



ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 N° 33 AGOSTO DE 2010

## “DETERMINACIÓN DE PLOMO EN SUELO URBANO”

AUTORÍA MARÍA FRANCISCA OJEDA EGEA
TEMÁTICA QUÍMICA ANALÍTICA, ANÁLISIS SUELO
ETAPA BACHILLERATO

### Resumen

#### Palabras clave

Química Analítica, análisis de suelo, Química ambiental, complexometría, contaminación suelo, determinación plomo, extracción.

### 1. INTRODUCCIÓN.

El polvo existente en cualquier ambiente urbano tiene un alto contenido en plomo. El plomo, igual que cualquier metal pesado, es un agente tóxico, pues si pasa a formar parte de la cadena trófica (por vía alimentaria, aire o agua potable) no puede ser eliminado por ningún organismo.

La enfermedad humana por envenenamiento por plomo se llama saturnismo. Se suele producir por ingestión en agua potable. El saturnismo provoca anemia, bloqueando la producción de hemoglobina y altera el transporte de oxígeno a la sangre y por tanto a todos los órganos. Parece ser que sustituye a otros metales en enzimas, con lo que éstas no pueden hacer su función. Puede causar daños cerebrales irreversibles, e incluso producir la muerte.

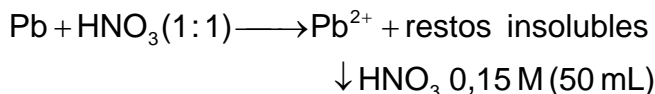
Conocer la proporción de plomo en suelo es importante para estimar su disponibilidad biológica, reactividad fisicoquímica y transporte en el ambiente y dentro de las cadenas tróficas.

La mayor parte del plomo presente en el polvo procede de la combustión de las gasolinas, aunque también está presente en tuberías y viejas pinturas. De ahí que se haya fomentado en los últimos años el consumo de gasolinas sin plomo, pero, aún así, es mucho el plomo emitido por años y años de consumo. La concentración de plomo también puede ser alta en lugares próximos a yacimientos de petróleo, como Nigeria o Venezuela, aunque no sean entornos netamente urbanos.

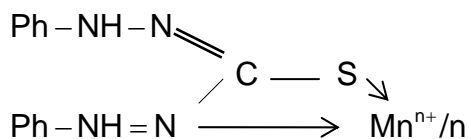
La determinación de plomo en una muestra nos basamos en que forma un complejo de coordinación con la ditizona y en la diferente absorbancia del complejo según su concentración, que es proporcional a la presencia de plomo.

## 2. FUNDAMENTO.

Para determinar el plomo de una muestra, se toma aproximadamente un decigramo de la misma y se tamiza con un tamiz de unos 0,3 mm, de modo que las partículas de más tamaño no lo atraviesen. A continuación se trata la muestra con ácido nítrico HNO<sub>3</sub>, que tiene gran poder de disolución y carácter oxidante.



Para determinar la cantidad de plomo lo hacemos basándonos en la formación de un complejo con la ditizona (difencil tiosemicarbazona):

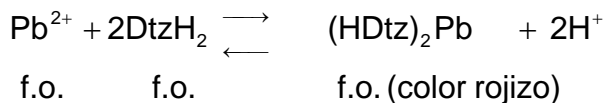


donde Ph representa al grupo fenol.

Para el plomo Pb, el complejo que se forma tiene dos átomos por molécula de ditizona (proporción 2:1) y recibe el nombre de ditizona de plomo, y se simboliza:



Este complejo es extraíble mediante disolventes orgánicos como el tetracloruro de carbono CCl<sub>4</sub> o el triclorometano CHCl<sub>3</sub>. La reacción de extracción es la siguiente reacción heterogénea (f.o. indica que las sustancias están en la fase orgánica):

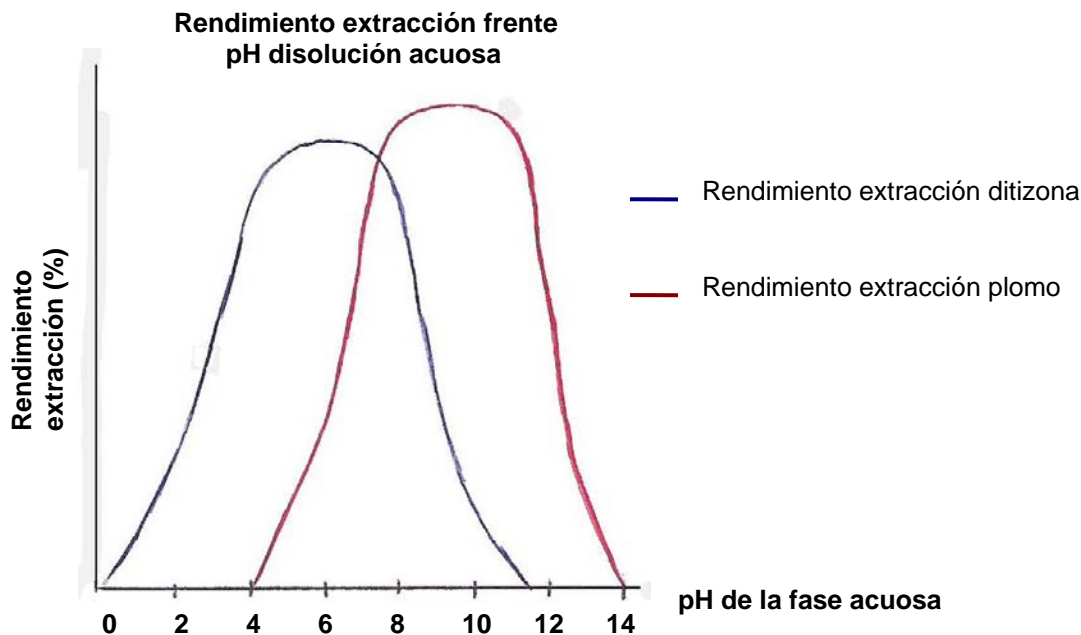


Aquí el pH juega un papel fundamental, pues si el sistema es ácido la extracción no se produce.

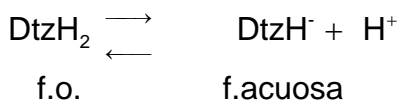
Nos vamos a basar en la coloración del complejo cuando está en la fase orgánica para determinar la cantidad de plomo Pb, mediante una medida de espectrofotometría, ya que a mayor cantidad de plomo podemos observar mayor coloración en la fase orgánica.

El espectrofotómetro mide la intensidad de color o absorbancia de la disolución, y esta es proporcional a la concentración del ión plumboso [Pb<sup>2+</sup>]. Hemos de asegurarnos de que todo el plomo Pb<sup>2+</sup> de la fase acuosa forme el complejo y pase a la fase orgánica. Para ello tenemos las curvas de extracción, donde se representa el rendimiento de la extracción R (en %) en función del pH de la fase acuosa.

Estas curvas nos indican que por debajo de pH=4 no se extrae nada, porque la concentración de protones [H<sup>+</sup>] hace que la reacción se desplace hacia la izquierda. Para pH comprendido entre 8 y 9 el rendimiento es máximo y se da la extracción cuantitativa.



La ditizona en exceso, que no llega a formar el complejo, también aporta color a la disolución, por lo que podría introducir error. La curva de rendimiento de la extracción de la ditizona es la dibujada en azul. Permanece muy bien en la fase orgánica a pH ácido pero a pH básico pasa a la fase acuosa porque pierde un protón y la ditizona se carga negativamente y en medio orgánico no puede haber iones:

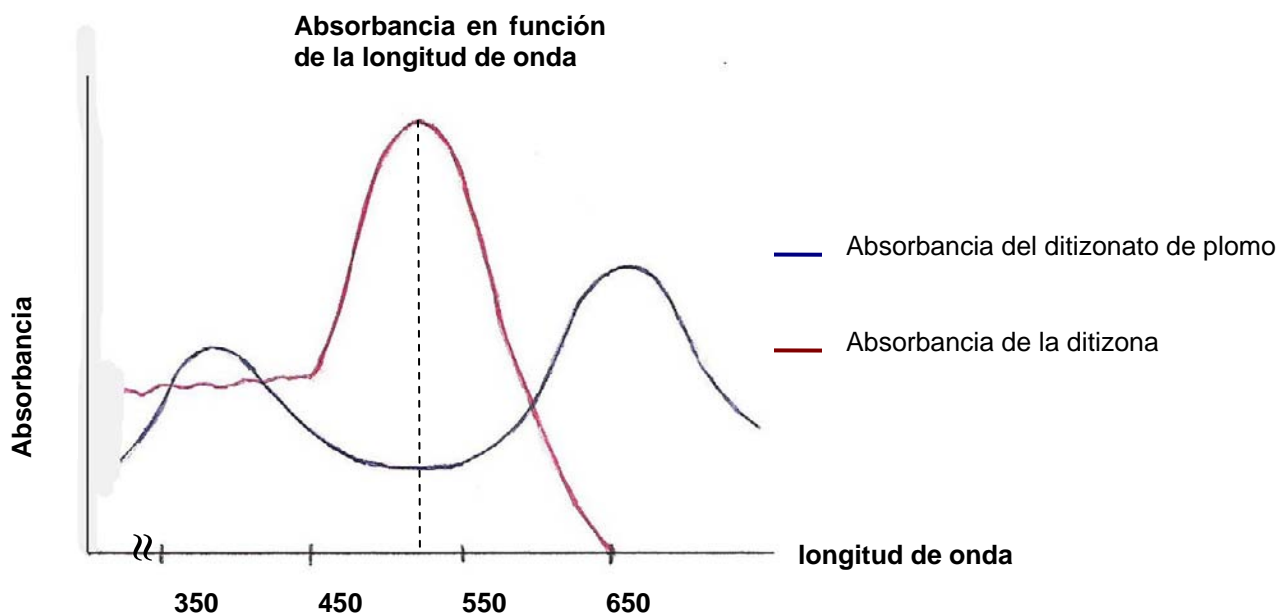


A pH comprendido entre 10 y 12 el plomo se extrae perfectamente pero no la ditizona, porque a este pH la ditizona se pasa a la fase acuosa de esta forma no se introduce error con la coloración que daría la ditizona.

El espectro de absorción A en función de las longitudes de onda  $\lambda$  en nanómetros, nos indica que la absorbancia debe realizarse a una longitud de onda de 520 nm, a la cual es máxima la absorbancia del ditizonato de plomo y mínima la de la ditizona, de modo que se minimice el posible efecto de color que daría la ditizona que no haya pasado a la fase acuosa.

Se deben tomar una serie de precauciones para evitar la existencia de errores en las observaciones por la posible formación de compuestos no deseados, lo que podemos conseguir adicionando diversos productos. Aun así, la existencia de algunos iones, si existieran en la muestra, no puede anularse y pueden interferir en las observaciones:

-A la disolución de plomo  $\text{Pb}^{2+}$  se le echa citrato para evitar que precipiten los hidróxidos metálicos restantes. Es decir, se usa como enmascarante para evitar que precipiten y nos den interferencias.



-Se adicionan iones cianuro  $\text{CN}^-$  para evitar que otros iones como de zinc  $\text{Zn}^{2+}$  y cúprico  $\text{Cu}^{2+}$  den también reacción con la ditizona.

-Se adicionan iones sulfito  $\text{SO}_3^{2-}$ , lo que tiene por objeto que la ditizona no se estropee, pues puede reaccionar con el oxígeno atmosférico y el sulfito entra en esta reacción impidiéndolo.

-Si en el medio hay iones bismuto  $\text{Bi}^{3+}$ , talio  $\text{Tl}^{3+}$ , estannoso  $\text{Sn}^{2+}$  ó indio  $\text{In}^{3+}$ , forman ditizonatos aún en presencia de iones cianuro  $\text{CN}^-$ , no llegando en este caso a formarse ciano complejos.

-También puede interferir en esta determinación del plomo la existencia de ión férrico  $\text{Fe}^{3+}$ , porque muchos de estos iones oxida a la ditizona y el sulfito  $\text{SO}_3^{2-}$  que se adiciona no sería suficiente para evitarlo. El ion cúprico  $\text{Cu}^{2+}$  también puede interferir.

### 3. MATERIALES.

- Un matraz de 100 mL y siete matraces de 50 mL.
- Un embudo de decantación de 100 mL.
- Un frasco topacio.
- Gradilla con seis tubos de ensayo.
- Dos pipetas de 10 mL y una pipeta de 5 mL sin graduar.
- Dos pipetas de 10 mL graduadas.
- Una pera de goma.



ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 N° 33 AGOSTO DE 2010

- Papel de filtro de cenizas conocidas.
- Papel suave para limpiar cubetas.
- Espectrofotómetro UV-VIS o colorímetro. Cubetas de 1 cm.

#### 4. REACTIVOS.

- Ácido nítrico  $\text{HNO}_3$  50% (1:1).
- Ácido nítrico  $\text{HNO}_3$  0,15 M (1:100).
- Amoníaco  $\text{NH}_3$  8 M.
- Nitrato de plomo II sólido  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ .
- Sulfito de sodio  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .
- Cianuro potásico KCN.
- Citrato amónico sólido.
- Tetracloruro de carbono  $\text{CCl}_4$ .
- Ditizona.
- Disolución de amoníaco-cianuro-citrato sulfito: Añadir sobre 70  $\text{cm}^3$  de amoníaco  $\text{NH}_3$  8M, 0,4 gramos de cianuro potásico KCN, 0,15 gramos de sulfito de sodio  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  y 5 gramos de citrato amónico y agitar hasta disolución. Enrasar hasta 100 mL con agua destilada.
- Disolución patrón de plomo Pb de concentración 2 ppm: Preparar 100  $\text{cm}^3$  de disolución de plomo Pb de 1 g/L de concentración (1000 ppm), disolviendo la cantidad adecuada de nitrato de plomo en ácido nítrico 0,15 M. Por disolución de ésta en ácido nítrico 0,15 M se prepara la disolución de 2 ppm (100  $\text{cm}^3$ ).
- Disolución de ditizona en  $\text{CCl}_4$  al 0,001%: Preparar 100  $\text{cm}^3$  de una disolución al 0,01% de ditizona en tetracloruro de carbono. Por dilución de ésta en  $\text{CCl}_4$  se prepara la disolución al 0,001%.

#### 5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

##### 5.1. Tratamiento de la muestra:

Pesar exactamente 0,1 gramos de muestra previamente tamizada. Transferir a un vaso de precipitado de 100 mL y añadir 3  $\text{cm}^3$  de la disolución de ácido nítrico  $\text{HNO}_3$  1:1. Digerir en baño de arena hasta casi sequedad y dejar enfriar. Añadir 10  $\text{cm}^3$  de la disolución de ácido nítrico  $\text{HNO}_3$  0,15 M y calentar a ebullición, filtrar sobre papel de cenizas conocidas y lavar con unos 10-20  $\text{cm}^3$  0,15 M. Transferir a un matraz aforado de 50 mL y enrasar con la disolución de  $\text{HNO}_3$  0,15 M.

### 5.2. Extracción del ditizonato de plomo:

Sobre un matraz aforado de 50 mL se añaden 5 cm<sup>3</sup> de la disolución de muestra, 5 cm<sup>3</sup> de disolución de ácido nítrico HNO<sub>3</sub> 0,15 M y 10 cm<sup>3</sup> de disolución de amoniaco-cianuro-citrato-sulfito. Agregar 10 cm<sup>3</sup> de disolución de ditizona al 0,001% en tetracloruro de carbono CCl<sub>4</sub>. Tapar, agitar durante 30 segundos y dejar separar las fases. Transferir el contenido del matraz al embudo de decantación, recoger la fase orgánica sobre un tubo de ensayo y la fase acuosa a una botella especial para residuos.

Preparar una disolución de referencia (blanco) tomando 10 mL de ácido nítrico 0,15 M, y el resto de acuerdo con el procedimiento.

### 5.3. Preparación de disoluciones de calibrado:

Pipetear alicuotas de 1, 4, 7 y 10 cm<sup>3</sup> de la disolución patrón de plomo de 2 ppm sobre sendos matraces de 50 mL y completar, si es necesario, hasta 10 cm<sup>3</sup> con disolución de ácido nítrico 0,15 M. Continuar según el procedimiento descrito en el apartado anterior.

### 5.4. Medida espectrofométrica:

Las medidas de absorbancia se realizan comenzando por la disolución patrón más diluida y por último la muestra, a una longitud de onda de 520 nm.

Todas las medidas se llevan a cabo frente a la disolución de referencia.

## 6. TRATAMIENTO DE DATOS.

Se realizaron las siguientes medidas de absorbancia con cada uno de los matraces, con las diferentes alicuotas:

Matraz	Pb <sup>2+</sup> (2 ppm)		HNO <sub>3</sub> (0,15M)	Disolución amoniaco-cianuro- citrato-sulfito	Ditizona en CCl <sub>4</sub>	Absorbancia
1	1 mL	(2 µg)	9 mL	10 mL	10 mL	(91 ± 1)·10 <sup>-3</sup>
2	4 mL	(8 µg)	6 mL	10 mL	10 mL	(210 ± 1)·10 <sup>-3</sup>
3	7 mL	(14 µg)	3 mL	10 mL	10 mL	(393 ± 1)·10 <sup>-3</sup>
4	10 mL	(20 µg)	-	10 mL	10 mL	(575 ± 1)·10 <sup>-3</sup>
Muestra	5 mL de disolución de plomo del suelo		5 mL	10 mL	10 mL	(241 ± 1)·10 <sup>-3</sup>
B	-		10 mL	10 mL	10 mL	0

Con estos datos construimos una recta de calibrado, que relaciona la absorbancia con la cantidad de plomo presente en la disolución. Así, a partir de la ecuación de la recta y sabiendo la absorbancia del matraz donde está la muestra M se puede saber la cantidad de plomo que hay en los 5 mL de disolución de la muestra.

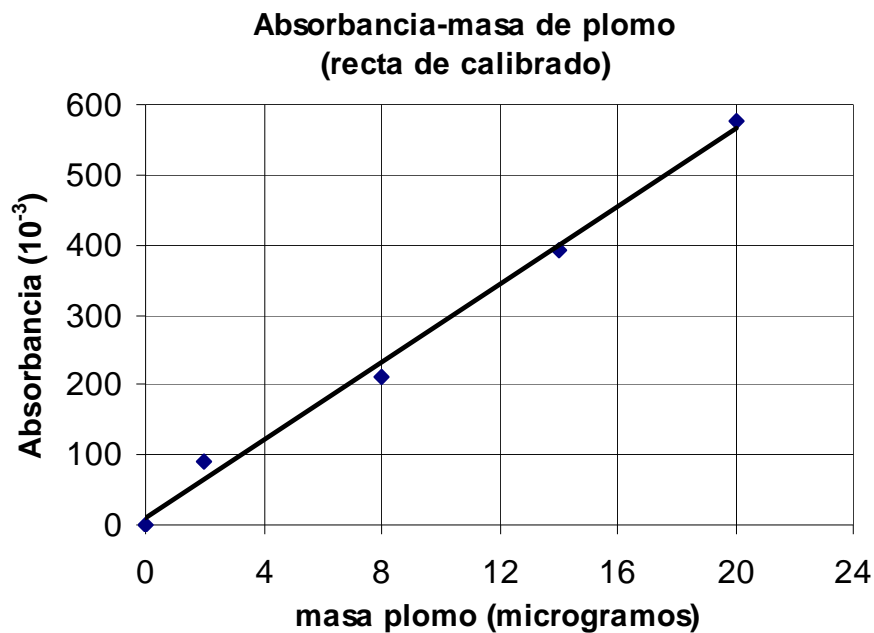
Mediante ajuste por mínimos cuadrados obtenemos la ecuación de la recta  $A = a + b \cdot m$ , donde “A” es la absorbancia y “m” la masa de plomo en microgramos:

Coefficiente de regresión lineal  $r = 0,9968312617189$

Ordenada en el origen  $a = (9,1040 \pm 14,7630) \cdot 10^{-3}$      $a = (9 \pm 15) \cdot 10^{-3}$

Pendiente  $b = (27,8064 \pm 1,2811) \cdot 10^{-3} \mu\text{g}^{-1}$      $b = (27,8 \pm 1,3) \cdot 10^{-3} \mu\text{g}^{-1}$

El coeficiente de correlación lineal es muy próximo a uno, por lo que las medidas se ajustan perfectamente a una línea recta.



A partir de la ecuación de la recta, y de saber que el valor de la absorbancia para la muestra fue de  $241 \cdot 10^{-3}$  podemos calcular el correspondiente valor de la masa de plomo “m” en la muestra:

$$A = a + b \cdot m$$

$$m = \frac{A - a}{b} = \frac{(241 - 9) \cdot 10^{-3}}{27,8 \cdot 10^{-3} \mu\text{g}^{-1}} = 8,35 \mu\text{g}$$



ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 N° 33 AGOSTO DE 2010

## 5. RESULTADOS

A partir de la recta de calibrado hemos obtenido que la masa de plomo presente en 5 mL de la disolución donde hemos introducido la muestra es de 8,35 µg.

Como el volumen total de disolución donde se introdujo la muestra fue de 50 mL y la masa total de la muestra fue de 0,1 gramos, el porcentaje de plomo en la muestra es:

$$\% \text{ Pb en muestra} = \frac{8,35 \cdot 10^{-6} \text{ g Pb}}{5 \text{ mL}} \cdot \frac{50 \text{ mL}}{0,1 \text{ g muestra}} \cdot 100 = 0,0835\%$$

$$\boxed{\% \text{ Pb en muestra} = 0,0835\%}$$

## BIBLIOGRAFÍA.

- Gutiérrez, E. (1989). "Química inorgánica". Barcelona: Reverté.
- Skogg, D., West, D., Holler, J., Crouch, S. (2000). "Química analítica". México: McGrawHill.
- Rodríguez, J.J. (2006). "Química y Análisis Químico". Barcelona: Ceysa.
- Higson, S. (2007). "Química analítica". México: McGraw-Hill.
- Miller, J. (2004). "Estadística y quimiometría para química analítica". Madrid: Prentice-Hall.
- Harvey, D. (2002). "Química analítica moderna". Madrid: McGraw-Hill.
- Rubinson, K., Rubinson, J. (2000). "Química analítica contemporánea". México: Prentice Hall International.
- Bermejo, F. (1991). "Química analítica general, cuantitativa e instrumental". Madrid: Paraninfo.
- Day, R. (1989). "Química analítica cuantitativa". México: Prentice Hall International.
- Fritz, J., Schenk, G. (1979). "Química analítica cuantitativa". México, D.F.: Limusa.
- Kolthoff, I. (1976). "Análisis Químico Cualitativo". Buenos Aires: Nigar.

## Autoría

- 
- Nombre y Apellidos: María Francisca Ojeda Egea.
  - Centro, localidad, provincia: IES Ángel Ganivet, Granada (Granada).
  - E-mail: francisojedaegea@gmail.com