



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



Determinación de sodio por espectrofotometría de absorción atómica con flama mediante una curva de calibración directa sin efecto de dilución

Objetivo. Resolver un problema vinculado al control de calidad del sector alimenticio que implica el uso de la espectrofotometría de absorción atómica de flama, mediante el análisis de resultados experimentales de tres medidas independientes, para apoyar a la comprensión de la cuantificación mediante una curva de calibración directa sin efecto de dilución.

Material de apoyo para las carreras de: Química, Farmacia, Química Industrial, Ingeniería Química, Bioquímica Diagnóstica, Química Farmacéutica Bióloga, para las asignaturas de Química Analítica en las que se revisan los temas de espectrofotometría de absorción atómica y curvas de calibración.

Elaborado por Alma Luisa Revilla Vázquez (almarv@unam.mx) y Luis Ángel Ojeda Gómez, en enero del 2024, en el marco del proyecto PAPIME PE210824.

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. (2024). Determinación de sodio por espectrofotometría de absorción atómica con flama mediante una curva de calibración directa sin efecto de dilución. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM

Determinación de sodio por espectrofotometría de absorción atómica

Se quiere determinar la cantidad de sodio en bebidas hidratantes a fin de comprobar que cumplen con lo indicado en las especificaciones del fabricante. Se elige hacer la determinación por espectrofotometría de absorción atómica con flama debido a la selectividad de dicha técnica analítica, para ello a partir de un estándar de sodio (Na) de 101.0 ppm se preparan 6 sistemas estándar, adicionando cloruro de potasio (KCl), para obtener una concentración de 2,000 ppm K en todos los sistemas, incluyendo el blanco (Tabla 1).

Tabla 1. Resultados obtenidos para los sistemas estándar y muestras analizadas

Sistema	Blanco	1	2	3	4	5	6
Na _{std} (ml)	0	1	2	3	4	5	6
K _{std} (ml)	2	2	2	2	2	2	2
V _{aforo}	10	10	10	10	10	10	10

Siendo las muestras, Gatorade® Naranja y Powerade® Rojo, de cada una se toman 2 ml, se colocan en un vaso de precipitado previamente etiquetado y se someten por separado una digestión ácida con 5 ml de ácido nítrico caliente en la campana de humos. Se llevan después a sequedad y se añaden aproximadamente 15 ml de agua, 5 ml de KCl y se afora cada muestra a 25 ml con agua desionizada (Figura 1)

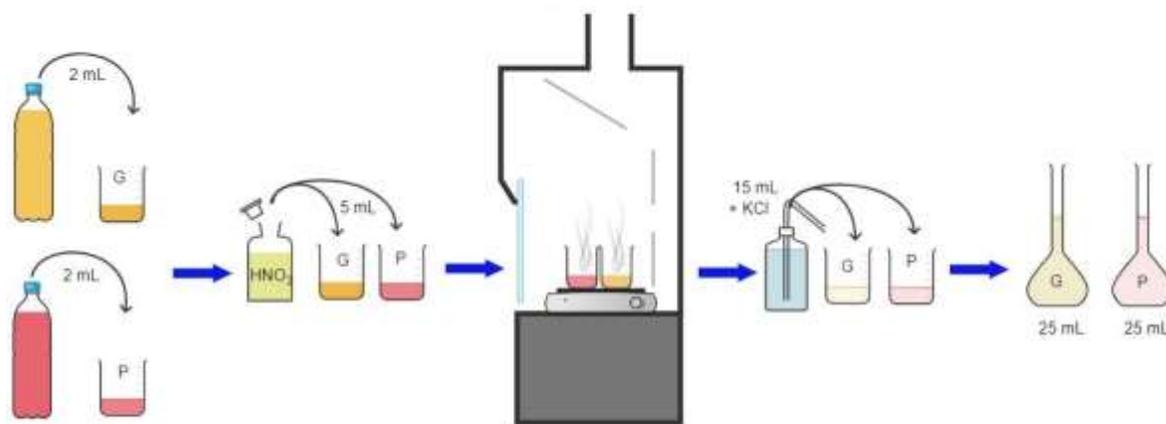


Figura 1. Esquematización de la preparación de las muestras comerciales para su análisis.

Las cantidades de sodio reportadas por los fabricantes en los marbetes de los productos son:

- **Gatorade® Naranja: Presentación de 0.6 L contiene 278 mg de Na.**
- **Powerade® Rojo: Presentación de 0.2 L contiene 63 mg de Na.**

Una vez preparados todos los sistemas, se enciende y programa el espectrofotómetro SpectrAA200 (Varian, Australia) para la medición, utilizando las condiciones reportadas en el manual, por ejemplo, indica una flama aire – acetileno; es necesario optimizar la posición de la lámpara de sodio y dejar calentar por 15 minutos.

Se mide la absorbancia de todos los sistemas, por triplicado a una longitud de onda de 330.3 nm, de acuerdo con el intervalo de concentraciones seleccionado para realizar el análisis (Tabla 2). El equipo hace tres mediciones de absorbancia cada sistema, por lo que en el reporte se observan los valores de absorbancia individual y el promedio de la absorbancia por cada solución medida.

Tabla 2. Resultados obtenidos para los sistemas estándar y muestras analizadas

[Na] ppm	A1	A2	A3	A prom
10.1	0.0671	0.0665	0.0679	0.0672
20.2	0.1021	0.1041	0.1028	0.1030
30.3	0.1345	0.1328	0.1354	0.1342
40.4	0.1797	0.1771	0.1778	0.1782
50.5	0.2239	0.2264	0.2281	0.2261
60.6	0.2624	0.2615	0.2582	0.2607
MTA G	0.1677	0.1641	0.1682	0.1667
MTA P	0.1251	0.1237	0.1204	0.1231

Nota: todas las soluciones contienen 2000 ppm de K como modificador químico según como se indica en el manual del equipo (Agilent Technologies, 2015).

PASO 1: IDENTIFICAR EL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN.

Para el caso particular de este ejercicio se observa que los sistemas para la construcción de la curva de calibración son preparados a partir solamente de un estándar de sodio, sustancia que es el analito por cuantificar; por lo cual es un método donde el analito de interés presenta la propiedad a medir, en este caso absorbancia, por lo tanto, es una determinación directa. La tabla 1 indica que los sistemas se aforan a 10 ml, por lo que no hay efecto de dilución y los sistemas de la curva no contienen la mezcla de la solución estándar con la solución problema, por ello es una curva de calibración. Con base a esto se concluye que el método de cuantificación empleado se trata de una curva de calibración directa sin efecto de dilución.

PASO 2: DETERMINAR LA ECUACIÓN QUE DEFINE LA RECTA.

Como en todas las técnicas espectroscópicas la propiedad medida se encuentra relacionada directamente con la concentración del analito mediante la Ley de Lambert-Beer:

$$A = \epsilon l C_{\text{analito}}$$

Para este caso la señal es proporcional por el sodio. Por lo que reescribiendo la ecuación de Lambert-Beer en términos de la concentración de sodio se tiene:

$$A = \epsilon l [\text{Na}]$$

Siendo esta la ecuación que define la recta en la curva de calibración directa, se debe realizar el gráfico de $A = f [\text{Na}]$ para poder llevar a cabo la cuantificación en los sistemas problema.

PASO 3. GRAFICAR LOS DATOS DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN.

Debido a que el equipo empleado para realizar las lecturas de absorbancia proporciona tres lecturas para cada uno de los sistemas, es necesario el graficar todos los valores y realizar la regresión lineal empleando estos, para ello los resultados se deben de organizar de la siguiente manera (Tabla 3) para realizar la gráfica adecuada con todos ellos (Figura 2). No se debe de trabajar con la absorbancia promedio, porque no se puede ver entonces la dispersión entre las tres lecturas obtenidas para una misma concentración.

Tabla 3. Acomodo de los valores de absorbancia experimentales en función de la concentración del estándar de sodio.

[Na] ppm	A	[Na] ppm	A
10.1	0.0671	40.4	0.1797
10.1	0.0665	40.4	0.1771
10.1	0.0679	40.4	0.1778
20.2	0.1021	50.5	0.2239
20.2	0.1041	50.5	0.2264
20.2	0.1028	50.5	0.2281
30.3	0.1345	60.6	0.2624
30.3	0.1328	60.6	0.2615
30.3	0.1354	60.6	0.2582

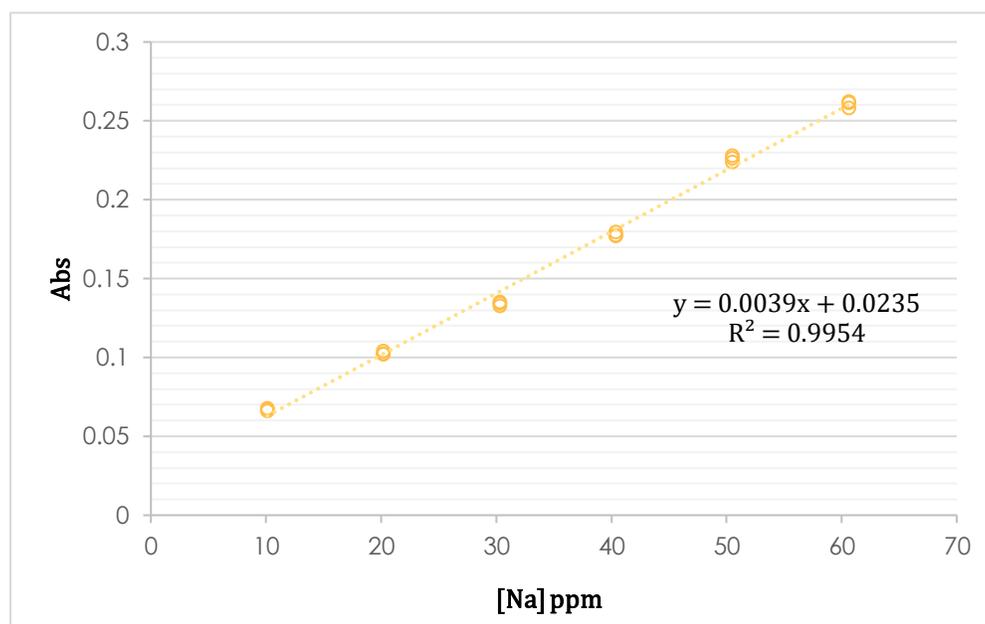


Figura 2. Curva de calibración $A = f [Na]$ en unidades de ppm

Ahora bien, para realizar la curva de calibración en unidades de molaridad es necesario hacer la conversión de partes por millón (ppm) a molaridad (mol/L); recordar que las unidades se pueden expresarse de la siguiente manera:

$$ppm = \frac{mg_{Na}}{L} ; \quad M = \frac{mol_{Na}}{L} = \frac{mmol_{Na}}{mL}$$

Con la masa atómica del sodio (22.99 g/mol) se realizan los cálculos correspondientes:

$$[Na]_{sistema\ 1} = 10.1 \frac{mg}{L} \left(\frac{1\ mmol}{22.99\ mg} \right) \left(\frac{1\ mol}{1000\ mmol} \right) = 4.39 \times 10^{-4} M$$

$$[Na]_{sistema\ 2} = 20.2 \frac{mg}{L} \left(\frac{1\ mmol}{22.99\ mg} \right) \left(\frac{1\ mol}{1000\ mmol} \right) = 8.79 \times 10^{-4} M$$

$$[Na]_{sistema\ 3} = 30.3 \frac{mg}{L} \left(\frac{1\ mmol}{22.99\ mg} \right) \left(\frac{1\ mol}{1000\ mmol} \right) = 1.32 \times 10^{-3} M$$

$$[Na]_{sistema\ 4} = 40.4 \frac{mg}{L} \left(\frac{1\ mmol}{22.99\ mg} \right) \left(\frac{1\ mol}{1000\ mmol} \right) = 1.76 \times 10^{-3} M$$

$$[Na]_{sistema\ 5} = 50.5 \frac{mg}{L} \left(\frac{1\ mmol}{22.99\ mg} \right) \left(\frac{1\ mol}{1000\ mmol} \right) = 2.2 \times 10^{-3} M$$

$$[Na]_{sistema\ 6} = 60.6 \frac{mg}{L} \left(\frac{1\ mmol}{22.99\ mg} \right) \left(\frac{1\ mol}{1000\ mmol} \right) = 2.64 \times 10^{-3} M$$

Se realiza el gráfico ahora empleando la concentración molar en cada sistema para el eje X (Figura 3).

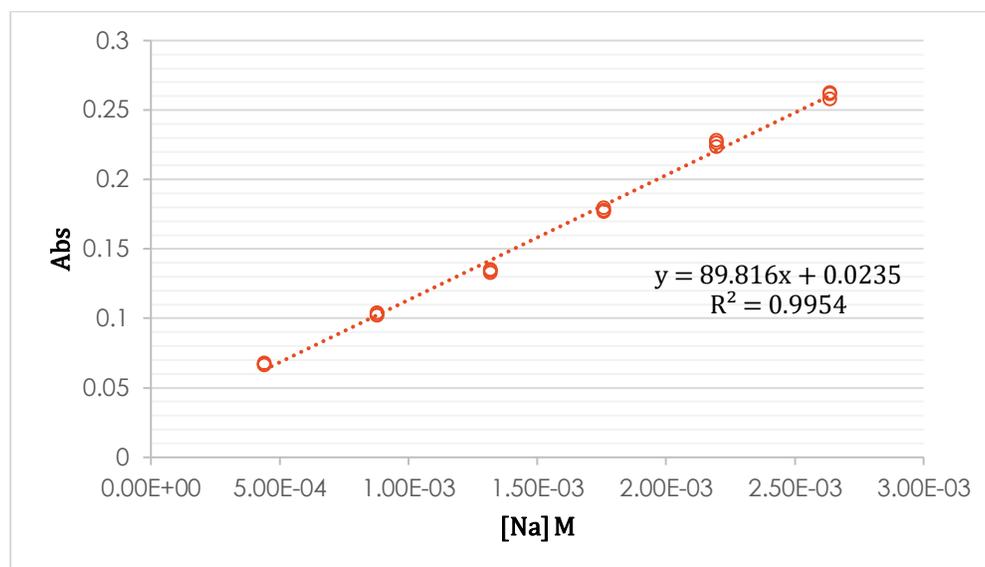


Figura 3. Curva de calibración $A = f [Na]$ en unidades de mol/L

Cabe resaltar que el coeficiente de determinación (R^2) y la ordenada al origen de ambas regresiones mantienen los mismos valores, solo la pendiente cambia de valor, esto debido al cambio en las unidades de concentración.

PASO 4. CALCULAR LA CONCENTRACIÓN DE SODIO EN LA SOLUCIÓN PROBLEMA Y LA CANTIDAD EN EL PRODUCTO COMERCIAL.

Para facilitar el manejo de datos, se trabaja con la curva de calibración que se encuentra en unidades de ppm (Figura 2), debido a que son las mismas unidades que se utilizan durante la programación del equipo de absorción atómica. A partir de la ecuación obtenida mediante el ajuste lineal se puede determinar la concentración de Na presente en la solución problema:

$$y = 0.0039 x + 0.0235 \quad A = 0.0039 [Na]ppm + 0.0235$$

Se utilizan los valores de absorbancia para las tres mediciones de la solución problema y se despeja la concentración de sodio, [Na].

Nota: Recordar que se obtuvieron tres valores de absorbancia para cada solución problema, por lo que se debe hacer el tratamiento matemático para cada una de ellas.

$$x = [Na] = \frac{y - 0.0235}{0.0039}$$

Para las absorbancias de la muestra de Gatorade® Naranja:

- $A_1 = 0.1677$

$$[Na] = \frac{0.1677 - 0.0235}{0.0039 \text{ ppm}^{-1}} = 36.97 \text{ ppm}$$

- $A_2 = 0.1641$

$$[Na] = \frac{0.1641 - 0.0235}{0.0039 \text{ ppm}^{-1}} = 36.05 \text{ ppm}$$

- $A_3 = 0.1682$

$$[Na] = \frac{0.1682 - 0.0235}{0.0039 \text{ ppm}^{-1}} = 37.10 \text{ ppm}$$

Para las absorbancias de la muestra de Powerade® Rojo:

- $A_1 = 0.1251$

$$[Na] = \frac{0.1251 - 0.0235}{0.0039 \text{ ppm}^{-1}} = 26.05 \text{ ppm}$$

- $A_2 = 0.1237$

$$[Na] = \frac{0.1237 - 0.0235}{0.0039 \text{ ppm}^{-1}} = 25.69 \text{ ppm}$$

- $A_3 = 0.1204$

$$[Na] = \frac{0.1204 - 0.0235}{0.0039 \text{ ppm}^{-1}} = 24.85 \text{ ppm}$$

Una vez determinadas la concentración de sodio, por triplicado, en el sistema problema, se puede calcular la cantidad de sodio en las bebidas.

Los valores anteriores de concentración son en la solución problema, preparados con los 2 ml de muestra digerida. Por lo que hay que considerar la dilución realizada para calcular la concentración de sodio en la bebida.

Cantidad de sodio presente en la alícuota (2ml):

Gatorade® Naranja:

$$[Na] = 36.97 \text{ ppm} \left(\frac{25 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} \right) = 462.125 \text{ ppm}$$

$$[Na] = 36.05 \text{ ppm} \left(\frac{25 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} \right) = 450.625 \text{ ppm}$$

$$[Na] = 37.1 \text{ ppm} \left(\frac{25 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} \right) = 463.75 \text{ ppm}$$

Powerade® Rojo:

$$[Na] = 26.05 \text{ ppm} \left(\frac{25 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} \right) = 325.625 \text{ ppm}$$

$$[Na] = 25.69 \text{ ppm} \left(\frac{25 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} \right) = 321.125 \text{ ppm}$$

$$[Na] = 24.85 \text{ ppm} \left(\frac{25 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} \right) = 310.625 \text{ ppm}$$

Cantidad de sodio presente de acuerdo con lo indicado en la presentación:

Gatorade® Naranja (0.6 L):

$$462.125 \frac{\text{mg}_{Na}}{\text{L}} (0.6\text{L}) = 277.275 \text{ mg}_{Na}$$

$$450.625 \frac{\text{mg}_{Na}}{\text{L}} (0.6\text{L}) = 270.375 \text{ mg}_{Na}$$

$$463.75 \frac{\text{mg}_{Na}}{\text{L}} (0.6\text{L}) = 278.25 \text{ mg}_{Na}$$

Powerade® Rojo (0.2 L):

$$325.625 \frac{\text{mg}_{Na}}{\text{L}} (0.2\text{L}) = 65.125 \text{ mg}_{Na}$$

$$321.125 \frac{\text{mg}_{Na}}{\text{L}} (0.2\text{L}) = 64.225 \text{ mg}_{Na}$$

$$310.625 \frac{\text{mg}_{Na}}{\text{L}} (0.2\text{L}) = 62.125 \text{ mg}_{Na}$$

PASO 5. DETERMINAR EL PORCENTAJE DE SODIO PRESENTE EN EL PRODUCTO COMERCIAL COMPARADO CON LO REPORTADO EN EL MARBETE.

El enunciado del ejercicio proporciona la información de que el marbete de Gatorade® naranja en su presentación de 0.6 L presenta una cantidad de 278 mg de sodio [1]; mientras que, el marbete de Powerade® rojo en la presentación de 0.2 L reporta una cantidad de 63 mg de sodio [2]. Se calculan los porcentajes correspondientes de cada producto

Gatorade® Naranja

$$\%Na_{Gatorade} = \frac{277.275 \text{ mg}}{278 \text{ mg}} * 100 = \mathbf{99.74\%}$$

$$\%Na_{Gatorade} = \frac{270.375 \text{ mg}}{278 \text{ mg}} * 100 = \mathbf{97.26\%}$$

$$\%Na_{Gatorade} = \frac{278.25 \text{ mg}}{278 \text{ mg}} * 100 = \mathbf{100.09\%}$$

Powerade® Rojo

$$\%Na_{Powerade} = \frac{65.125 \text{ mg}}{63 \text{ mg}} * 100 = \mathbf{103.37\%}$$

$$\%Na_{Powerade} = \frac{64.225 \text{ mg}}{63 \text{ mg}} * 100 = \mathbf{101.94\%}$$

$$\%Na_{Powerade} = \frac{62.125 \text{ mg}}{63 \text{ mg}} * 100 = \mathbf{98.61\%}$$

La cantidad de sodio determinada es similar a la reportada por el fabricante, en ambas bebidas, (tabla 4), por lo que cumplen con las especificaciones indicadas en la etiqueta.

Finalmente, una vez que se determinó la cantidad de sodio presente en las bebidas comerciales se procedió a calcular el coeficiente de variación para evaluar la precisión de los resultados. Dicho valor se expresa en porcentaje y se obtiene mediante la siguiente formula:

$$\%CV = \frac{s}{\bar{X}} * 100$$

Siendo s la desviación estándar y \bar{X} la media de los datos obtenidos. Del mismo modo es necesario recordar que la desviación estándar se expresa de la siguiente manera:

$$s = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{N}}$$

$$N = \text{numero de observaciones} \\ (i = 1, 2, 3, 4 \dots n)$$

De este modo para el caso del **Gatorade®** tenemos:

$$s = \sqrt{\frac{(99.74 - 99.03)^2 + (97.26 - 99.03)^2 + (100.09 - 99.03)^2}{3}} = 1.543$$

Obteniendo el CV, se tiene:

$$\%CV = \left(\frac{1.543}{99.03}\right) * 100 = 1.56 \%$$

Por otro lado, para el caso de **Powerade®** se tiene lo siguiente:

$$s = \sqrt{\frac{(103.37 - 101.3)^2 + (101.94 - 101.3)^2 + (98.61 - 101.3)^2}{3}} = 2.44$$

Obteniendo el CV, se tiene:

$$\%CV = \left(\frac{2.44}{101.3}\right) * 100 = 2.41 \%$$

De este modo, como se puede observar en la tabla 4, se obtuvieron valores pequeños para el coeficiente de variación en ambos casos; esto indica que los datos son precisos. Dicho de otra manera, existe poca dispersión entre los datos experimentales obtenidos en las lecturas de absorbancia; esto permite afirmar que la cuantificación del analito se ha llevado a cabo de manera confiable.

Tabla 4. Concentración de sodio y porcentaje promedio para las muestras analizadas.

Muestra comercial	[Na] ppm sol problema	[Na] ppm alícuota	[Na] ppm bebida*	Porcentaje	% promedio	CV (%)
Gatorade®	36.97	462.1	277.28	99.74	99.03	1.56
	36.05	450.6	270.38	97.26		
	37.10	463.8	278.25	100.09		
Powerade®	26.05	325.6	65.12	103.37	101.3	2.41
	25.69	321.1	64.22	101.94		
	24.85	310.6	62.12	98.61		

* 0.6 L Gatorade® Naranja, 0.2 L Powerade® Rojo

En cuanto al contenido de sodio cuantificado en relación con lo que indica el marbete, se tienen valores muy cercanos al 100% para ambas bebidas, por lo cual se considera que cumplen con lo especificado por el fabricante.

REFERENCIAS

- Agilent Technologies. (2015). *Flame Atomic Absorption Spectrometry Analytical Methods*. Australia.
- Coca-Cola Paraguay. (s.f). *Powerade ION4 Multifruta*. Obtenido de <https://bit.ly/464T1vJ>
- El Poder del Consumidor. (12 de Octubre de 2020). *Radiografía de... Gatorade sabor Naranja*. Obtenido de <https://bit.ly/3LFAn5r>