

DISEÑO, CONSTRUCCION Y CALIBRACION DE UN DENSIMETRO DE FLOTACION MAGNETICA

por

Carmen María Romero I.¹, Ricardo Enrique Munar L.

Resumen

Romero, C. M. & R.E. Munar: Diseño, construcción y calibración de un densímetro de flotación magnética. Rev. Acad. Colomb. Cienc. **21** (81): 535-540. 1997. ISSN: 0370-3908.

Se describe un densímetro de flotación magnética que puede ser usado para medir la densidad de soluciones acuosas diluidas en un rango de $\pm 2 \times 10^{-6}$ g/cm³. El equipo desarrollado incluye modificaciones a diseños anteriormente propuestos y se caracteriza por su sensibilidad y facilidad de manipulación.

Palabras claves: densímetro, flotación magnética, densidad.

Abstract

A magnetic float densimeter that can be used to measure the density of dilute aqueous solutions in a range of $\pm 2 \times 10^{-6}$ g/cm³ is described. The developed equipment includes modifications to previous proposed designs and its main features are its precision and easiness of operation.

Key words: Densimeter, Magnetic float, density.

Introducción

La técnica empleada en el presente trabajo, se apoya en el fenómeno que tiene lugar cuando se coloca un objeto en el seno de un líquido el cual ejerce una fuerza o empuje hacia arriba que se contrapone al descenso del objeto. Si se conserva constante la temperatura del líquido así como el peso y volumen del objeto o flotador a sumergir, el empuje ejercido dependerá de la densidad

del líquido en cuestión. De acuerdo con lo anterior, se puede establecer una relación entre la densidad de la solución y la fuerza ejercida por ésta sobre el objeto o flotador (Franks, & Smith, 1967; Pinzón, & Blanco, 1983; Weissberger, 1972).

Una manera de evaluar el empuje ejercido sobre el flotador, es midiendo la fuerza necesaria para contrarrestar ese efecto y en consecuencia, lograr mantener el flotador en una posición fija.

Lamb & Lee, (1913) introducen el uso de la fuerza generada por un campo magnético al actuar sobre un

¹ Laboratorio de Investigaciones Básicas. Departamento de Química, Universidad Nacional de Colombia. Bogotá, Colombia.

núcleo de hierro colocado en el interior de un flotador, para contrarrestar parcialmente el efecto de flotación. Ellos dividen las contribuciones al peso del flotador en una componente fija, su propio peso, y una variable resultante de pequeños pesos de platino que se colocan en el tope del flotador. Son estos últimos los que se equilibran con la fuerza generada por el campo magnético. De esta manera estos autores logran una sensibilidad de 0.04761 miligramos por miliamperio, midiendo corrientes del orden de 0.5 mA. Un análisis cuidadoso los lleva a asegurar que, para su instrumento y sus condiciones de trabajo, la incertidumbre total en la densidad no debería exceder una unidad en el séptimo lugar decimal. Van un poco más allá cuando afirman que al ajustar la densidad del flotador mas cerca de la densidad que se desea medir, con pesos de platino más pequeños y corrientes menores, la incertidumbre podría reducirse a una décima parte del valor obtenido por ellos.

Desde esa época se han hecho múltiples usos y variaciones de la técnica original (ver por ejemplo **Hall & Jones**, 1936; **Richards**, 1942; **Masterton et al**, 1968 y **Burns et al** 1974). Muy importante es el equipo desarrollado por **Millero** (1967) pues se trata de un densímetro más versátil que la mayoría de los que se usaban hasta el momento y constituye una magnífica aplicación del método original de **Lamb & Lee**. En él la sensibilidad se determina usando pesos de platino y midiendo la corriente necesaria para lograr el empuje de equilibrio. Los autores logran una desviación promedio de ± 3 mA en la corriente medida, lo que corresponde a $\pm 0.3 \times 10^{-6}$ g/ml en la densidad. Adicionalmente, **Franks & Smith** (1967) hacen un análisis interesante de la propagación de incertidumbres en el método de flotación y analizan la sensibilidad del mismo.

En este trabajo se hizo una variación al método general. Se utilizaron flotadores de densidad muy cercana a la de las soluciones que se midieron. Esto hace que el rango para cada flotador sea más reducido que el que obtuvo **Millero** (1967), pero se simplifica el montaje y se aumenta la sensibilidad del método. La modificación descrita permite determinar seis cifras decimales para la densidad, utilizando flotadores calibrados adecuadamente y el campo magnético producido por un voltaje que necesita ser leído a la milésima de voltio. Determinaciones hechas en el Laboratorio demostraron que en el rango de densidades estudiado, una variación de 1×10^{-3} voltios corresponde a una variación de 1×10^{-6} g/cm³ en la densidad. La sensibilidad del método fue comprobada efectuando lecturas con un multímetro Hewlett Packard Modelo 34401A que permite leer el voltaje con una sensibilidad de 1×10^{-6} voltios en el rango de interés.

Los cálculos de nuestro trabajo fueron simplificados ajustando la componente que llaman **Lamb & Lee** (1913) "pesada electromagnética", a una sola ecuación de densidad en función del voltaje medido en los extremos de una resistencia fija, siguiendo el método de **Millero** (1967). Si a esta función se suma la densidad del flotador se obtiene la densidad del líquido problema. La ecuación tiene la forma :

$$d = aV + b \quad (1)$$

En ella a es una constante característica del equipo b representa la densidad del flotador y V es el voltaje.

La calibración se hizo manteniendo fija la densidad del flotador y variando la densidad de la solución.

Descripción del equipo

El densímetro de flotación magnética construido consta de las siguientes partes:

1. Celda
2. Flotador
3. Bobina
4. Circuito eléctrico y sistema de lectura
5. Control de temperatura

1. Celda

El diseño de la celda se realizó tomando como referencia la información disponible en la literatura, adoptando de cada uno de los modelos encontrados la geometría y las dimensiones mas apropiadas de acuerdo con las características de los equipos y materiales disponibles y con el rango de densidad a estudiar. De estos modelos de celda, el que mas se acerca al empleado en el presente trabajo es el propuesto por **Franks & Smith** (1967), al que se omitieron algunas de sus partes y se redujo el volumen. El diseño final se ilustra en la figura 1.

La celda se construyó con vidrio Pyrex tal como la celda diseñada por **Franks y Smith**, pero a diferencia de esta, tiene un menor volumen (120 cm³), lo cual representa una ventaja debido a que se reducen los costos por empleo de reactivos, sin sacrificar en gran medida la precisión de los resultados. Además de lo anterior, el diseño plano del fondo de la celda permite observar con mayor claridad la posición del extremo inferior del flotador dentro de la solución en el momento de realizar una medida.

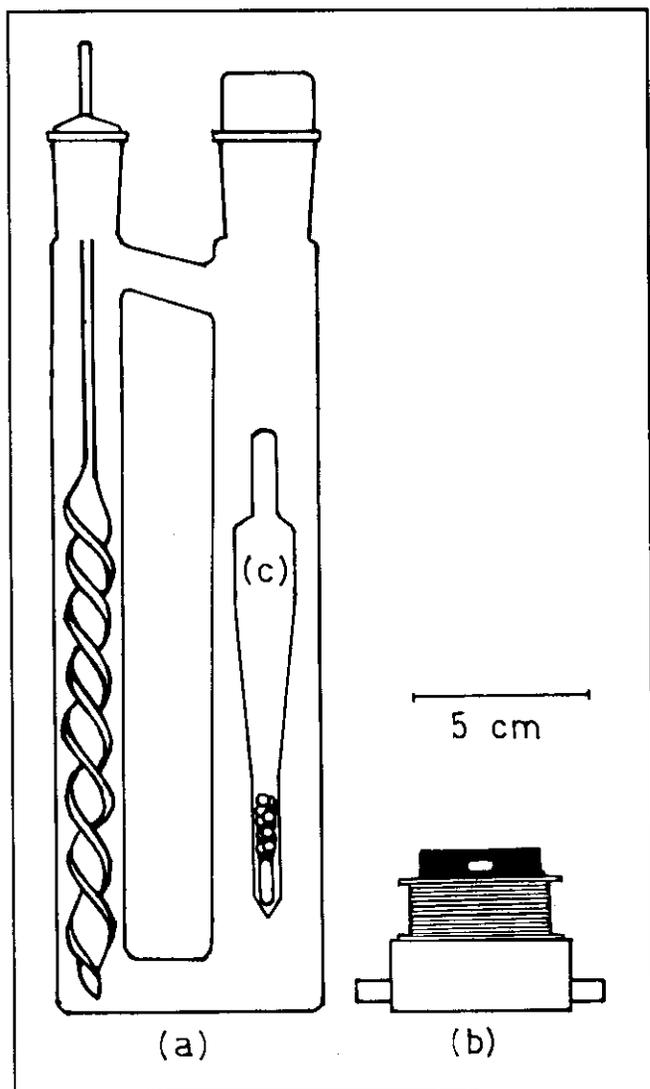


Figura 1. Celda de flotación
(a) Celda de vidrio, (b) Bobina, (c) Flotador

Con relación a las demás características que se muestran en la figura 1, se procuró conservar el modelo original, aunque algunas de las partes se utilizaron con un propósito diferente. Lo anterior explica la presencia del agitador dispuesto en el tubo que se deriva de la celda, cuya función es facilitar la remoción de las burbujas de aire que se pudieran formar, las cuales afectan el resultado final. Este agitador estaba destinado a homogenizar la solución, en caso de hacer diluciones, sin necesidad de retirar la muestra de la celda.

La figura 1 es esquemática y se omiten por claridad los soportes, pinzas y demás previsiones tomadas para

asegurar que el nivel y la posición de la celda sean totalmente reproducibles.

2. Flotador

La construcción del flotador se realizó teniendo en cuenta las características de diseño reportadas por **Cartan & Anacker** (1960), y aunque no se adoptó exactamente este modelo, fue de gran utilidad por ser muy simple y de fácil construcción.

El material empleado para construir el flotador fue vidrio Pyrex y las dimensiones finalmente establecidas, teniendo en cuenta la capacidad de la celda, se indican en la figura 1. En la parte inferior del flotador se colocó un imán, el cual es la pieza fundamental para poder realizar las posteriores determinaciones. Sobre este imán, se dispusieron pequeñas esferas de plomo, cuya cantidad fue la necesaria para ajustar el peso del flotador de manera que este no se hundiera completamente hasta el fondo de la celda.

3. Bobina

En la construcción de la bobina se emplearon los materiales recomendados en la literatura (**Richards**, 1942; **Masterton et al**, 1968 **Millero** 1967 y **Burns et al** 1974). Básicamente consta de un núcleo de polietileno y alambre de cobre esmaltado número 21 y el diseño final se ajustó de acuerdo con las especificaciones de la celda, tal como se ilustra en la figura 1. Experimentalmente se encontró que el número de espiras adecuado es de 124, para el magneto y los sistemas utilizados.

Debido a que la técnica exige que la bobina y la celda se conserven en una posición definida y reproducible, se dispuso una base en la bobina la cual evita que esta se desplace. Por otra parte, para inmovilizar la celda, se dispuso sobre el carrete, también de manera permanente, una pieza de caucho provista de una pequeña ventana que permite observar el despegue del flotador del fondo de la celda, en el momento de realizar una determinación.

4. Circuito eléctrico y sistema de lectura

El diagrama del circuito eléctrico se ilustra en la figura 2. Para su construcción se empleó una resistencia constante de 20 ohm y dos resistencias variables conectadas en paralelo. La primera de ellas (R_1), es una caja de resistencias marca LEEDS & NORTHRUP CO. de 10.000 ohm de capacidad, la cual permite como variación mínima 1 ohm; con esta resistencia se realiza el ajuste grueso de voltaje que se debe suministrar a la bobina. La segunda resistencia (R_2), presenta un ajuste grueso que

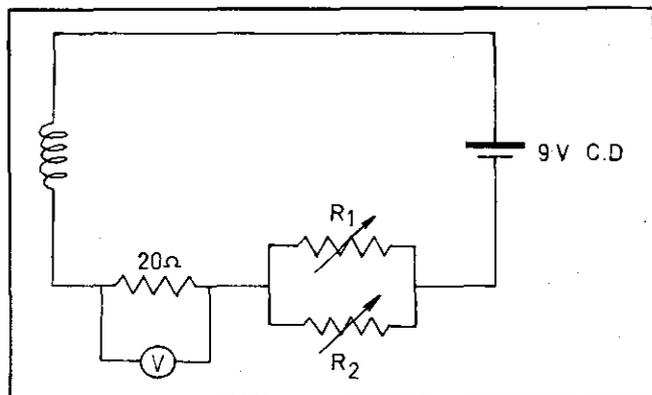


Figura 2. Circuito eléctrico

permite variaciones de 50 ohm y un ajuste fino continuo que cubre un rango de 50 ohm con el cual, se logran modificaciones de voltaje de 1 mV.

La fuente regulada de poder es de 9V C.D. y 500 mA y fue diseñada de manera que no presente variaciones de voltaje superiores a 1 mV.

Para realizar la lectura del potencial de equilibrio, se utilizó un multímetro digital marca HUNG CHANG, cuya precisión en las lecturas de voltaje es de $\pm 0,001$ V en la escala utilizada.

El diseño final del densímetro de flotación magnética se ilustra en la figura 3.

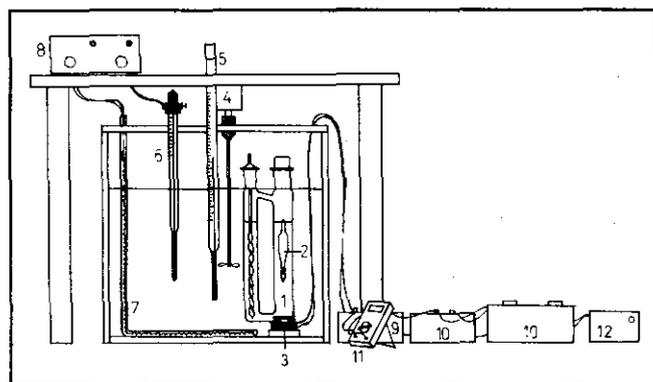


Figura 3. Densímetro de flotación magnética. 1. Celda, 2. Flotador, 3. Bobina, 4. Agitador, 5. Termómetro Beckmann, 6. Termómetro de contacto, 7. Resistencia de calentamiento, 8. Control de temperatura, 9. Resistencia constante de 20Ω , 10. Resistencia variable, 11. Multímetro, 12. Fuente de poder

5. Control de temperatura

El control de temperatura se realizó, colocando la celda en un baño de agua termostataado a $25,000 \pm 0,002^\circ\text{C}$. Para alcanzar estas condiciones, se dispuso de una resistencia, un termómetro de contacto y un regulador de temperatura fabricado en el CEIF-UN. La temperatura se registró con un termómetro calibrado en grados Fahrenheit y certificado por el NITS y por el Centro de Control de Calidad y Meteorología de la Superintendencia de Industria y Comercio. Las oscilaciones de temperatura se verificaron con un termómetro diferencial Beckmann de 1°C que permite observar cambios de $\pm 0,002^\circ\text{C}$.

Para aislar el equipo de las fluctuaciones externas de temperatura y lograr un mejor control, se recubrieron las paredes de la cubeta con icopor. Además se instaló un agitador que permite lograr uniformidad en la temperatura del termostato. Se logro obtener así una temperatura constante con una máxima fluctuación de 0.002°C .

AJUSTE Y CALIBRACION DEL EQUIPO

Para realizar la calibración del equipo se empleó Cloruro de Potasio, Merck, reactivo analítico, el cual se secó a temperatura ambiente por un tiempo no inferior a 48 horas.

El agua empleada en la preparación de las soluciones de cloruro de potasio, fue sometida previamente al tratamiento descrito en la literatura **Riddick & Bunger** (1970), para poder obtener agua de densidad $0,997047 \text{ g/cm}^3$ a $25,000^\circ\text{C}$. Las constantes físicas utilizadas para caracterizar el agua así tratada dieron los siguientes resultados: índice de refracción a $25,00^\circ\text{C}$ 1,3325, temperatura de congelación $0,0^\circ\text{C}$ y conductividad inferior a $2 \mu\text{s}$.

La calibración del equipo de flotación magnética se hizo teniendo en cuenta que va a ser utilizado para la determinación de densidades de soluciones acuosas muy diluidas. La escogencia del sistema de calibración estuvo determinada por la disponibilidad de datos de densidad muy cercanos al valor correspondiente al agua, con una incertidumbre no mayor que $\pm 1,0 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$. Con estos criterios y con base en la información reportada en la literatura, se seleccionaron soluciones de Cloruro de Potasio y se escogieron datos que cubren un rango de concentración entre $0,34601 \text{ m}$ y $0,002001 \text{ m}$ y de densidad entre $1,01276$ y $0,997137 \text{ g/cm}^3$ (**MacInnes & Dayhoff** 1952, **Jones & Talley**, 1933).

Los valores de densidad y concentración de las soluciones de Cloruro de Potasio fueron ajustadas por el método de mínimos cuadrados a la siguiente ecuación:

$$d = Am + B \quad (2)$$

En ella m representa la molalidad de las soluciones de KCl y A y B son constantes empíricas.

Para efectuar la calibración se prepararon por pesada 18 soluciones de Cloruro de Potasio en un rango de concentración entre 0,10008 m y 0,00200 m. Su densidad se calculó a partir de la ecuación (2).

Con cada solución se siguió el procedimiento que se describe a continuación. La celda con la solución se coloca durante 20 minutos dentro del termostato cuya temperatura se ha ajustado previamente a $25,000 \pm 0,002^\circ\text{C}$ (ver figura 3). El peso del flotador se ajusta adicionándole un anillo de plata de peso conocido que permite que el flotador se sumerja en la solución sin que llegue hasta el fondo de la celda. Se aplica entonces el máximo potencial generado por la fuente, manteniendo las resistencias variables en cero; con esto se logra un campo suficientemente intenso para que el flotador sea atraído hasta el fondo de la celda. Una vez en esta posición, se aumenta poco a poco la resistencia R_1 para disminuir la intensidad del campo sin que el flotador cambie de posición. Este proceso se continúa, aumentando la resistencia R_2 la cual permite efectuar un ajuste mas fino y detectar claramente el momento en que el flotador sube. El voltaje correspondiente se lee en el multímetro. Siguiendo este procedimiento, se realizan diez determinaciones para conseguir un buen estimativo de la reproducibilidad de las medidas.

Posteriormente y para ampliar el rango de operación del equipo, se cambia el peso del flotador, reemplazando el anillo de plata por otro de peso conocido y ajustado de modo que los nuevos voltajes de equilibrio queden dentro de los límites de operación del equipo. Así se repite el procedimiento ya descrito.

El peso de los anillos de plata se midió periódicamente constatando que se mantuvo constante.

Con los valores de voltaje obtenidos para cada solución de KCl y las densidades obtenidas a partir de los datos de literatura, se construyeron las curvas de calibración correspondientes al flotador con cada uno de los anillos utilizados. Las gráficas obtenidas se presentan en la figura 4 y las ecuaciones de calibración son:

$$d_1 = 0,001121 V + 0,994632 \quad r = 0,999984 \quad (3)$$

$$d_2 = 0,001120 V + 0,996079 \quad r = 0,999994 \quad (4)$$

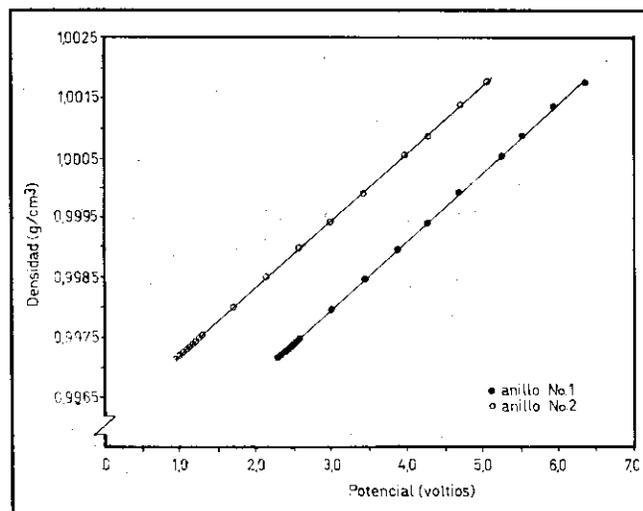


Figura 4. Curvas de calibración

En ellas d_1 y d_2 representan respectivamente la densidad calculada a partir del voltaje promedio obtenido cuando se usa el anillo No. 1 y el anillo No. 2; r es el coeficiente de correlación lineal.

Determinación de la densidad del agua

Para verificar la calibración del equipo se determinó la densidad del agua pura a $25,000 \pm 0,002^\circ\text{C}$. Siguiendo el procedimiento indicado, se obtuvieron los siguientes resultados de voltaje de equilibrio con cada uno de los dos anillos y las respectivas densidades calculadas para el agua.

Tabla 1.

ANILLO 1		ANILLO 2	
V_1 (voltios)	d (g/cm^3)	V_2 (voltios)	d (g/cm^3)
2.153	0.997046	0.864	0.997047
2.153	0.997046	0.864	0.997047
2.154	0.997047	0.864	0.997047
2.153	0.997046	0.864	0.997047
2.153	0.997046	0.864	0.997047
2.154	0.997047	0.863	0.997046
2.154	0.799047	0.864	0.997047
2.155	0.997048	0.864	0.997047
2.154	0.997047	0.864	0.997047
2.154	0.997047	0.864	0.997047

En cada caso, la densidad fue calculada mediante la ecuación de calibración correspondiente (ver ecuaciones 3 y 4). Tomando el valor promedio se obtuvo un valor de $0,997047 \text{ g/cm}^3$ para la densidad del agua a $25,000 \pm 0,002^\circ\text{C}$ con una rango de $\pm 2 \times 10^{-6} \text{ g/cm}^3$. El resultado obtenido coincide con los datos más confiables reportados en la literatura para la densidad del agua, $0,997047 \text{ g/cm}^3$ (Weissberger, 1972 y Riddick & Bunger 1970), obtenidos mediante distintas técnicas incluyendo la de flotación magnética.

Agradecimientos

Este trabajo se realizó con financiación parcial de CINDEC, COLCIENCIAS y del Banco de la República.

Bibliografía

- Franks, F. & Smith, T. H. 1967. Apparent Molal Volumes and Expansibilities of Electrolytes in Dilute Aqueous Solutions. *Trans. Faraday. Soc.* **63**: 2586.
- Pinzón, J. A. & Blanco, L. H. 1983. Construcción de un Densímetro Oparado Magnéticamente. *Rev. Col. Quim.* **12**: 31.
- Weissberger, A. Ed. 1972. *Techniques of Chemistry 1(4)*: Wiley-Interscience, New York. 57-124.
- Riddick, J. A. & Bunger, W. B. 1970. *Techniques of Chemistry 2*: Wiley-Interscience, New York. 66-69.
- Lamb, A. B. & Lee, R. E. 1913. The densities of certain dilute Aqueous Solutions by a New and Precise Method. *J. Am. Chem. Soc.* **35**: 1668.
- Richards, A. R. 1942. An Electromagnetic Densitometer. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* **14**: 595.
- Millero, F.J. 1967. High Precision Magnetic Float Densimeter. *The Review of Scientific Instruments.* **38**: 1441.
- Masterton, W.L. & Seiler, H.K. 1968. Apparent and Partial Molal Volumes of Water in Organic Solvents. *J. Phys. Chem.* **72**: 4257.
- Hall, N. F. & Jones, T. O. 1936. A redetermination of the Protium-Deuterium Ratio in Water. *J. Am. Chem. Soc.* **58**: 1915.
- Cartan, F.; Anacker, E. W. 1960. Density Measurements with a Magnetically Controlled Float. *J. Chem. Ed.* **37**: 36.
- Burns, J. A. & Verrall, R. E. 1974. Thermodynamics of Bolaform Electrolytes. *J. Sol. Chem.* **3**: 289.
- MacInnes, D. A. & Dayhoff, M. O. 1952. The partial Molal Volumes Of Potassium Chloride, Potassium and Sodium Iodides and Iodine in Aqueous Solutions at 25°C . *J. Am. Chem. Soc.* **74**: 1017.
- Jones, G. & Talley, S. 1933. The viscosities of Aqueous Solutions as a Function of the Concentration. *J. Am. Chem. Soc.* **55**: 624.