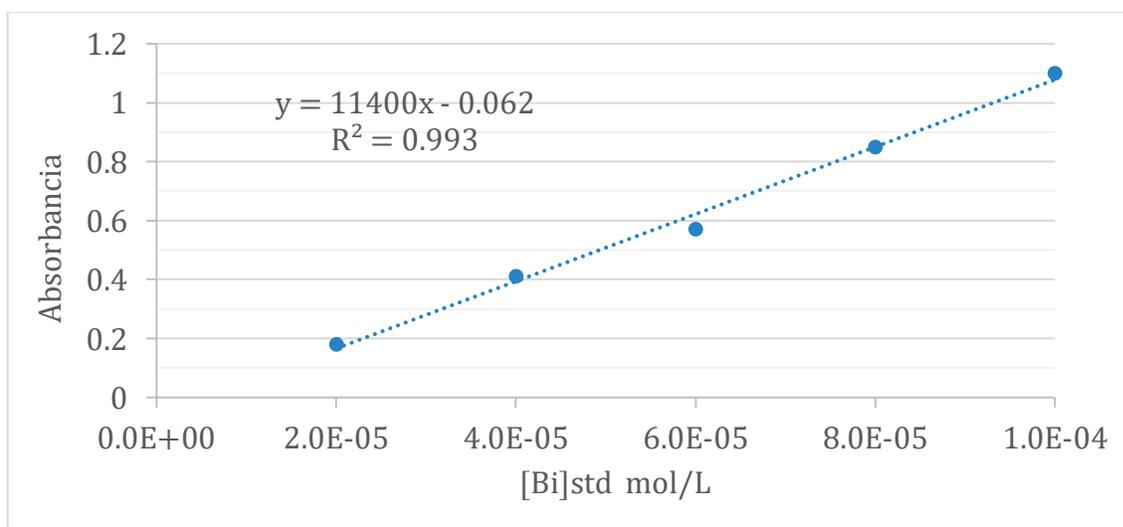


Figura 4. Curva de calibración para Bismuto; puntos experimentales y línea de regresión lineal.

PASO 3. CALCULAR LA CONCENTRACION DEL ANALITO EN LAS SOLUCIONES PROBLEMA PREPARADAS

A partir de la ecuación obtenida de la recta, se puede efectuar una interpolación en la curva para poder conocer la concentración de bismuto en la solución C (problema), una vez que se conoce la absorbancia de este sistema.

Según los datos de la tabla 1, la absorbancia del sistema problema es de 0.49, sustituyendo dicho valor en la ecuación de la recta, se tiene:

$$0.49 = 11400x - 0.062$$

Despejando el valor de "x", que representa la concentración de bismuto en ese sistema, se tiene:

$$x = \frac{0.49 + 0.062}{11400} = 4.84 \times 10^{-5} M$$

Esta concentración corresponde al sistema problema (Sol. C) que fue empleado para medir la absorbancia, por lo que es necesario considerar las diluciones realizadas para conocer la concentración de las otras soluciones problema (figura 2 y 3), solución B y A. Para ello, se desarrollan las siguientes operaciones:

$$[Bi]_{Sol. B Problema} = 4.84 \times 10^{-5} M \left(\frac{25 mL}{5 mL} \right) = 2.42 \times 10^{-4} M$$

$$[Bi]_{Sol. A Problema} = 2.42 \times 10^{-4} M \left(\frac{50 mL}{10 mL} \right) = 1.21 \times 10^{-3} M$$

$$[Bi]_{Sol. Stock Problema} = 1.21 \times 10^{-3} M \left(\frac{50 mL}{25 mL} \right) = 2.42 \times 10^{-3} M$$

PASO 4. CALCULAR LA CANTIDAD DE BISMUTO EN LA MUESTRA

El último paso es la cuantificación de Bismuto en los 75 mg de limadura de muestra, partiendo de la concentración obtenida en el paso anterior, se calcula la masa de bismuto, empleando la masa atómica molar del elemento (208.98g/mol o mg/mmol) y el volumen de aforo de la solución problema stock:

$$2.42 \times 10^{-3} \frac{mmol Bi}{mL} (100 mL) \left(\frac{208.98 mg Bi}{1 mmol Bi} \right) = 50.57 mg Bi$$

El porcentaje de bismuto en la muestra se calcula utilizando la cantidad de muestra pesada, con la operación siguiente:

$$\%Bi = \frac{50.57 mg Bi}{75 mg muestra} \times 100 = 67.43 \% Bi/muestra$$

Dado que el enunciado del problema plantea que el porcentaje aceptable de bismuto se encuentra entre 65 y 75%, se concluye que dicha aleación cumple con la especificación solicitada, pues experimentalmente se determinó un 67.4% de bismuto, cantidad que se encuentra dentro del intervalo de aceptación del material.