

Construcción de un Densímetro Operado Magnéticamente

Jorge A. Pinzón* y Luis H. Blanco

Departamento de Química, Universidad Nacional, Bogotá, Colombia

SUMARIO

Se diseñó y construyó un densímetro operado magnéticamente, el cual permite determinar la densidad de una solución con precisión hasta la quinta cifra decimal. En el diseño se tuvo en cuenta la posibilidad de poder armar y desarmar fácilmente las diferentes piezas que constituyen el densímetro, con el objeto de cambiar la bobina principal y así aumentar el rango de las densidades que se pueden medir. La calibración del densímetro se realizó mediante anillos de platino y soluciones de cloruro de sodio. Igualmente, se diseñó, construyó y montó un sistema para el control de temperatura, el cual no presentó desviaciones mayores de $\pm 0,006^{\circ}\text{C}$ a 25°C .

ABSTRACT

A magnetically operated densimeter which allows liquid solution density measurements up to the fifth decimal place was designed and built. The design includes some features such as easy change of the main solenoid in order to increase the range of densities to be measured. The densimeter was calibrated by using platinum rings and sodium chloride solutions. A temperature control system was designed and built to be used with the densimeter. It showed a good stability with a maximum deviation of $\pm 0,006^{\circ}\text{C}$ at 25°C .

INTRODUCCION

Dentro de la línea de investigación "Interacción soluto-solvente" se requirió la medida de densidades de soluciones salinas acuosas con gran precisión. Al revisar los métodos convencionales(1), se escogió el de flotación magnética porque permite obtener mejores resultados en cuanto a la precisión y rapidez de las medidas. Entre los diferentes tipos de densímetros operados magnéticamente cuya descripción se ha dado en la literatura (2, 3, 4, 5, 6) se seleccionó el de F.J. Millero como modelo para el diseño y la construcción del densímetro estudiado en el presente trabajo.

Nuestro diseño presenta diferencias importantes con relación al propuesto por F.J. Millero:

- a) Es posible armar y desarmar rápidamente las diferentes piezas que constituyen el densímetro.
- b) El montaje de la bobina principal permite que ésta se pueda reemplazar y/o cambiar fácilmente con el objeto de variar ó incrementar el rango de las densidades medidas.
- c) Permite un contacto directo de todas las partes del densímetro con el medio de termostato.

Para el diseño, construcción y montaje del sistema de control de la temperatura se tuvieron en cuenta los siguientes factores:

- a) Obtener la mejor precisión en la temperatura controlada.
- b) Poder emplear este sistema a temperaturas alejadas de la ambiente.

Fundamento del método.

En principio el diseño de un densímetro operado magnéticamente es muy simple (3,6), un flotador de vidrio que contiene un pequeño magneto ó una barra de hierro dulce, se sumerge completamente en el líquido cuya densidad se desea conocer. La fuerza F_2 dirigida hacia arriba que mantiene al flotador en suspensión es igual a:

$$F_2 = \text{Empuje} - \text{Peso flotador} \quad (1)$$

$$F_2 = g V_f d - g V_f d_f$$

$$F_2 = g V_f (d - d_f) \quad (2)$$

donde, g , es el valor de la aceleración de la gravedad. V_f y d_f , son el volumen y la densidad del flotador, d es la densidad del líquido.

En el fondo de la celda, donde está el líquido, se coloca un solenoide a través del cual se hace pasar una corriente eléctrica para producir un campo magnético que atrae hacia abajo al flotador. La fuerza producida por el campo, F_1 , es igual a:

$$F_1 = K i \quad (3)$$

donde: K , es una constante.

i , es la intensidad de la corriente eléctrica.

Para mantener el flotador en una posición fija (por ejemplo en el fondo de la celda), las dos fuerzas deben equilibrarse, por tanto:

$$K i = g V_f (d - d_f) \quad (4)$$

reagrupando y llamando $K/g = f$, se tiene:

$$d = \frac{f}{V_f} i + d_f \quad (5)$$

Esta ecuación permite calcular la densidad del líquido en estudio, luego de la correspondiente calibración para determinar los parámetros f/V_f y d_f característicos del sistema.

La calibración puede realizarse de dos maneras: variando la densidad del flotador d_f , sumergiéndolo en agua destilada y determinando la intensidad de equilibrio. Para variar la densidad del flotador se añaden anillos de platino de masa conocida. En este caso la ecuación (5) se transforma en:

$$d_{H_2O} = \frac{f}{V_f + V_m} i + \frac{V_f d_f + V_m d_m}{V_f + V_m} \quad (6)$$

donde: d_{H_2O} , es la densidad del agua destilada.

V_m y d_m , corresponden al volumen y la densidad del platino añadido.

La ecuación (6) puede escribirse como:

$$i = \frac{\left[\frac{d_{H_2O}}{d_{Pt}} - 1 \right]}{f} M_{Pt} + \frac{V_f d_{H_2O} - M_f}{f} \quad (7)$$

donde: d_{Pt} , es la densidad del platino.

M_{Pt} , es la masa de platino añadida.

M_f , es la masa del flotador.

La ecuación (7) es la función de la línea recta de cuyos parámetros se determinan f/V_f y d_f .

Un método más directo para el cálculo de f/V_f y d_f consiste en colocar el flotador en soluciones de densidad conocida y obtener la intensidad de equilibrio para cada una de ellas. De acuerdo con la ecuación (5), los parámetros de la función d vs. i , corresponden a f/V_f y d_f .

Descripción del equipo construido.

El densímetro, representado en la figura No. 1, consta de las siguientes partes:

Bobina auxiliar (A), hecha con alambre de cobre calibre 28.
Compartimiento de la celda (B).

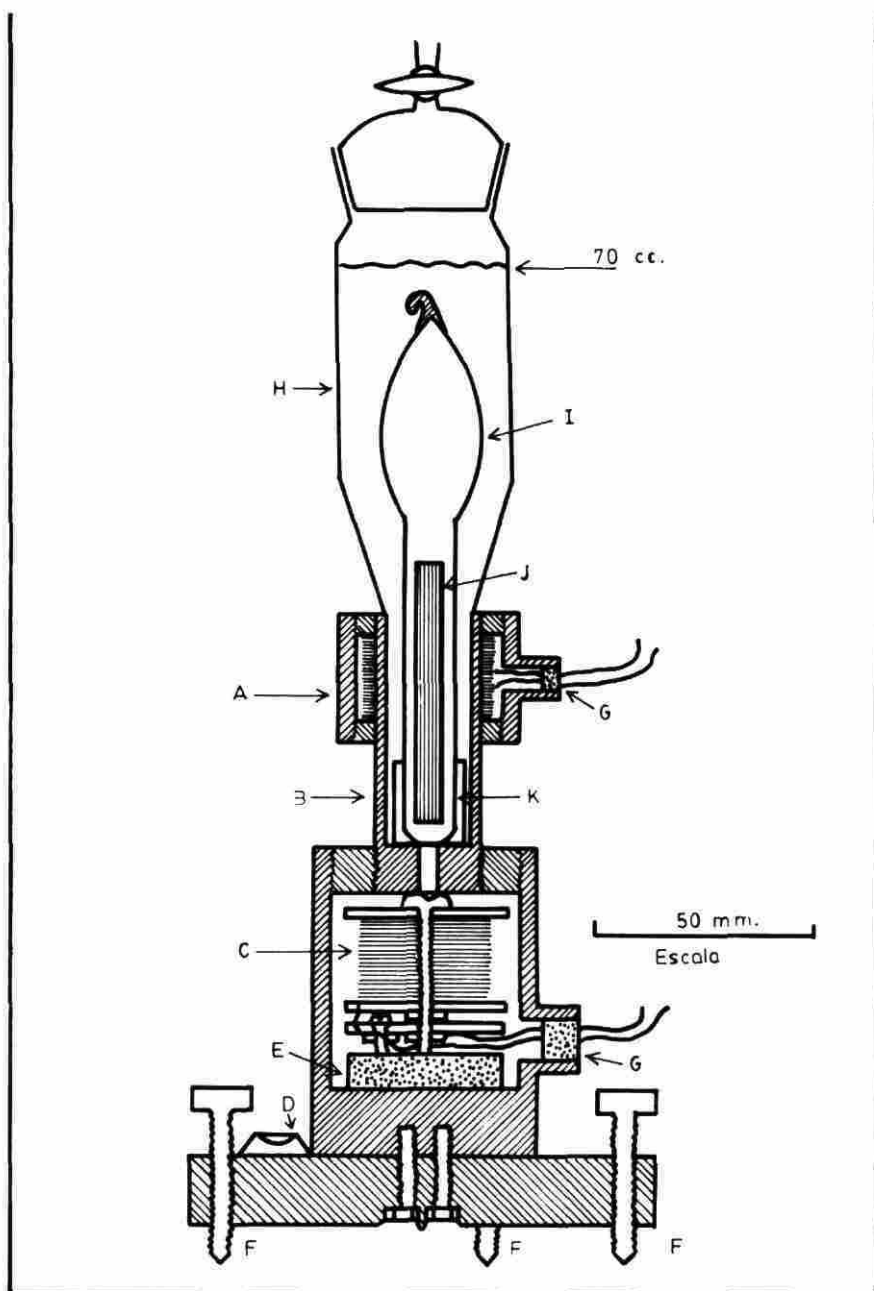


FIGURA Nº 1 . DENSÍMETRO DE FLOTACIÓN MAGNÉTICA .

Bobina principal (C), hecha con alambre de cobre calibre 28, enrollado en un carrete formado por un tornillo de bronce con láminas de P.V.C. como tapas.

Nivel (D).

Soporte de caucho (E), para aislar los terminales de la bobina principal y el ajuste de ésta.

Sellos impermeables (G).

Celda para colocar el líquido (H), tiene una tapa con llave y unión esmeriladas; se le hizo una marca que indica un volumen de 70 cm^3 .

El flotador (I), tiene un volumen de $21,889 \pm 0,0003 \text{ cm}^3$ y pesa 21,1955 gramos; el núcleo (J), es un imán permanente.

Ventana de observación (K), para ver la posición del flotador.

La celda y el flotador se construyeron en el taller de soplado de vidrio de la Facultad de Ciencias empleando vidrio Pyrex.

Las diferentes partes del densímetro están hechas en bronce y fueron construidas en taller de mecánica del Departamento de Física.

El circuito eléctrico se compone de dos partes independientes, (Ver figura No. 2). La parte I corresponde al solenoide principal y contiene: una fuente de poder formada por dos baterías en paralelo cada una de 12 voltios; R_1 y R_5 cajas de resistencias Leeds & Northrup de 1.000 Ohm (variación mínima de 0,1 Ohm); R_3 caja de resistencias del mismo tipo anterior pero de 10.000 Ohm (variación mínima de 1 Ohm); R_2 resistencia fija de 7,2 Ohm, en paralelo con R_3 ; R_4 resistencia patrón de 1,1 Ohm, construida en constantán, enrollada en una varilla de vidrio, sumergida en aceite de silicona y termostatada a 25°C , entre cuyos terminales se mide la diferencia de potencial por medio de un potenciómetro (P), Leeds & Northrup Universal 7553-5 tipo K-3; un miliamperímetro digital (A), Soar M E 522, empleado para observar la lectura de intensidad inicial.

La parte II corresponde a la bobina auxiliar, variando el voltaje de salida en la fuente de poder Cenco No. 79551 se producen las variaciones de intensidad necesarias para su operación. El sistema de control de temperatura está dividido en dos partes, (ver figura No. 3). La parte I corresponde al termostato auxiliar, tiene: Un tanque de paredes de vidrio (M), con capacidad de 125 litros forrado con lámina de poliuretano; su función es hacer circular agua a 25°C aproximadamente por la camisa y la tapa del termostato principal. Bomba de circulación (H), Poly Temp modelo 73 con control de temperatura. Termómetro (I), graduado en décimas de grado centígrado. Llave de paso (G) para regular el flujo de agua. Válvula de seguridad (F). Base de madera (P). La parte II, el termostato principal donde va colocado el densímetro, tiene los siguientes implementos: Sensor del control de temperatura (A), marca Bayley modelo 123. Sensor del Termómetro diferencial (B), marca Bayley modelo 174. Resistencia industrial (C), empacada en tubo de cobre en U, tiene 35,8 Ohm y se conecta al control de temperatura. Motor de agitación (D) Termómetro de mercurio (E), graduado en décimas de grado centígrado, fue calibrado contra un termómetro certificado por el N.B.S. Ventanas de observación (J). Camisa (K) del tanque central (L), con

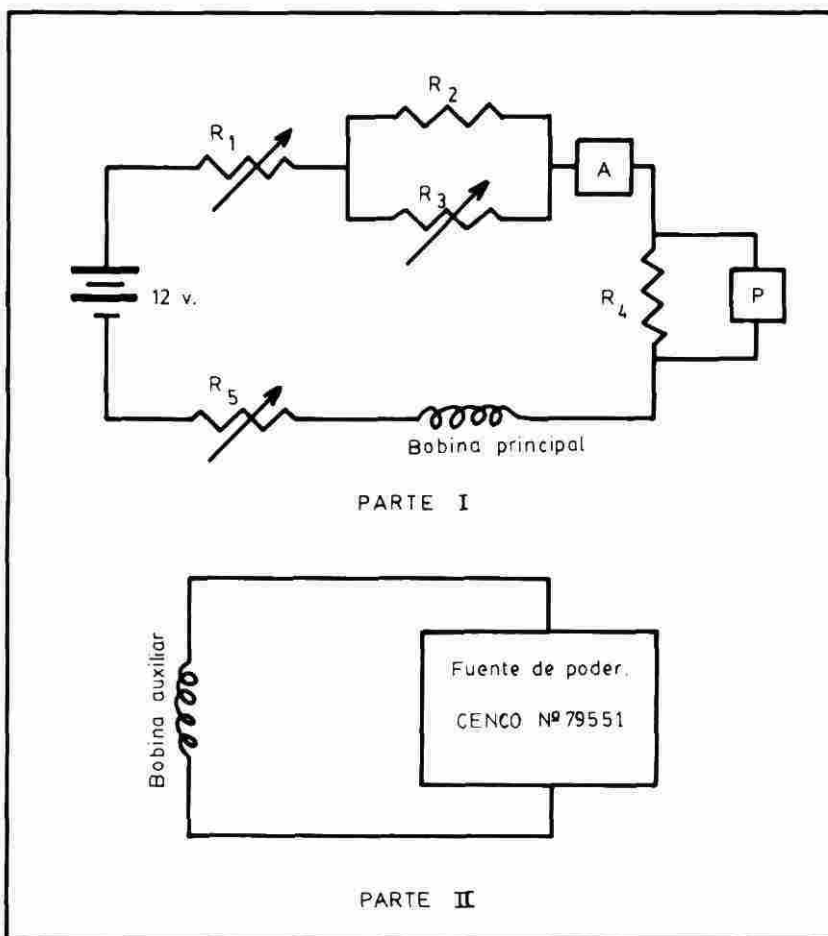


FIGURA Nº 2 . CIRCUITO ELÉCTRICO.

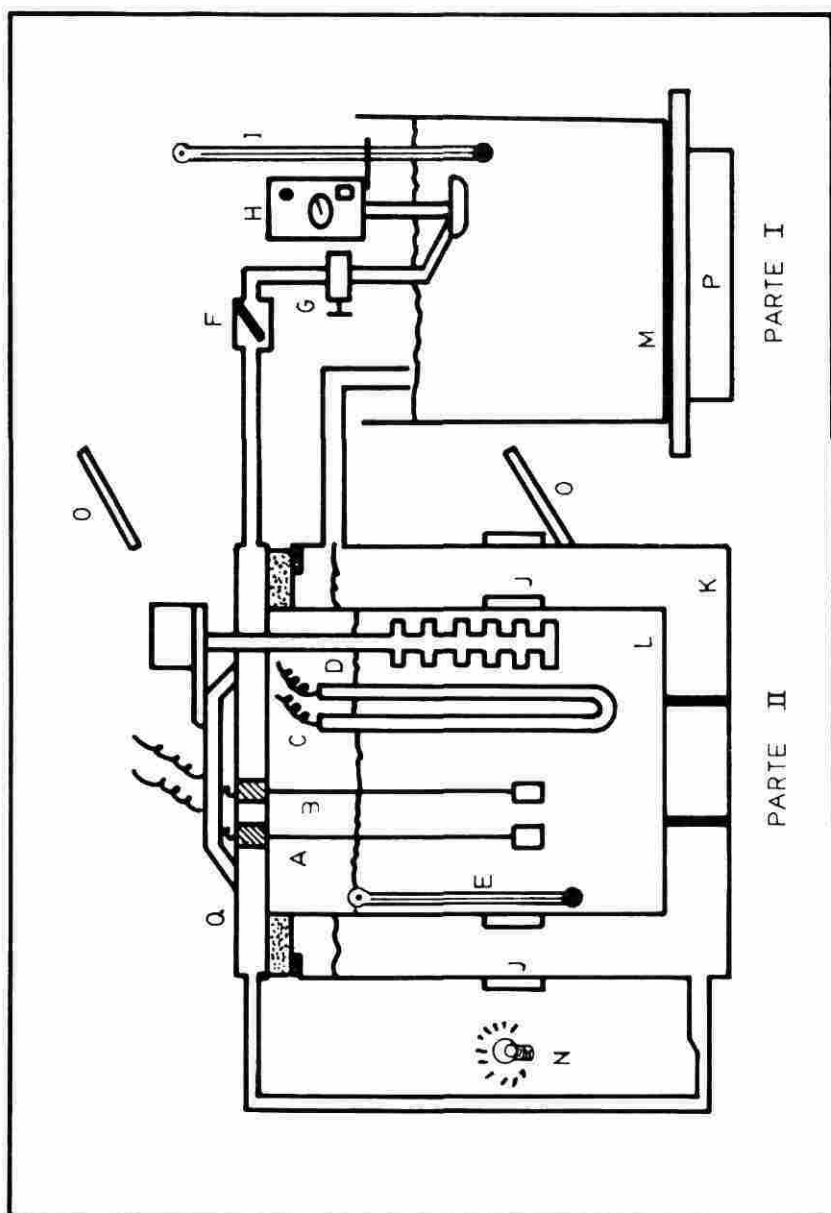


FIGURA N° 3 . SISTEMA CONTROL DE TEMPERATURA .

capacidad de 512 y 125 litros respectivamente. Lámpara de iluminación (N). Espejos de observación (O). Tapa con circulación de agua.

Operación del densímetro y su equipo auxiliar.

Inicialmente se lleva el termostato auxiliar a 25°C y se pone en marcha el flujo de agua alrededor del termostato principal. Con la ayuda de una resistencia auxiliar (no dibujada en la figura No. 3) se lleva el termostato principal hasta 25,5°C aproximadamente, entonces se conecta el control de temperatura. Cuando la temperatura del termostato principal baja a 25°C, (leída en el termómetro E), se conecta el termómetro diferencial. La variación observada para este sistema de control de temperatura fue de $\pm 0,006^\circ\text{C}$.

El funcionamiento del densímetro y su circuito eléctrico es el siguiente: se conectan las baterías al circuito media hora antes de realizar cualquier medida de densidad. Se ajusta la intensidad inicial en 250 miliamperios, mediante R_5 . Se baja el flotador hasta el fondo de la celda empleando la bobina auxiliar; cumplida la operación se desconecta esta bobina. Se aumenta sistemáticamente la resistencia del circuito, empezando por los valores más significativos de R_1 , luego de la misma manera se varía R_3 , hasta cuando el flotador justo deja el fondo de la celda; inmediatamente después se lee en el potenciómetro la caída de potencial a través de R_4 , estas lecturas se convierten en amperios empleando la ley de Ohm para tener valores de la intensidad de equilibrio.

Materiales y Reactivos.

El agua empleada para las calibraciones fue doblemente destilada(7), la primera vez de solución alcalina de permanganato de potasio (0,5 gramos por litro de agua destilada previamente) y la segunda vez añadiendo varias gotas de H_2SO_4 en lugar del permanganato alcalino.

El cloruro de sodio utilizado fue R.A. Merck de pureza mínima del 99,5%, antes de preparar las soluciones la sal se secó a 110°C durante una semana. Las soluciones se prepararon por pesada, la balanza empleada para tal fin se calibró previamente con pesas certificadas por el N.B.S. El agua doblemente destilada se hirvió durante una hora y se dejó enfriar a temperatura ambiente antes de su empleo.

La celda y el flotador se purgaron como mínimo dos veces con la solución a medir.

Resultados y Discusión.

Para llegar a la forma y condiciones de funcionamiento definitivos del densímetro, las bobinas con su montaje, la celda, el flotador y el circuito eléctrico se realizaron muchos ensayos los cuales, mediante calibraciones con anillos de platino, permitieron ir mejorando sistemáticamente la reproducibilidad en las medidas de la intensidad de equilibrio. Este factor incide directamente en la precisión de los parámetros (f/V_t) y d_t de la

ecuación (5) y consecuentemente en la precisión de las medidas de densidad. En las tablas I y II se dan los resultados de la calibración del densímetro mediante anillos de platino y soluciones de cloruro de sodio a $25,000 \pm 0,006^\circ\text{C}$. Las lecturas de intensidad son el promedio de diez medidas independientes; la desviación estándar para esta serie de datos es del orden de 10^{-5} amperios. Las densidades a 25°C del agua doblemente destilada y la del platino se tomaron igual a $0,997075 \text{ g/cm}^3$ y $21,482 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$, respectivamente (6). Las densidades de las soluciones de cloruro de sodio fueron calculadas a partir de datos del porcentaje de sal vs. densidad publicados en la literatura(8), empleando el método de interpolación por diferencias finitas(9). La pendiente, el intercepto y las desviaciones estándar, correspondientes a las ecuaciones (5) y (7), se calcularon empleando el método de los mínimos cuadrados(10). El criterio usado para dar la incertidumbre fue tal que el último dígito a la derecha sea en alguna medida incierto en tres unidades o más y el penúltimo cuando mucho en tres unidades(11).

La calibración con soluciones de cloruro de sodio dio mejores resultados que la realizada con anillos de platino, tal hecho se pone en evidencia al comparar los coeficientes de correlación lineal y las desviaciones estándar de los parámetros calculados. El procedimiento tradicional de añadir anillos de platino al flotador es equivalente a colocar en la celda soluciones con densidad menor a la del agua, esto hace que el rango de variación de la intensidad de equilibrio sea más reducido si se compara con la calibración mediante soluciones de cloruro de sodio, debido a que la masa agregada tiene un límite para que el flotador se mantenga en suspensión. En consideración de lo anterior se escogió la calibración con soluciones de cloruro de sodio para el cálculo de las densidades con este instrumento.

TABLA 1
CALIBRACION CON ANILLOS DE PLATINO

Masa de platino añadida (g)	Intensidad de equilibrio (A)
0	0,10603
0,03302	0,10147
0,05953	0,09654
0,08642	0,09239
0,11330	0,08835
0,13992	0,08360
0,16704	0,07925
0,19462	0,07483
0,22182	0,07082
0,24868	0,06617

Coeficiente de correlación lineal: -0,99983
 Intercepto : 0,10632 \pm 0,00008
 Pendiente : -0,1612 \pm 0,0009

Valores de f y V_f calculados mediante la ecuación (7):

$$f = (5,92 \pm 0,03) \text{ g/A}$$

$$V_f = (21,889 \pm 0,003) \text{ cm}^3$$

Ecuación (5):

$$d = (0,2705 \pm 0,0014) i + (0,96832 \pm 0,00013)$$

TABLA 2
CALIBRACION CON SOLUCIONES DE CLORURO DE SODIO

Intensidad de equilibrio (A)	% Sal	Densidad (g/cm ³)
0,10603	0	0,99708
0,12146	0,618	1,00130
0,13150	1,011	1,00409
0,13776	1,255	1,00582
0,15765	2,019	1,01126
0,17887	2,816	1,01695
0,18660	3,148	1,01908

Coeficiente de correlación lineal: 0,99999
 Intercepto : 0,96819 \pm 0,00010
 Pendiente : 0,2728 \pm 0,0007
 Ecuación (5): $d = (0,2728 \pm 0,0007) i + (0,96819 \pm 0,00010)$

Como un chequeo final del densímetro se determinaron las densidades a $25,000 \pm 0,006^\circ\text{C}$, de soluciones acuosas diluidas de KCl y Me_4NI , reactivos Merck de pureza mínima del 99% y que fueron secados previamente.

La incertidumbre, expresada como la desviación estándar, en los valores de la densidad calculada mediante la ecuación (5) se encontró entre 0,00016 y 0,00013 g/cm³ para el rango de las densidades medidas; de acuerdo al criterio expuesto anteriormente las densidades se pueden dar con cinco cifras decimales.

Con base en las densidades medidas se calcularon los volúmenes molares aparentes, ρ_v , de la ecuación:

$$\phi_v = \frac{1.000 (d_{H_2O} - d_{sol})}{m d_{H_2O} d_{sol}} + \frac{M_{Soluta}}{d_{sol}} \quad (8)$$

y el valor a dilución infinita, ϕ_v^0 , empleando la ecuación de Redlich y Meyer:

$$\phi_v^0 = \phi_v - 1,868 \sqrt{C} \quad (9)$$

pero sin tener en cuenta el término $b_v c$ (12)

En la Tabla 3 se resumen los resultados obtenidos.

TABLA 3

Sal	ϕ_v^0 (cm ³ /mol)
KCl	26,92
Me ₄ Nl	125,8

Los valores de ϕ_v^0 dados en la literatura para el KCl y el Me₄Nl son: 26,886 cm³/mol (13) y 125,75 cm³/mol (14), respectivamente.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a Colciencias el financiamiento parcial de este trabajo.

BIBLIOGRAFIA

1. Battino R., Chem. Revs., **71**, 5 (1971).
2. Lamb A.B. y Lee R.E., J. Am. Chem. Soc., **35**, 1. 666, (1913).
3. Cartan F. y Anaker E.W., J. Chem. Educ., **37**, 36, 1960.
4. Benjamin L., J. Phys. Chem., **70**, 3790, 1966.
5. Richards A.R., Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., **14**, 595, 1942.
6. Millero F.J., Rev. Sci. Instr., **38**, 1441, 1967.
7. Bauer N. "Physical Methods of Chemistry" Wellsberger A. (Ed). Vol. I, Interscience Publishers, New York, 1945, pag. 72.
8. International Critical Tables of Numerical Data. Vol. III, McGraw-Hill, New York, 1928, pag. 79.
9. Ewert M., Blanco L.H., Pinzón J.A. y Villaveces J.L., "Cálculo Numérico y Métodos Gráficos", Conferencias para el curso 17209. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, D.E. Cap. VII.
10. Bauer E.L. "Manual de Estadística para Químicos", Alhambra, Madrid, 1974, pag. 109.
11. Shoemaker D.P. & Garland C.W., "Experiments in Physical Chemistry", McGraw-Hill, New York, 1967, pag. 35.
12. Lowe B.W. y Rendall H.M., Trans. Faraday Soc., **67**, 2318, 1971.
13. Vaslow F., J. Phys. Chem., **70**, 2286, 1966.
14. Levlen B.J., Aust. J. Chem., **18**, 1161, 1965.