



# **VOLUMETRÍA Y ESPECTROSCOPÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE POTASIO EN SAL COMESTIBLE**

**CRISTIAN GORDILLO BIELSA**

**11 DE MAYO DE 2010**



“Volumetría y espectroscopía para la determinación de potasio en sal comestible” es el proyecto que me ha otorgado el departamento de Química Analítica de la Escuela de Ingeniería Técnica Industrial de Zaragoza y que ha sido dirigido por la Dra. Angélica Fernández.

Agradecer a la Dra. Angélica Fernández, por los medios que puso a m disposición, su ayuda y su colaboración en la revisión y tutela de este proyecto.

Reconocer también, la colaboración prestada por María Ángeles Trigo en las tareas de laboratorio.

Agradecer a mi familia y amigos todo el apoyo que durante estos años me han dado. A todos ellos dedicarles el proyecto.

# ÍNDICE

<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
DEFINICIÓN.....	2
HISTORIA.....	3
TIPOS DE SAL.....	5
COMPOSICIÓN.....	8
PROPIEDADES.....	10
CONSUMO Y PRODUCCIÓN EN ESPAÑA .....	12
Salmueras naturales (salinas marinas y salinas de interior): .....	12
Laboreo minero (explotaciones de sal gema o sal de roca):.....	13
Empresas y estructura del mercado .....	14
<b>OBJETIVOS .....</b>	<b>16</b>
<b>EXPERIMENTAL .....</b>	<b>18</b>
MÉTODOS DE ANÁLISIS.....	19
MÉTODO CLÁSICO: VALORACIÓN VOLUMÉTRICA .....	19
PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y DETERMINACIÓN DEL RESIDUO INSOLUBLE.....	20
DETERMINACIÓN DE POTASIO .....	26
ESPECTROSCOPÍA ATÓMICA .....	29
PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.....	39
SEGÚN EL MÉTODO CLÁSICO .....	39
POR EL MÉTODO DIRECTO .....	39
POR ADICIÓN ESTÁNDAR.....	39
RESULTADOS .....	41
DETERMINACIÓN DEL RESIDUO .....	41
VALORACIONES.....	42
DETERMINACIÓN DE POTASIO .....	42
ESPECTROSCOPÍA ATÓMICA .....	50
COMPARACIÓN DE ABSORCIÓN Y EMISIÓN ATÓMICA ESTUDIANDO LA NECESIDAD DE INTRODUCIR SODIO EN LOS PATRONES .....	50
RECTA DE POTASIO SIN SODIO POR ABSORCIÓN .....	50
RECTA DE POTASIO CON SODIO POR ABSORCIÓN .....	52
RECTA DE POTASIO SIN SODIO POR EMISIÓN .....	53
RECTA DE POTASIO CON SODIO POR EMISIÓN .....	55
DETERMINACIÓN DE POTASIO .....	61
CONCENTRACIONES DE POTASIO EN MUESTRAS.....	65
MUESTRAS PREPARADAS SEGÚN LA NORMA .....	65
MUESTRAS PREPARADAS POR EL MÉTODO DIRECTO .....	65
MÉTODO DE DETERMINACIÓN POR ADICIÓN ESTÁNDAR.....	66
CONCENTRACIONES DE POTASIO POR ADICIÓN ESTÁNDAR .....	92

<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>93</b>
COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS DE RESIDUO INSOLUBLE .....	94
COMPARACIÓN DE RESULTADOS DEL MÉTODO CLÁSICO CON LOS VALORES MEDIOS ESTADÍSTICOS .....	96
COMPARACIÓN DE LAS RECTAS DE CALIBRADO POR EMISIÓN Y POR ABSORCIÓN CON Y SIN SODIO .....	98
COMPARACIÓN DE RESULTADOS EN MUESTRAS PREPARADAS SEGÚN LA NORMA Y POR EL MÉTODO DIRECTO POR EMISIÓN ATÓMICA .....	100
COMPARACIÓN ENTRE LOS RESULTADOS POR EL MÉTODO CLÁSICO Y ADICIÓN ESTÁNDAR. ....	102
COMPARACIÓN ENTRE LOS RESULTADOS POR EL MÉTODO CLÁSICO Y ESPECTROSCOPÍA DE EMISIÓN ATÓMICA. ....	104
COMPARACIÓN ENTRE CALIBRACIÓN EXTERNA Y ADICIÓN ESTÁNDAR. ....	106
<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>108</b>
<b>ÍNDICE DE TABLAS .....</b>	<b>110</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS .....</b>	<b>113</b>

# **ACRÓNIMOS**

<b>COMA</b>	Committee on Medical Aspects of Food and Nutrition Policy: Comité para la Vigilancia de Aspectos Nutricionales de los Alimentos
<b>OMS</b>	Organización Mundial de la Salud
<b>UNE</b>	Unificación de Normas Españolas
<b>EEA</b>	Espectroscopía de Emisión Atómica
<b>EAA</b>	Espectroscopía de Absorción Atómica

# INTRODUCCIÓN



### DEFINICIÓN

La palabra sal viene del término latín sal, y se define como: “Sustancia ordinariamente blanca cristalina, de sabor propio bien señalado, muy soluble en agua, crepitante en el fuego y que se emplea para sazonar los manjares y conservar las carnes muertas. Es un compuesto de cloro y sodio, abunda en las aguas del mar y se halla también en masas sólidas en el seno de la tierra, o disuelta en lagunas y manantiales.”

Es un ingrediente esencial. La función de la sal es triple: sazona la comida, es conservante de alimentos y proporciona al cuerpo, cloro y sodio necesarios para el equilibrio hídrico del organismo y para la actividad muscular y nerviosa. (1 y 2)

## HISTORIA

La ubicación de depósitos de sal tuvo especial relevancia en los emplazamientos finales de asentamientos humanos primitivos. Debido a que, no sólo es una necesidad humana su consumo, sino que permite además conservar los alimentos prolongando su vida comestible. Una de las culturas que antes ha documentado el uso y extracción de la sal es la china (desde el siglo XXVII a. C.). Ya en el Imperio Romano se crearon rutas específicas en Europa para facilitar el mercadeo de sal entre diversas regiones, por ejemplo en Roma tiene origen en una ruta destinada al transporte de sal denominada vía salaria, otros ejemplos pueden verse también en: Alemania con la Alte Salzstrasse o en Francia con la Route du Sel. Los intereses existentes entre los mercaderes y los diferentes estados han hecho que se hayan producido numerosas guerras por controlar no sólo los depósitos sino que también los mercados de la sal.

La etimología de algunas palabras proporciona ejemplos claros de la importancia que tuvo la sal en la antigüedad, por ejemplo el término salario en castellano, es derivado del latín *salarium*, proviene de 'sal' y tiene origen en la cantidad de sal que se le daba a un trabajador (en particular, a los legionarios romanos) para poder conservar los alimentos y alimentarse (*salarium argentum*). La sal era importante en el Mediterráneo y se elaboraba una salsa de pescado en salazón muy popular denominada *garum*, cuya receta fue posteriormente olvidada en la culinaria occidental. En la antigüedad, algunas formas de gobierno hicieron monopolios de sal e incluso cobraron impuestos. Un ejemplo de impuesto aplicado al consumo de la sal se puede ver en Francia que hasta el siglo XIX se aplicaba un impuesto para la sal denominado la *gabelle*, y una de las primeras medidas que se tomaron durante la Revolución francesa fue abolirlo, considerado casi uno de los detonadores de la misma. Otra protesta relacionada con los impuestos de la sal se hizo a mediados del siglo XX en denominada *marcha de la sal* protagonizada por Gandhi y que posteriormente trajo la independencia con respecto al imperio británico de la India y del Pakistán.

En América las culturas precolombinas empleaban igualmente la sal en el comercio y de esta forma se sabe que los Mayas comerciaban con la sal empleándola como moneda. Durante la conquista de América los centros de producción de sal se convirtieron en uno de los objetivos primordiales de dominio.

---

La Colonización europea de América en el norte tuvo la intención de copar y generar nuevas fuentes de elaboración de sal. Las actividades pesqueras hicieron que la demanda de sal creciera en América y se expandió la necesidad de comerciar con el pescado en salazón en otros mercados. Durante la independencia de los Estados Unidos la sal tuvo un papel fundamental a la hora de controlar las tropas de las 'colonias rebeldes'.

En el periodo que va desde el siglo XVII al XX los partidarios contra el consumo excesivo de la sal fueron creciendo, por ejemplo en España el humanista Bernardino Gómez Miedes escribe en el año 1579 un tratado en tres volúmenes denominado Comentarios acerca de la sal. La situación acerca de los beneficios y males del consumo excesivo de sal se fueron clarificando en el siglo XX cuando en el año 1994 el COMA recomienda por persona una dosis diaria de 6 g. El consumo mundial dedicado a la alimentación se fue reduciendo durante el siglo XIX debido a las mejoras en los sistemas de refrigeración y congelación de alimentos, estas mejoras hicieron que no fuese necesario el uso de sal en la conservación de ciertos productos. A pesar de esta reducción en el consumo 'per cápita' el consumo global ha ido creciendo siempre con el crecimiento la población, así como la aparición de nuevas necesidades y aplicaciones de la sal como es el caso del empleo de la sal en el deshielo de carreteras y calles urbanas. (2 y 3)

### TIPOS DE SAL

Básicamente hay dos tipos de sal:

- LA SAL DE ROCA (HALITA). Está presente en la tierra y se encuentra en depósitos subterráneos, como vetas de sal impactadas. Una de las más famosas en España es la de Cardona.

- LA SAL MARINA. Se obtiene de forma natural por la evaporación provocada por el sol y el viento. A diferencia de la sal de roca, contiene solo un 34% de cloruro sódico y es más rica en oligoelementos como calcio, magnesio y manganeso. Suele denominarse popularmente como una "sal no refinada".

Según los distintos tipos de sales que se encuentran en el mercado:

- SAL FINA: La más utilizada. Si es marina, se disuelve con rapidez, si es de roca, sala más y es más difícil de disolver.

- SAL GORDA: Cristales de sal de tamaño más importante, sobre todo utilizados por los cocineros y preferible a la sal fina para cocciones a la sal y curados.

Las sales más conocidas son:

- **Sal ahumada:** proporciona un aroma único en algunos alimentos. Existen diferentes denominaciones de sal a lo largo de todo el mundo, las diferencias de sabores que proporcionan estas sales se puede deber a la presencia local de ciertos oligoelementos que le proporcionan un sabor característico. En otras ocasiones la forma de recolección permite modificar la textura de las sales y hacerlas más atractivas al consumidor. Esta sal se emplea fundamentalmente en la cocina para dar al mismo tiempo sabor salado y un olor ahumado, es por esta razón que se emplea también como una especia. Es un ingrediente muy habitual en los platos de la cocina de Gales, Dinamarca y Corea. Utilizada para la fabricación casera de carnes, verduras, o pescados ahumados. Sirve para salar por ejemplo un foie gras, una escalivada, un ave, un salmón.

- **Flor de Sal:** La sal de moda. Hace su entrada en el mercado francés hace unos 20 años. La primera comercialización fue realizada por las salinas de Guerande. Desde hace poco tenemos un producto mediterráneo producido en Camargues. Es fruto de un proceso particularmente curioso, siempre es una sal marina. En las salinas, a los primeros efectos de la concentración de la sal, cristales de sal ligeros flotan en placas muy finas en la superficie del agua. Es la flor de sal. Se recoge con un instrumento que se llame la

"lousse" que es como un rastrillo sin dientes que unos especialistas manejan con una grande experiencia. Es un producto raro de una producción escasa. Antiguamente esta sal era el privilegio de los trabajadores de las salinas en complemento de sus salarios. Suele ser de mayor valor que otras sales debido a la cantidad de trabajo que supone su recolección.

Esta sal se utiliza siempre cruda, puesta en el último momento de comer un plato. Tiene un sabor sutil de violeta. Es la reina de la sal.

- **Sal Maldon:** de origen Inglés. Es de gran pureza y aparece como placas finas en su estado natural. Tamaño entre fina y gorda. Cristales de forma plana porque se encuentran en finas placas en su estado natural. Tiene un fuerte sabor salado.

- **Sal Guerande:** Muy rica en oligoelementos. Tiene un color gris característico del fondo marino bajo los saladares. Se encuentra más bien en un tamaño de cristales medianos. Es natural, sin aditivos, es la sal "integral" por excelencia.

- **Sal negra (Sanchal):** Muy poco refinada, es una sal de tierra que tiene un sabor muy particular, es producida en el norte de la India.

- **Sal Glutamato Monosódica:** Sal sódica del ácido glutámico. Se extraía originalmente de las algas y del trigo. Realza el sabor (malo o bueno) de los alimentos. Es utilizada por la industria alimenticia para preparaciones en sobres, y en las cocinas orientales. Su presencia puede provocar alergias (síndrome del restaurante chino)

- **Sal Kosher:** es una sal pura (sin añadidos químicos) que es empleada tradicionalmente por los judíos para la salazón de algunos alimentos Kosher (Es decir permitidos por la tradición judía). Suele emplearse en cocina por la facilidad de ser dispensada a mano.

- **Sal de apio:** es una sal empleada como condimento de alimentos y platos. Se elabora con una mezcla de sal y semillas de apio trituradas (en ciertas ocasiones se le añade también ajo seco molido).

- **Gomashio:** una mezcla de sal y semillas de sésamo negro muy típica de la cocina japonesa.

- **Halen Môn:** sal marina 100% natural de las costas de Gales.

- **Himalayen:** sal de tonos rosados que se presenta en grandes rocas (generalmente para ser pulverizadas con un molino), sal mineral originaria de las montañas del Himalaya.

- **Des Trenc:** sal originaria de las salinas del sur de Mallorca.

- **Camarga:** de las salinas de las Bouches Du Rhône.

- **Herbamare:** mezcla de varios tipos de sal con hierbas aromáticas y especias.

- **Sal Morton:** sal baja en sodio, es una mezcla de sal común (NaCl) con cloruro de potasio (KCl). Morton es una marca comercial pionera en convertir la sal en un alimento funcional mediante la adicción de yodo.

- **Sal yodada:** es una mezcla de sal común (NaCl) con yoduro sódico (NaI).

- **Sal Nitrificante E250 (nitrito sódico):** No se encuentra en estado natural. Se deriva del nitrato sódico mediante acción química. Se utiliza en la industria a fin de mantener un color atractivo. También es un conservante y se encuentra en la mayor parte de los curados. Su mención es obligatoria. (2,3 y 4).

## COMPOSICIÓN

La sal pura posee cerca de 60,66% de peso de cloro elemental y un 39,34% de sodio (a veces aparece aproximado como un 60-40). La denominación genérica que se hace de la sal, se aplica a sustancias que contienen diferentes concentraciones principales de cloruro sódico, la concentración depende en gran medida de la forma que se procesó la sal. La sal extraída de los evaporadores de vacío es la sal que mayor concentración de NaCl posee (alcanzando porcentajes de hasta un 99% de peso en cloruro). Existen otros elementos incluidos en la sal que poseen concentraciones menores (se suelen denominar oligoelementos) como puede ser: cobre (2 mg/Kg), plomo (2 mg/Kg), arsénico (0,5 mg/Kg), cadmio (0,5 mg/Kg), etc.

La sal marina posee diferentes composiciones dependiendo de la procedencia de la salina, por regla general se tiene un 86% de cloruro sódico (NaCl) y otros oligoelementos como pueden ser calcio, magnesio y manganeso. La sal marina es obtenida por un método apropiado de salinas en lugares cálidos, mientras que los lugares más fríos necesitan emplear para la evaporación otros medios.

La composición de la sal marina es el fundamento de la mayoría de la sal que existe en el mercado. Existen diversos tipos de sal en función de diferentes parámetros como puede ser: la procedencia geográfica, el origen (sal de marina o de mina de sal), el tratamiento proporcionado antes de ser ofrecida al consumidor y los aditivos que posea (artificiales o naturales). Todos estos tipos de sal obedecen fundamentalmente a gustos locales y hacen que sean empleadas de formas diferentes según sea el tipo. Los tipos pueden ser descritos en función de su elaboración (evaporada, marina, minera), de su contenido en oligoelementos (magnesio, calcio, etc), de los aditivos empleados (especias, sabores, etc.), de su textura (gruesa, suave como un copo de nieve, etc.), etc.

La sal gema contiene el 39,3% de sodio y el 60,7% de cloro, a veces con impurezas de sulfatos y cloruros de magnesio y calcio. Es soluble en agua.

En la sal refinada, el proceso de refinamiento proporciona unos granos de sal de color blanco que suele atraer más al consumidor medio, se puede decir que consta de casi de una proporción pura de NaCl (99,9%), este proceso se hace a expensas de la calidad final del alimento. Para obtener este efecto se suele añadir agentes antiaglomerantes o yodo así como ciertos compuestos de flúor. La sal refinada se emplea fundamentalmente en la alimentación humana

---

La sal de mesa posee un grado de refinamiento menor pudiendo llegar a una concentración de 95% de peso en cloruro sódico. La sal de mesa tiene una densidad de partícula de  $2.165 \text{ g/cm}^3$ , y una densidad aparente de  $1.154 \text{ g/cm}^3$ . (2,3 y 4)

La composición de una sal yodada suele ser la siguiente:

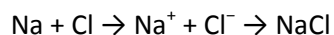
Composición química	
Cloruro de sodio	99,3 - 99,6 %
Yoduro de potasio	30 - 50 ppm
Fluoruro de potasio	210 -250 ppm
Humedad	0,10 - 0,15 %
Calcio	0,036 %
Residuos insolubles	0,3 %
Magnesio	0,0020 %
Sulfatos	0,275 %

**Tabla 1.** Composición química de una sal yodada



## PROPIEDADES

La sal está compuesta de redes de iones de  $\text{Cl}^-$  y  $\text{Na}^+$  en cristales que poseen una estructura en forma de sistema cúbico. El cloruro sódico ( $\text{NaCl}$ ) posee el mismo número de átomos de cloro que de sodio y el enlace químico que los une está clasificado como iónico existente entre los iones: un catión de sodio ( $\text{Na}^+$ ) y un anión de cloro ( $\text{Cl}^-$ ) de tal forma que la molécula  $\text{NaCl}$  se compone de la siguiente forma:



La estructura cristalina formada por los dos iones posee menos energía que los iones separados y esta es una garantía de estabilidad. El  $\text{NaCl}$  posee una estructura cristalina cúbica tan sencilla que puede encontrarse habitualmente en los libros de cristalografía como un ejemplo ilustrado sencillo y pedagógico de red cúbica. Se pueden hacer crecer cristales salinos en el laboratorio (un proceso válido para este fin es el método Bridgman-Stockbarger).

La sal posee entre sus propiedades químicas una solubilidad de 35,7 g/100 ml a 0 °C. La sal posee, no obstante, una solubilidad final diferente en función del tamaño de su cristal, por ejemplo los cristales 'granulares' tardan en disolverse más tiempo que aquellos finos o en forma de copos (un ejemplo es la sal Maldon), este efecto puede notarse en la cocina. La velocidad de solubilización hace que las diferentes sales se apliquen en diferentes instantes de la preparación de los alimentos, por ejemplo las sales más solubles se emplean durante la cocción, las menos solubles en las etapas previas a ser servidos a los

---

comensales. El punto de ebullición de los líquidos (disolvente) se incrementa al disolver sal en ellos (al igual que el azúcar), de la misma forma el punto de congelación se reduce, y es por esta razón por la que los alimentos cocinados en salmueras se hacen en menos tiempo. La sal pura no posee propiedades higroscópicas, si poseyese esta propiedad física es debido a la presencia de trazas de cloruro de magnesio o de otras impurezas.

Algunas cualidades físicas de las sales se miden con instrumentos analíticos específicos, como en el caso de la gravedad específica que se pueden medir con un salímetro. Las sales marinas suelen ser más ricas en sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) y poseen también algunas trazas de yodo así como materiales micro-orgánicos. Por el contrario las sales minerales (o procedentes de minas) suelen contener sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) y calcio (denominado vulgarmente también como yeso y de fórmula química:  $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ).

La sal pura es inodora, a veces se aromatiza con ciertas especias para lograr un mejor efecto de condimentación o de salazón. De la misma forma los cristales de sal son incoloros, la presencia de colores en algunos casos se debe a la presencia de algunas trazas de algunos minerales (denominados en la teoría cristalina como: centros de Farbe) en las redes cristalinas de la sal. La presencia de estas impurezas hace que algunos cristales tengan colores como puede ser las sales del Himalaya (rosadas), las de Irán (azules), las de Hawaii (rojas), etc. en algunos casos el color en la sal proviene de las impurezas orgánicas introducidas durante su elaboración, por ejemplo en el caso de la sal negra (kala namak en la India) o la sal ahumada que retiene los colores adquiridos durante el proceso de evaporación de las salmueras mediante fuegos elaborados con la combustión de material orgánico diverso. Los granos de sal miden entre 0,7 mm y 3,2 mm de diámetro. En el caso de la «sal gorda» o «sal de deshielo» puede llegar a los 18 mm.

El empleo de la sal en los alimentos proporciona un sabor salado pero además debe tenerse en cuenta también la capacidad de reforzador de otros aromas y sabores (siempre que se use en pequeñas cantidades). Empleado como condimento en algunos alimentos puede mitigar ligeramente el sabor ácido. Esta comprobado que los niños y personas maduras son capaces de reconocer el sabor salado en salmueras de concentración de 0,05% de sal (una cucharada por cada 10 litros), siendo el doble para las personas de más de 60 años. (4)

## CONSUMO Y PRODUCCIÓN EN ESPAÑA

La obtención y comercio de la sal han sido actividades de carácter histórico en España, cuyo origen se remonta a los tiempos anteriores a la romanización.

Como materia prima la sal es de uso universal y sus reservas se estiman como inagotables dado que su mayor reservorio natural es el agua de los mares y océanos. Una de las circunstancias que hacen a la sal única es su proceso de obtención totalmente ecológico, ya que en su producción industrial se aprovechan fuentes energéticas naturales como el calor solar y la cinética del aire.

La producción nacional de sal muestra una evolución regular en el último quinquenio con cifras anuales cercanas a 4 millones de toneladas. En la actualidad, en España la producción de sal cubre las necesidades de consumo interior y, asimismo, permite mantener una firme posición internacional como país exportador.

La producción de la sal está muy repartida por provincias según el proceso de extracción que se emplee. En 2006 la distribución en la producción de sal común se repartió, según la forma de extracción, de la siguiente manera:

### ***SALMUERAS NATURALES (SALINAS MARINAS Y SALINAS DE INTERIOR):***

El beneficio de la sal marina y de la sal manantial se basa en la evaporación natural de agua marina o aguas continentales concentradas en cloruro sódico por la acción combinada del calor solar y la cinética del aire. El proceso productivo para la recogida de la sal (cosecha) tiene lugar comúnmente durante el periodo estival. Las instalaciones constan de depósitos de concentración, balsas de evaporación-precipitación y cristalizadores.

- Sal marina (40%): presente en las provincias de Tarragona, Alicante, Murcia, Almería, Baleares, Huelva, Cádiz y Las Palmas. Entre todas ellas son destacables la de Torrevieja-La Mata (Alicante) y Salinas de la Rosa (Murcia), las únicas en donde se consigue mantener la producción a lo largo de casi todo el año

mediante incorporación de salmuera obtenida por minería de disolución profunda en los diapiros salinos de Pinoso (Alicante) y Jumilla (Murcia).

- Salinas de interior (50,9%): se explotan en las provincias de Álava, Albacete, Alicante, Burgos, Córdoba, Cuenca, Huesca, Jaén, Murcia y Navarra. Estas instalaciones, de carácter más tradicional, comprenden un pequeño número de balsas que se alimentan con aguas saladas de manantiales, arroyos, pozos o lagunas. En las instalaciones con mayor capacidad de producción se agrupan baterías de depósitos y balsas, combinándose los procesos de concentración, evaporación y cristalización natural en las balsas: En otras ocasiones, se procede a depurar las salmueras obtenidas por minería de disolución y proceder a la cristalización y eliminación del agua en plantas de evaporación al vacío o de recompresión. Como en el caso de Jumsal,S.A., única salina, donde se combinan los dos procesos.

### ***LABOREO MINERO (EXPLOTACIONES DE SAL GEMA O SAL DE ROCA):***

El sector de la sal abarca tanto el laboreo subterráneo convencional, por cámaras y pilares, con extracción de mineral y tratamiento en planta (eliminación de impurezas), así como técnicas de minería por disolución “in situ” de depósitos subterráneos, mediante perforación de sondeos, introducción de agua dulce a presión y extracción de salmuera concentrada. Las características geológicas y especificaciones del consumo y las técnico-económicas influyen sobre la elección de unos u otros métodos de explotación.

- Sal Gema o sal de Roca (9,1%): las principales áreas de actividad del desarrollo de la minería de sal gema o sal de roca (halita) se centran en las regiones de Aragón, Cantabria, Cataluña, Navarra y Valencia.

CC.AA	2003	2004	2005	2006
Andalucía	330089	321472	416176	419248
Aragón	256877	297926	380565	389997
Baleares	57448	46124	48359	48825
Canarias	100	80	80	650
Cantabria	1785000	1790000	1909000	1874147
Castilla y León	1050	2318	2385	2385
Castilla-La Mancha	5124	7639	13625	9184
Cataluña	456603	485055	571518	422496
Murcia	160439	165651	132485	162866
Navarra	100805	113968	106108	107220
País Vasco	100	25	32	32
Valencia	758253	910989	911202	880253
TOTAL	3911888	4141247	4491535	4317303

**Tabla 2.** Distribución de la producción de sal común por CC.AA.

### EMPRESAS Y ESTRUCTURA DEL MERCADO

La industria de la sal en España constituye un sector dinámico y competitivo, conformado por empresas muy diversas, tanto por el proceso de extracción de la sal que emplean como por sus dimensiones y capacidad de producción. En la Península Ibérica hay un total de 21 empresas productoras de sal, sin contar las de pequeño tamaño. La Asociación Ibérica de Fabricantes de Sal (AFASAL) reúne a 18 empresas del sector que, conjuntamente, representan el 90% de la producción total. La capacidad de producción es de 4 a 5 millones de toneladas al año y su facturación se sitúa en torno a 150 millones de euros anuales.

La radiografía del sector en términos de cifras de producción, origen del producto y usos se explica mediante la Tabla 3: La industria química es el principal beneficiario de la producción de sal, mientras que es la industria alimentaria la que emplea este producto en menor medida.

ORIGEN DE LA SAL	DESTINO DE LA SAL				
	EXPORTACIÓN	INDUSTRIA ALIMENTARIA	INDUSTRIA QUÍMICA	OTROS DESTINOS	TOTAL MERCADO NACIONAL
Sal Gema	505951	24526	1901927	300459	<b>2732863</b>
Sal Manantial	9551	36550	2160	67565	<b>115826</b>
Sal Marina	452482	239878	177600	595654	<b>1468614</b>
Conjunto de Ind.Salinera	967984	300954	2081687	966678	<b>4317303</b>
% sobre total nacional	22,42%	6,97%	48,22%	22,39%	<b>100,00%</b>

**Tabla 3.** Mercado nacional de la sal y destino de la producción. (Cantidades expresadas en toneladas)

Respecto a los usos de la sal en la industria alimentaria, los datos de la Tabla 4 permiten valorar el peso específico de la sal que se destina a consumo humano, lo cual permite realizar estimaciones objetivas del consumo real de este producto entre la población.

DESTINO	TONELADAS	PORCENTAJE
Sal para piensos	100000	33%
Sal en bloques	40954	14%
Consumo humano	160000	53%
Total	300954	100%

**Tabla 4.** Distribución de la cantidad destinada a industria alimentaria

Para establecer las cifras de consumo humano en España se han tenido en cuenta dos variables: el consumo directo de sal y el porcentaje de producto que se desecha en numerosos platos y preparaciones. La cifra que se obtiene, 6,9 gramos por persona y día resulta compatible con las recomendaciones de la OMS que se establecen entre 6 y 8 gramos. (2)

Consumo/ persona/ día (gramos)	8,67
% de utilización no consumido (pescados a la sal, cantidades que se desechan...)	20%
Consumo real/ persona/ día (gramos)	6,94

**Tabla 5.** Distribución del consumo humano

# OBJETIVOS

Los objetivos de este proyecto son los siguientes:

- Determinación del residuo insoluble.

- Cálculo de las concentraciones de potasio en una serie de muestras de sales alimenticias por el método oficial, UNE 34-208-81.

- Determinación del mismo elemento mediante espectroscopía de absorción y de emisión atómica con llama para ver si es posible utilizar este método directo en la determinación del potasio en las sales a analizar. Para comprobar si es posible, se realiza una comparación de resultados con el método oficial de análisis (definido por la norma española UNE 34-208-81). Si el método directo se pudiera utilizar, se facilitaría un análisis más rápido debido a la sencillez de la preparación de la muestra frente al largo proceso de preparación que se lleva a cabo en el método oficial.

En la determinación de potasio por espectroscopía atómica se estudiará también si es necesario o no, introducir una elevada de concentración de sodio en los patrones, reproduciendo así el entorno que acompaña a las analitos en la matriz.

Se realizará un estudio comparativo con los resultados obtenidos en el análisis de potasio en muestras de sales, utilizando ambos métodos.

Sal fina yodada grano fino "SUPER" (sal mineral)
Sal especial horneado Prorest (sal mineral)
Sal Costa con yodo y flúor (sal marina fina)
Sal Costa natural (sal marina fina)
Sal Berisal (sal mineral)
Sal rosa Himalaya (sal mineral)
Sal de roca Carmencita (sal mineral obtenida de la evaporación de agua)
Sal Maldon (escamas de sal marina pura)

**Tabla 6.** Clasificación de las sales a analizar



**EXPERIMENTAL**

## MÉTODOS DE ANÁLISIS

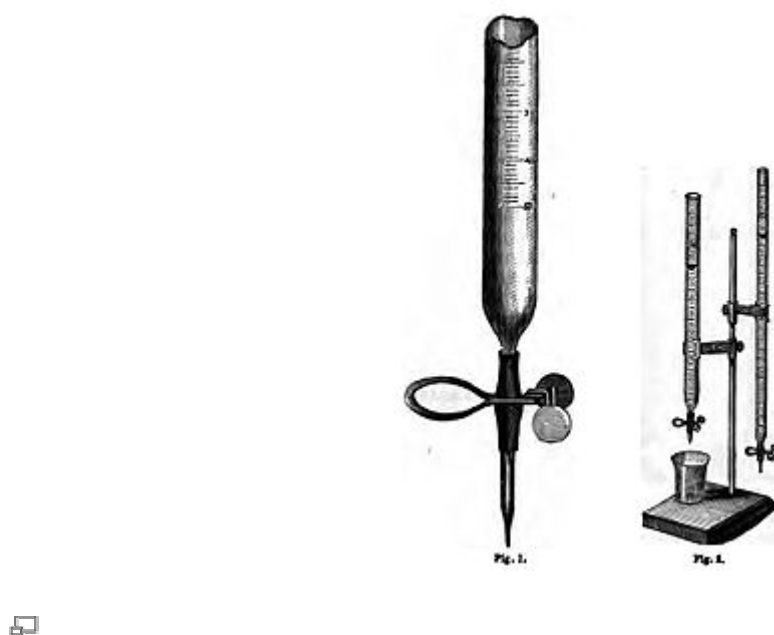
### ***MÉTODO CLÁSICO: VALORACIÓN VOLUMÉTRICA***

Los métodos volumétricos son métodos de valoración cuantitativa. Los métodos de valoración (las valoraciones) están basados en la medida de la cantidad de reactivo, de concentración conocida, que se necesita para reaccionar completamente con el analito, pero sin que exista exceso. Las valoraciones se utilizan mucho en Química Analítica porque, de ordinario, son rápidas, cómodas, exactas y fácilmente automatizables. En ellas se van añadiendo reactivo (valorante) al analito hasta que su reacción sea completa. Hay tres tipos de valoraciones: valoraciones volumétricas, valoraciones por pesada o gravimétricas y valoraciones coulombimétricas. Las volumétricas son con mucho las más generalizadas, como lo es la que en este caso nos ocupa.

En las valoraciones volumétricas (volumetrías) se determina el volumen de reactivo que sea químicamente equivalente a la cantidad de analito.

La determinación de potasio en sales se realiza mediante una volumetría ácido-base. Estas volumetrías se utilizan ampliamente para la determinación de analitos que son ácidos o bases de por sí, o se pueden convertir en esas especies por tratamiento químico.

Los reactivos valorantes son siempre ácidos o bases fuertes, porque interaccionan con los analitos de forma más completa que los ácidos o bases débiles. Los reactivos valorantes ácidos más comunes son: ácido clorhídrico (HCl), ácido perclórico (HClO<sub>4</sub>) y ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Los reactivos básicos más comunes son hidróxido de sodio (NaOH) e hidróxido de potasio (KOH). (5)



**Figura 1.** Bureta de Mohr

## PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y DETERMINACIÓN DEL RESIDUO INSOLUBLE

El método oficial está recogido en la norma UNE 34-202-81.

Esta norma tiene por objeto describir un método para determinar las materias insolubles en agua presentes en el cloruro sódico empleado como sal comestible. También se describe la preparación de las disoluciones de partida para otras determinaciones.

Para determinar las materias insolubles en agua del cloruro sódico se filtra, seca y pesa el residuo insoluble en agua de dicho cloruro. El filtrado y las aguas de lavado, una vez aforados a un volumen dado, se utilizan para realizar otras determinaciones.

### • Procedimiento operatorio:

\* Muestra en vaso de 600 ml + 350 ml de agua

\* Se calienta durante 10 minutos, casi a ebullición y con agitación (debe salir algo de humo, pero sin que exista evaporación).

\* Se coloca el vaso, cubierto con un vidrio de reloj, en un baño de agua a ebullición durante 30 minutos.

\* Se enfría el vaso hasta una temperatura de unos 20 °C.

\* Se pesa el crisol a utilizar después

\* Se filtra, al vacío, sobre el crisol de placa filtrante, secado previamente a 110 °C y enfriado en el desecador.

\* El residuo insoluble se lava, en serie de 5 lavados sucesivos, con 20 ml de agua cada vez, interrumpiendo el vacío después de cada lavado para poner en suspensión el residuo insoluble, durante 1 minuto aproximadamente, antes de proceder al filtrado. Se deja de lavar cuando este control indica ausencia de iones cloruro.

\* Se seca el crisol y su contenido durante 1 hora en la estufa regulada a  $110 \pm 2^\circ\text{C}$ . Se deja enfriar en el desecador y se pesa con una precisión de 0,1 mg. Estas operaciones deben repetirse varias veces dándola por terminadas cuando dos pesadas sucesivas no difieran en más de 0,2 mg.

• **Preparación de la disolución de partida para otras determinaciones:**

El filtrado y las aguas de lavado se transvasan cuantitativamente, después de filtrar y lavar el residuo insoluble, a un matraz aforado de 1000 ml; se enrasa con agua destilada o de pureza similar, se homogeneiza y se conserva esta disolución para realizar las determinaciones correspondientes. (7 y 8).

Las sales con las que se ha realizado el método oficial para la preparación de la disolución están recogidas en esta tabla:

Sal fina yodada grano fino "Super"
Sal especial horneado Prorest
Sal Costa con yodo y flúor
Sal Costa natural
Sal Berisal

**Tabla 7.** Muestras preparadas por el método clásico

La norma UNE 34-208-81 tiene por objeto describir un método volumétrico con tetrafenilborato sódico, para la determinación de potasio en el cloruro sódico empleado como sal comestible.

Este método se aplica a productos cuyo contenido en potasio es mayor de 100 mg por Kg. de cloruro sódico.

En la disolución preparada una vez separado el residuo insoluble se precipita el potasio con tetrafenilborato sódico.

Después de la filtración el precipitado de tetrafenilborato potásico, se disuelve en acetona y se recoge en una disolución saturada de cloruro de mercurio (II), que reacciona con el tetrafenilborato, liberando ácido clorhídrico.

La cantidad de ácido clorhídrico liberada es equivalente al contenido en potasio de la sal.

## PREPARACIÓN DISOLUCIONES

**Cloruro de aluminio**, disolución saturada de tono amarillento: se vierten 25 ml de agua sobre 25 g de cloruro de aluminio hexahidratado, ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) Pro-BUS Químicamente puro contenidos en un erlenmeyer de 100 ml.

Se agita de vez en cuando, se deja decantar y se utiliza la solución sobrenadante, no existiendo inconveniente en que sea turbia (amarillenta). Se realiza en campana y con guantes.

**Cloruro de mercurio (II)**, disolución saturada de cloruro de mercurio (II) Pro-BUS de un residuo por calcinación del 0,020%, contenidos en un erlenmeyer de 100 ml.

Se sigue el mismo proceso que para el cloruro de aluminio, no existiendo inconveniente en que sea turbia (blanquecina). Se realiza en campana y con guantes.

**Yoduro potásico**, disolución de 100,7 g/l. Se toman 10,0716 g de yoduro potásico RECTAPUR del 99% de pureza en 100 ml de agua. Esta disolución debe conservarse en frasco de color topacio.

**Carbonato sódico**, disolución de 160 g/l. Se toman 8,0124 g de carbonato sódico previamente desecado PRS del 99,5% de pureza a 100-110°C, en 50 ml de agua.

**Ácido clorhídrico**, disolución valorada  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Se prepara tras valoración con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ :

Se toman 0,5403 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en 100 ml de agua, por lo que su normalidad será:

$$N = \text{Peso}/(\text{Peq} \times \text{Volumen}) = 0,5403 \text{ g}/(52,995 \text{ g/l} \times 0,1 \text{ l}) = 0,102 \text{ N}$$

Al valorar 10,0 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  con HCl dan los siguientes resultados:

(Amarillo -> Rojo)

9,90 ml, 9,80 ml, 10,00 ml ->  $V_{\text{medio}} = 9,90$  ml

$10 \text{ ml} \times 0,102 \text{ N} = 9,90 \text{ ml} \times N \rightarrow N = 0,103 \text{ N}$  el HCl.

**Hidróxido sódico**, disolución valorada  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , exenta de carbonatos.

Se prepara tras valoración con HCl 0,102 N:

Se valoran 10,0 ml de HCl 0,1029 N con NaOH dando los siguientes resultados:

(Rojo->Amarillo)

9,60 ml, 9,50 ml, 9,50 ml ->  $V_{\text{medio}} = 9,53$  ml

$10 \text{ ml} \times 0,102 \text{ N} = 9,53 \text{ ml} \times N \rightarrow N = 0,108 \text{ N}$  el NaOH

**Tetrafenilborato sódico**, disolución de 30 g/l:

Con una precisión de 0,1 g, se pesan 7,5 g de tetrafenilborato sódico SIGMA-ALDRICH del 99,5% de pureza, se introducen en un vaso de precipitados de 600 ml y se disuelven con 250 ml de agua. Se comprueba que el pH de la solución está comprendido entre 6 y 7.

A la disolución, algo turbia se añade una gota de disolución saturada de cloruro de aluminio y 2,5 mg de cloruro de litio. Después de la sedimentación del precipitado la disolución clara se filtra y conserva en un frasco de polietileno.

**Tetrafenilborato potásico**, disolución saturada (de color blanquecino):

Se pesan 10 mg aproximadamente (10,9 mg), de cloruro potásico Quimilita del 99,0 % de riqueza, se introducen en un vaso de precipitados de 100 ml y se disuelven en 10 ml de agua. Se añaden 2,0 ml de la disolución de tetrafenilborato sódico.

Se filtran y lavan 5 veces con agua. Se trasvasa el precipitado a un erlenmeyer de 100 ml y se mezcla con aproximadamente 100 ml de agua. Se dejan en contacto durante un máximo de 1 hora, se agita de vez en cuando, se filtra a continuación y se conserva la disolución en un frasco de polietileno.

**Rojo de metilo**, disolución de 1,0 g/l en etanol de 95%(V/V).



**DETERMINACIÓN DE POTASIO**

\* Muestra de ensayo:

Se toman 100,0 ml de la disolución que contiene 100 g de muestra de ensayo en 1000 ml. Se toman con pipeta de 50 ml.

\* Determinación:

Se introduce la muestra de ensayo en un vaso de precipitados de 250 ml, se añaden 5,0 ml de disolución de carbonato sódico, a continuación se lleva a ebullición durante 1 minuto. Se deja enfriar hasta, aproximadamente 70 °C (cuando calienta pero se pueda coger) y después se añade, gota a gota y agitando, 10,0 ml de disolución de tetrafenilborato sódico (disolución turbia).

Se sumerge el vaso de precipitados en un baño de agua a la temperatura ambiente. Tras su enfriamiento, se filtra al vacío (con poca presión) sobre el crisol de placa filtrante adaptado a un matraz de vacío de 250 ml. Se efectúan 3 lavados, cada uno de ellos con 5,0 ml de la disolución saturada de tetrafenilborato potásico y después de otros 3 lavados, cada uno de ellos con 2,0 ml de agua. Se desprecia el filtrado, se lava el matraz de vacío y se vierten en el matraz de vacío después de haber lavado cuidadosamente el interior del fondo, así como la parte interior del crisol, por debajo de la placa filtrante, 5,0 ml de disolución de cloruro de mercurio (II). Se adapta de nuevo el crisol de placa filtrante al matraz de vacío. Se lavan las paredes del vaso que ha servido para la precipitación del potasio con ayuda de 5,0 ml de acetona; después se vierten en el crisol y se agita el precipitado con una varilla de vidrio. Se filtra después de la disolución del precipitado, se lava aún el matraz y el crisol dos veces más con 5,0 ml acetona cada vez y a continuación 3 veces más con 10,0 ml de agua, cada vez.

Se retira el crisol filtrante, se añaden al matraz de vacío 5 gotas de disolución de rojo de metilo que se utilizará como indicador, y se valora con la disolución de hidróxido sódico hasta viraje del rojo al amarillo añadiendo a continuación un exceso conocido de 10,0 ml aproximadamente.

Se calienta la disolución hasta el comienzo de la ebullición; se añaden 10,0 ml de disolución de yoduro potásico y 5 gotas de disolución de rojo de metilo y se valora en retroceso con la disolución de ácido clorhídrico, hasta viraje a rojo neto.

Se añade 1,0 ml de la disolución de yoduro potásico y si la disolución se vuelve amarilla, se prosigue la valoración hasta que una nueva adición de 1,0 ml de la disolución de yoduro potásico no modifique la coloración roja o el tinte rojo del indicador. (6 y 7)

#### **EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS**

\* Cálculos:

El contenido en potasio, expresado en miligramos por kilogramo de sal, viene dado por la fórmula siguiente:

$$(V_1 - V_2) \times 0,1 \times (39,0983/3) \times (1000/100) \times (1000/m_0) = 13 \times 10^3 \times (V_1 - V_2)/m_0$$

siendo:

$V_1$ : volumen, en mililitros, de la disolución de hidróxido sódico gastado en la valoración.

$V_2$ : volumen, en mililitros, de la disolución de ácido clorhídrico gastado en la valoración.

$m_0$ : masa, en gramos, de la muestra para ensayo utilizada para preparar la disolución principal.

## **ESPECTROSCOPIA ATÓMICA**

Espectroscopía es la medición e interpretación de la radiación electromagnética absorbida, dispersada o emitida por átomos, moléculas u otras especies químicas. Estos fenómenos están asociados con cambios en los estados de energía de las diferentes especies. Por consiguiente, dado que cada especie posee estados energéticos característicos, la espectroscopía puede utilizarse para identificarlas y cuantificarlas.

La espectroscopía constituye la base del análisis espectroquímico, en el que la interacción de la radiación electromagnética con la materia se utiliza para obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición de una muestra. Dentro del análisis espectroquímico, la espectroscopía atómica estudia la absorción y emisión de la radiación por especies atómicas, iónicas y moleculares libres. Estas especies son generadas y examinadas en un medio gaseoso de alta energía, que constituye una fuente de vaporización-atomización-ionización-excitación.

Técnicas de espectroscopía atómica con llama.

Cuando una solución es introducida por aspiración en una llama, la mayor parte de los componentes inorgánicos son vaporizados y convertidos en su forma elemental, y los átomos son excitados térmicamente por la energía generada mediante reacciones químicas.

En un átomo en su estado de menor energía (estado fundamental), uno de los electrones de valencia correspondiente a un orbital externo es transferido a un estado electrónico de mayor energía. Al retornar al estado fundamental o a uno de menor energía, los átomos pierden su energía de excitación en forma de calor o como radiación electromagnética de longitud de onda característica.

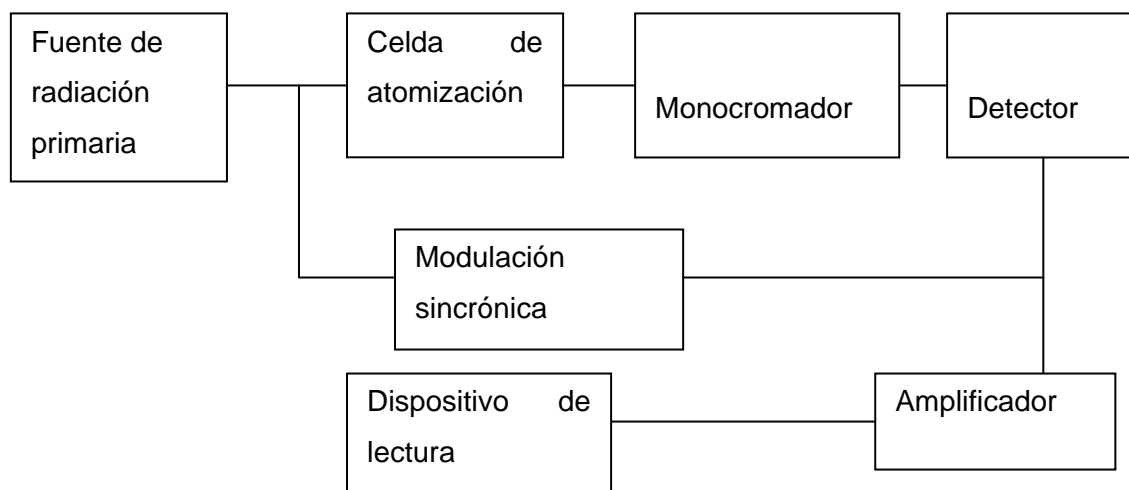
La absorción de energía térmica generada en una llama seguida por la emisión de toda o parte de esa energía en forma de una línea espectral discreta se denomina emisión atómica. La longitud de onda y la intensidad de las líneas de emisión constituyen la base del análisis cualitativo y cuantitativo por EEA.

Los átomos neutros gaseosos en su estado fundamental pueden también absorber radiación a longitudes de onda específicas, correspondientes a las energías de las transiciones electrónicas en sus orbitales externos. Este fenómeno se denomina absorción atómica. La medición de la magnitud de esa absorción atómica y su aplicación al análisis cuantitativo constituyen la EAA.

La fuente primaria de radiación luminosa es generalmente una lámpara de cátodo hueco del elemento de interés.

#### Componentes de la instrumentación

Los componentes básicos de un sistema espectrométrico para la medición de emisión y absorción atómicas son los siguientes:



**Figura 2.** Componentes básicos de un sistema espectrométrico

### Calibración

Como todas las técnicas instrumentales, la espectrometría de llama es una técnica relativa. Por consiguiente, es necesario establecer experimentalmente una curva (o función matemática) que relacione la señal analítica obtenida con la concentración del elemento analito en las soluciones a analizar. En el caso más directo, la concentración de una solución incógnita se obtiene por interpolación gráfica a partir de una curva de señal (A o IE) vs.  $c$ , obtenida con varios estándares (patrones) adecuadamente espaciados, que cubren el ámbito de concentraciones requerido.

En la mayoría de los casos es necesario que la composición de las soluciones patrón sea similar a la de la muestra a analizar. En el caso de soluciones muestras muy complejas, en las que la presencia de elementos concomitantes puede afectar la respuesta obtenida para el analito, existen otros procedimientos de calibración, tales como el método de adición estándar de analito (simple o múltiple).

Éste método tiende a compensar las variaciones causadas por las interferencias físicas y químicas en la solución del analito.

#### Selección de las condiciones de operación

Los procesos que sufre el analito en la celda de atomización son esencialmente comunes a ambas metodologías, con lo cual en ambos casos es necesario optimizar:

- La selección del tipo y condiciones de la llama (relación oxidante/combustible)
- La región de observación en la llama

como así también

- El paso de banda espectral del monocromador empleado para la selección de la longitud de onda

- La velocidad de aspiración de la solución
- Los parámetros del sistema de detección y lectura

y en el caso de absorción atómica

- La intensidad de corriente de la lámpara de cátodo hueco

### Interferencias

Interferencia es el efecto de un contaminante presente en la muestra sobre la señal generada por el analito. La presencia de un interferente conduce en todos los casos a un error sistemático. Existe una interferencia cuando el resultado de la medición sobre una dada solución de muestra difiere del obtenido con la misma concentración de analito en la misma combinación química y solvente, pero en ausencia del interferente.

En EEA y EAA con llama se producen esencialmente las mismas interferencias, aunque con magnitudes diferentes. Pueden clasificarse en cuatro grupos:

1. Espectrales, incluyendo efectos de emisión o absorción de fondo.
2. Físicas, asociadas con el transporte y dispersión de la muestra en la llama.
3. Químicas, relacionadas con la vaporización del soluto.

4. De ionización, relacionadas con la variación de la concentración de átomos neutros emisores o absorbentes en la llama provocada por el fenómeno de ionización térmica.

### Ventajas e inconvenientes

La absorción atómica cuenta con las siguientes ventajas e inconvenientes:

- Ventajas



- Puede analizar hasta 82 elementos de forma directa.
- Sus límites de detección son inferiores a la ppm.
- Tiene una precisión del orden del 1% del coeficiente de variación.
- La preparación de la muestra suele ser sencilla.
- Tiene relativamente pocas interferencias.
- Su manejo es sencillo.
- El precio es relativamente bajo.
- Existe abundante bibliografía.

- Desventajas

- Sólo pueden analizarse las muestras cuando están en disolución
- Tienen diferentes tipos de interferencias.
- Solo pueden analizar elementos de uno en uno.
- No se pueden analizar todos los elementos del Sistema Periódico.

- Por ser una técnica de absorción, sus curvas de calibrado sólo son lineales en un corto rango de concentración.

Comparando el método de absorción atómica con el de emisión:

- Instrumentos. La principal ventaja de los procedimientos de emisión consiste en que la llama actúa como fuente. Por el contrario, los métodos de absorción necesitan de una lámpara diferente para cada elemento. La calidad del monocromador de un instrumento de absorción no tiene que ser tan alta para alcanzar el mismo grado de selectividad.

- Habilidad del operador. Los métodos de emisión requieren un mayor grado de habilidad por parte del operador.

- Corrección del fondo. La corrección de los espectros de banda se realiza con mayor facilidad y por lo general con más exactitud en los métodos de emisión.

- Precisión y exactitud. En manos de un operador experto, la incertidumbre es la misma para ambos procedimientos ( $\pm 0,5$  a 1% relativo). Con personal menos entrenado, los métodos de absorción atómica presentan menos problemas.

- Interferencias. Ambos métodos sufren interferencias químicas semejantes.

- Límites de detección. Ambos procedimientos presentan unos límites de detección complementarios.

La determinación de potasio, en este proyecto, se ha realizado mediante espectroscopía de emisión atómica, tras ver que la absorción atómica daba mayores problemas en su determinación como se verá a continuación. (8, 9, 10, 11 y 12)

### **INSTRUMENTACIÓN**

Para realizar el análisis se va a utilizar el espectrofotómetro de emisión-absorción atómica Perkin-Elmer 2280 con su correspondiente lámpara para determinar Potasio en absorción atómica. Este modelo es un espectrofotómetro microprocesador-controlador de absorción y emisión, utilizado para la medición de metales.



**Figura 3.** Espectrofotómetro Perkin-Elmer 2280.

Una vez fijada la rendija y la intensidad y posición de la lámpara es necesario optimizar:

Caudal de aire
Caudal de acetileno
Altura del mechero
Profundidad del mechero

**Tabla 8.** Parámetros a optimizar

Una vez que se tengan los parámetros optimizados, se regula el cero de emisión introduciendo el capilar en la solución del blanco y ya se puede empezar a llevar a cabo el análisis de cada método.

Para medir en absorción, será necesario utilizar la lámpara de cátodo hueco para la determinación de potasio.

El material de vidrio a utilizar será el siguiente:

- Vasos de precipitados de 40 y 100 ml.
- Matraces aforados de 250, 100, 50, 25 y 10 ml.
- Varilla
- Vidrios de reloj.
- Pipetas de 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0 y 25,0 ml.

## PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

- **Disolución patrón de K de 1000 mg/l:** se pesan 0,4777 g de KCl previamente desecado y se pasan a 250 ml con agua desionizada.
- **Disolución patrón de K de 100 mg/l:** se toman 10,0 ml de disolución patrón de K de 1000 mg/l y se enrasan con agua en matraz de 100 ml.
- **Disoluciones de la muestra originales** de 10 g en 100 ml (Método directo).
- **Disolución de lantano, al 2%:** Para 250 ml de disolución se pesan 5,0013 g de cloruro-7-hidrato lantano (III) Panreac al 98,0% de pureza.

## PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

### SEGÚN EL MÉTODO CLÁSICO

Se utiliza el mismo procedimientos que en la preparación de la muestra de la volumetría, al ser las muestras las mismas se aprovechan las anteriormente preparadas.

Sal fina yodada grano fino "Super"
Sal especial horneado Prorest
Sal Costa con yodo y flúor
Sal Costa natural
Sal Berisal

**Tabla 9.** Muestras preparadas por el método clásico

### POR EL MÉTODO DIRECTO

En el método directo, se pesan 10 gramos de muestra aproximadamente con exactitud, y se disuelven en 100 ml de agua desionizada, la muestra se mide de forma directa, sin seguir ningún procedimiento. De esta manera, es mucho más rápido.

Nombre de la muestra	Peso muestra (gramos)
Sal fina yodada grano fino "Super"	9,9820
Sal especial horneado Prorest	10,0065
Sal Costa con yodo y flúor	10,0229
Sal Costa natural	9,8286
Sal Berisal	10,0017
Sal rosa Himalaya	10,2519
Sal de roca Carmencita	10,0003
Sal Maldon escamas	10,0039

**Tabla 10.** Pesos de muestras preparadas por el método directo

### POR ADICIÓN ESTÁNDAR

En este método, se añade una misma alícuota de muestra, en este caso se toma de los matraces de 100 ml utilizados para el método directo, más disolución de lantano al 2 % y se añaden concentraciones crecientes de la disolución de 100 mg/ml de K.

Nombre de muestra	Volumen de alícuota(ml)	Volumen de Lantano(ml)	Volumen final(ml)
Sal fina yodada grano fino "Super"	10,0	5,0	50,0
Sal especial horneado Prorest	0,5	5,0	50,0
Sal Costa con yodo y flúor	1,0	5,0	50,0
Sal Costa natural	5,0	5,0	50,0
Sal Berisal	10,0	2,5	25,0
Sal rosa Himalaya	1,0	5,0	50,0
Sal de roca Carmencita	1,0	5,0	50,0
Sal Maldon escamas de sal marina pura	1,0	5,0	50,0

**Tabla 11.** Muestras y volúmenes añadidos por el método de adición estándar.

## RESULTADOS

**DETERMINACIÓN DEL RESIDUO**

## PESOS DE RESIDUOS Y MUESTRAS PREPARADAS SEGÚN LA NORMA

MUESTRA	PESO DE LA MUESTRA (gramos)	PESO DEL RESIDUO (gramos)
Sal fina yodada grano fino "Super"	99,9832	0,0012
Sal especial horneado Prorest	100,0834	1,0049
Sal Costa con yodo y flúor	100,0077	0,0052
Sal Costa natural	99,9270	0,0118
Sal Berisal	100,0073	0,0251

**Tabla 12.** Pesos de muestras y residuos preparadas según la norma

MUESTRA	CONCENTRACIÓN DEL RESIDUO (%)
Sal fina yodada grano fino "Super"	0,001
Sal especial horneado Prorest	1,005
Sal Costa con yodo y flúor	0,005
Sal Costa natural	0,012
Sal Berisal	0,025

**Tabla 13.** Concentraciones de los residuos en muestras.



## VALORACIONES

### DETERMINACIÓN DE POTASIO

Se llevan a cabo tres valoraciones para cada muestra, tomando como valor final el valor medio de todas ellas.

SAL BERISAL

1º Valoración

Volumen de NaOH gastado: 12,0 ml

Volumen de HCl gastado: 11,0 ml

2º Valoración

Volumen de NaOH gastado: 12,2 ml

Volumen de HCl gastado: 11,1 ml

3º Valoración

Volumen de NaOH gastado: 12,1 ml

Volumen de HCl gastado: 11,1 ml

$$V_{\text{medio NaOH}} = (12,0 \text{ ml} + 12,2 \text{ ml} + 12,1 \text{ ml}) / 3 = 12,1 \text{ ml}$$

$$V_{\text{medio HCl}} = (11,0 \text{ ml} + 11,1 \text{ ml} + 11,1 \text{ ml}) / 3 = 11,1 \text{ ml}$$

Tomando los V medios como si las disoluciones fueran 0,1 N:

$$\text{Mg de K en Kg de sal} = (V_1 - V_2) \times 0,1 \times (39,0983/3) \times (1000/100) \times (1000/m_0) = 13 \times 10^3 \times ((V_1 - V_2)/m_0) = 218 \text{ mg K/Kg de sal}$$

siendo:

$V_1$ : volumen, en mililitros, de la disolución de hidróxido sódico gastado en la valoración = 13,1 ml

$V_2$ : volumen, en mililitros, de la disolución de ácido clorhídrico gastado en la valoración = 11,4 ml

$m_0$ : masa, en gramos, de la muestra para ensayo utilizada para preparar la disolución principal = 100,0038 g.

SAL COSTA NATURAL

**1º Valoración**

Volumen de NaOH gastado: 11,7 ml

Volumen de HCl gastado: 10,8 ml

**2º Valoración**

Volumen de NaOH gastado: 12,0 ml

Volumen de HCl gastado: 10,7 ml

**3º Valoración**

Volumen de NaOH gastado: 12,3 ml

Volumen de HCl gastado: 11,0 ml

$$V_{\text{medio NaOH}} = (11,7 \text{ ml} + 12,0 \text{ ml} + 12,3 \text{ ml}) / 3 = 12,0 \text{ ml}$$

$$V_{\text{medio HCl}} = (10,8 \text{ ml} + 10,7 \text{ ml} + 11,0 \text{ ml}) / 3 = 10,8 \text{ ml}$$

Tomando los V medios como si las disoluciones fueran 0,1 N:

---

$$\text{Mg de K en Kg de sal} = (V_1 - V_2) \times 0,1 \times (39,0983/3) \times (1000/100) \times (1000/m_0) = 13 \times 10^3 \times ((V_1 - V_2)/m_0) = 236 \text{ mg K/Kg de sal}$$

siendo:

$$V_1 = 13,0 \text{ ml.}$$

$$V_2 = 11,1 \text{ ml.}$$

$$m_0 = 100,0038 \text{ g.}$$

SAL ESPECIAL HORNEADO PROREST

1ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 14,6 ml

Volumen de HCl gastado: 10,7 ml

2ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 16,0 ml

Volumen de HCl gastado: 11,1 ml

3ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 14,5 ml

Volumen de HCl gastado: 11,0 ml

$V_{\text{medio NaOH}} = (14,6 \text{ ml} + 16,0 \text{ ml} + 14,5 \text{ ml}) / 3 = 15,0 \text{ ml}$

$V_{\text{medio HCl}} = (10,7 \text{ ml} + 11,1 \text{ ml} + 11,0 \text{ ml}) / 3 = 10,9 \text{ ml}$

Tomando los V medios como si las disoluciones fueran 0,1 N:

$\text{Mg de K en Kg de sal} = (V_1 - V_2) \times 0,1 \times (39,0983/3) \times (1000/100) \times (1000/m_0) = 13 \times 10^3 \times ((V_1 - V_2)/m_0) = 647 \text{ mg K/Kg de sal}$

siendo:

$V_1 = 16,2 \text{ ml}$

$V_2 = 11,2 \text{ ml}$

$m_0 = 100,0836 \text{ g.}$

SAL COSTA CON YODO Y FLÚOR

1ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 12,0 ml

Volumen de HCl gastado: 11,0 ml

2ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 11,8 ml

Volumen de HCl gastado: 11,3 ml

3ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 12,1 ml

Volumen de HCl gastado: 11,1 ml

$$V_{\text{medio NaOH}} = (12,0 \text{ ml} + 11,8 \text{ ml} + 12,1 \text{ ml}) / 3 = 12,0 \text{ ml}$$

$$V_{\text{medio HCl}} = (11,0 \text{ ml} + 11,3 \text{ ml} + 11,1 \text{ ml}) / 3 = 11,1 \text{ ml}$$

Tomando los V medios como si las disoluciones fueran 0,1 N:

$$\text{Mg de K en Kg de sal} = (V_1 - V_2) \times 0,1 \times (39,0983/3) \times (1000/100) \times (1000/m_0) = 13 \times 10^3 \times ((V_1 - V_2)/m_0) = 191 \text{ mg K/Kg de sal}$$

siendo:

$$V_1 = 12,9 \text{ ml}$$

$$V_2 = 11,5 \text{ ml}$$

$$m_0 = 100,0077 \text{ g.}$$

SAL FINA YODADA GRANO FINO SUPER

1ª Valoración

Volumen de NaOH gastado: 11,9 ml

Volumen de HCl gastado: 10,7 ml

Tomando los V medios como si las disoluciones fueran 0,1 N:

$$\text{Mg de K en Kg de sal} = (V_1 - V_2) \times 0,1 \times (39,0983/3) \times (1000/100) \times (1000/m_0) = 13 \times 10^3 \times ((V_1 - V_2)/m_0) = 239 \text{ mg K/Kg de sal}$$

siendo:

$V_1 = 12,9 \text{ ml.}$

$V_2 = 11,0 \text{ ml.}$

$m_0 = 100,0116 \text{ g.}$

Quedando los siguientes resultados:

Muestra	Concentración de potasio (mg/Kg)
Sal fina yodada grano fino "SUPER"	239
Sal especial horneado Prorest	647
Sal Costa con yodo y flúor	191
Sal Costa natural	236
Sal Berisal	218

**Tabla 14.** Concentración de K por el método clásico



## ESPECTROSCOPIA ATÓMICA

### COMPARACIÓN DE ABSORCIÓN Y EMISIÓN ATÓMICA ESTUDIANDO LA NECESIDAD DE INTRODUCIR SODIO EN LOS PATRONES

#### RECTA DE POTASIO SIN SODIO POR ABSORCIÓN

##### 1. PREPARACIÓN DE LA RECTA DE CALIBRADO

En matraces aforados de 100 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 100 ml:

- 1 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La al 2%
- 3 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- 5 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- 10 mg/l: 10 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- 15 mg/l: 15 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- blanco: 10 ml disolución La

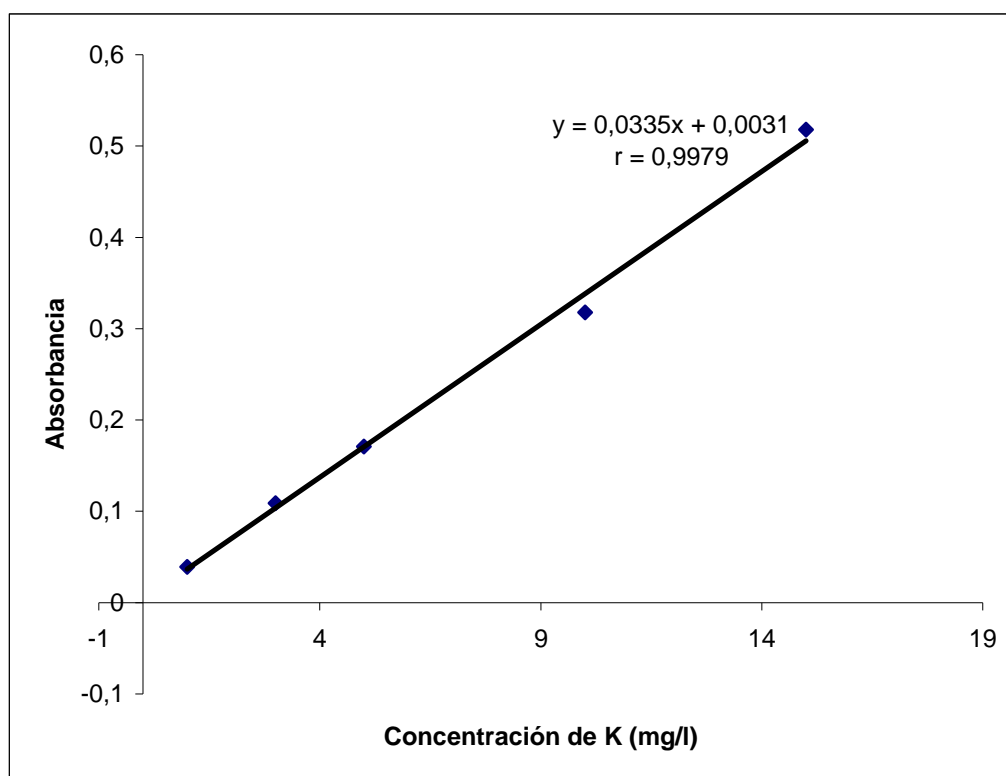
##### 2. PARÁMETROS INSTRUMENTALES UTILIZADOS

Longitud de onda ( $\lambda$ )	769,9 nm
Caudal de aire	30 u.a.
Caudal de acetileno	10 u.a.
Altura del mechero	8-9 u.a.
Anchura de la rendija	0,7 nm
Profundidad del mechero	8 u.a.
Intensidad de la lámpara	6 mA

**Tabla 15.** Parámetros instrumentales optimizados para Absorción Atómica

## 3. REPRESENTACIÓN DE LA RECTA

Concentración de K (mg/l)	1	3	5	10	15
Absorbancia	0,039	0,109	0,171	0,318	0,518

**Tabla 16.** Datos de la recta de calibrado de K sin sodio por absorción**Figura 4.** Recta de calibrado de K sin sodio (Absorción Atómica)

**RECTA DE POTASIO CON SODIO POR ABSORCIÓN****1. PREPARACIÓN DE LA RECTA DE CALIBRADO**

En matraces aforados de 100 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 100 ml:

- 1 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La al 2% + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 5 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 10 mg/l: 10 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 15 mg/l: 15 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 20 mg/l: 20 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- blanco: 10 ml disolución La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l

**2. REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**

Concentración de K (mg/l)	1	5	10	15	20
Absorbancia	0,013	0,230	0,476	0,692	0,916

**Tabla 17.** Datos de la recta de calibrado de K sin sodio por absorción

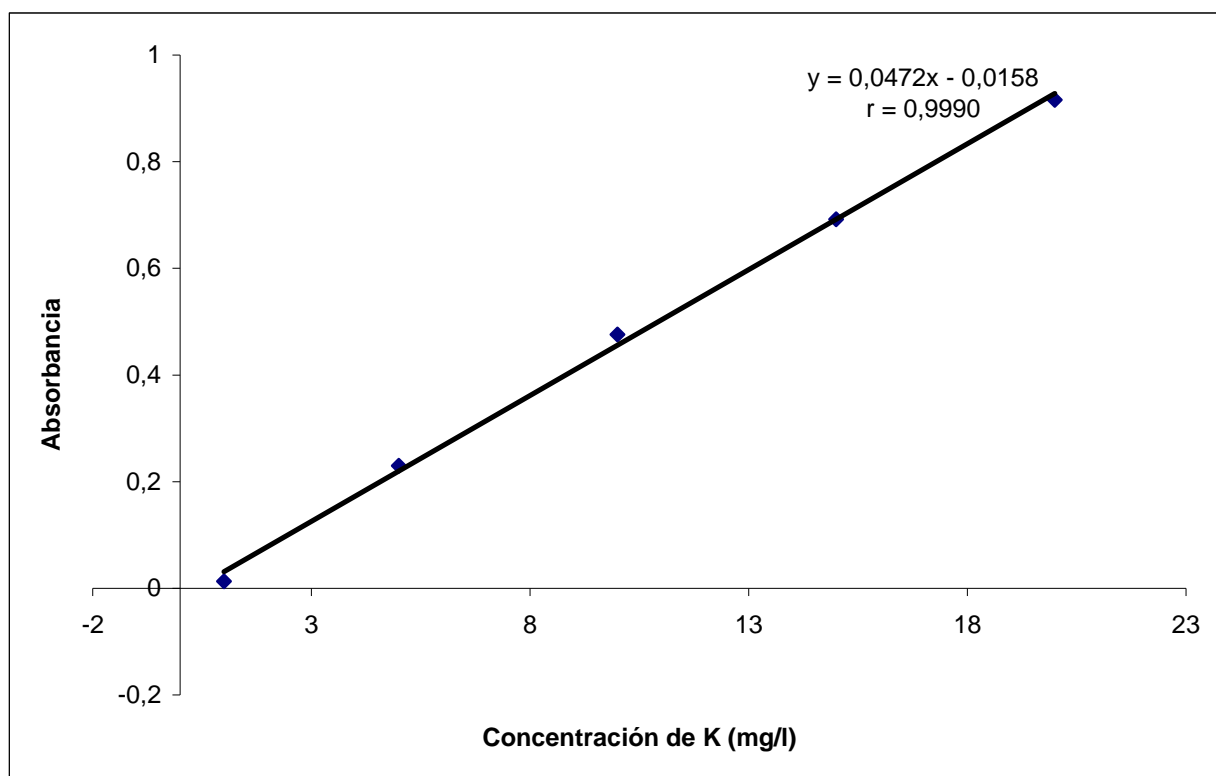


Figura 5. Recta de calibrado de K con sodio (Absorción Atómica).

### RECTA DE POTASIO SIN SODIO POR EMISIÓN

#### 1. PREPARACIÓN DE LA RECTA DE CALIBRADO

En matraces aforados de 100 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 100 ml:

- 1 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La al 2%
- 3 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- 5 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La

- 10 mg/l: 10 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- 15 mg/l: 15 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La
- blanco: 10 ml disolución La

## 2. PARÁMETROS INSTRUMENTALES UTILIZADOS

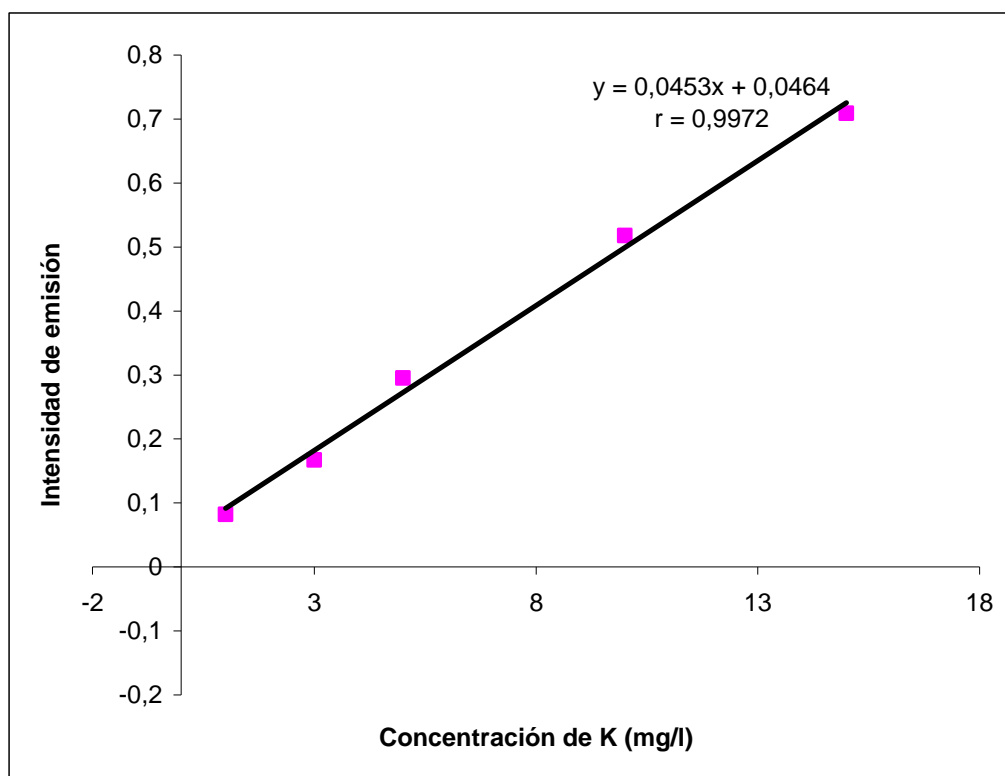
Longitud de onda ( $\lambda$ )	766,5 nm
Caudal de aire	30 u.a.
Caudal de acetileno	10 u.a.
Altura del mechero	8-9 u.a.
Anchura de la rendija	0,7 nm
Profundidad del mechero	8 u.a.

**Figura 6.** Parámetros instrumentales optimizados para Emisión Atómica

## 3. REPRESENTACIÓN DE LA RECTA

Concentración de K (mg/l)	1	3	5	10	15
Intensidad de Emisión	0,082	0,167	0,295	0,518	0,709
Desviación estándar	0,0057	0,0146	0,0095	0,0018	0,0012
Coefficiente de variación	6,92	8,73	3,21	0,34	0,17

**Tabla 18.** Datos de la recta de calibrado de K sin sodio por emisión



**Figura 7.** Recta de calibrado de K sin sodio (Emisión Atómica).

### **RECTA DE POTASIO CON SODIO POR EMISIÓN**

En este caso existen dos rectas de calibrado de distintos días:

#### **- RECTA DE CALIBRADO DEL DÍA 20/11/2009**

##### **1. PREPARACIÓN DE LA RECTA DE CALIBRADO**

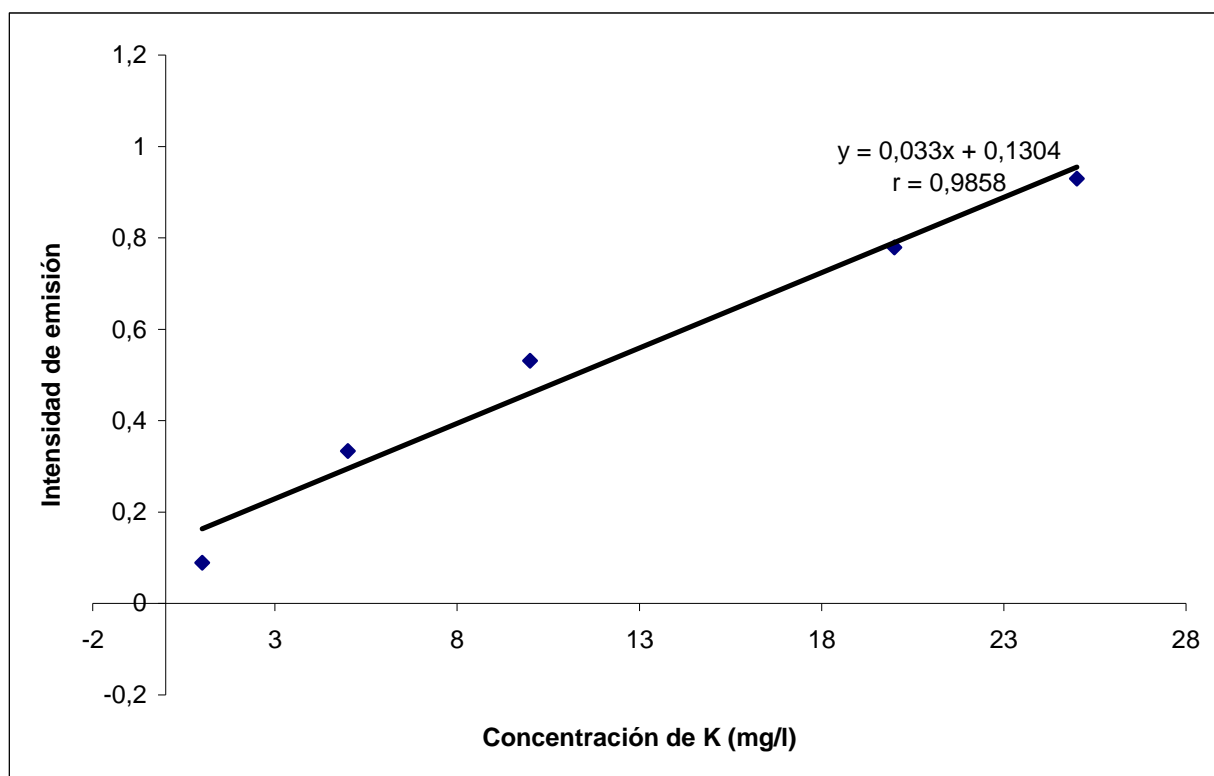
En matraces aforados de 100 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 100 ml:

- 1 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La al 2% + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 5 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 10 mg/l: 10 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 20 mg/l: 20 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 25 mg/l: 25 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- blanco: 10 ml disolución La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l

## 2. REPRESENTACIÓN DE LA RECTA

Concentración de K (mg/l)	1	5	10	20	25
Intensidad de Emisión	0,089	0,334	0,531	0,779	0,930
Desviación estándar	0,0041	0,0019	0,0018	0,0027	0,0004
Coeficiente de variación	4,6	0,56	0,34	0,35	0,04

**Tabla 19.** Datos de la recta de calibrado de K con sodio por emisión 20/11/2009



**Figura 8.** Recta de calibrado de K con sodio (Emisión Atómica a 20/11/2009)

- RECTA DE CALIBRADO DEL DÍA 25/03/2010

#### 1. PREPARACIÓN DE LA RECTA DE CALIBRADO

En matraces aforados de 100 ml con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 100 ml

- 5 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La al 2%+ 50 ml disolución Na 1000 mg/l

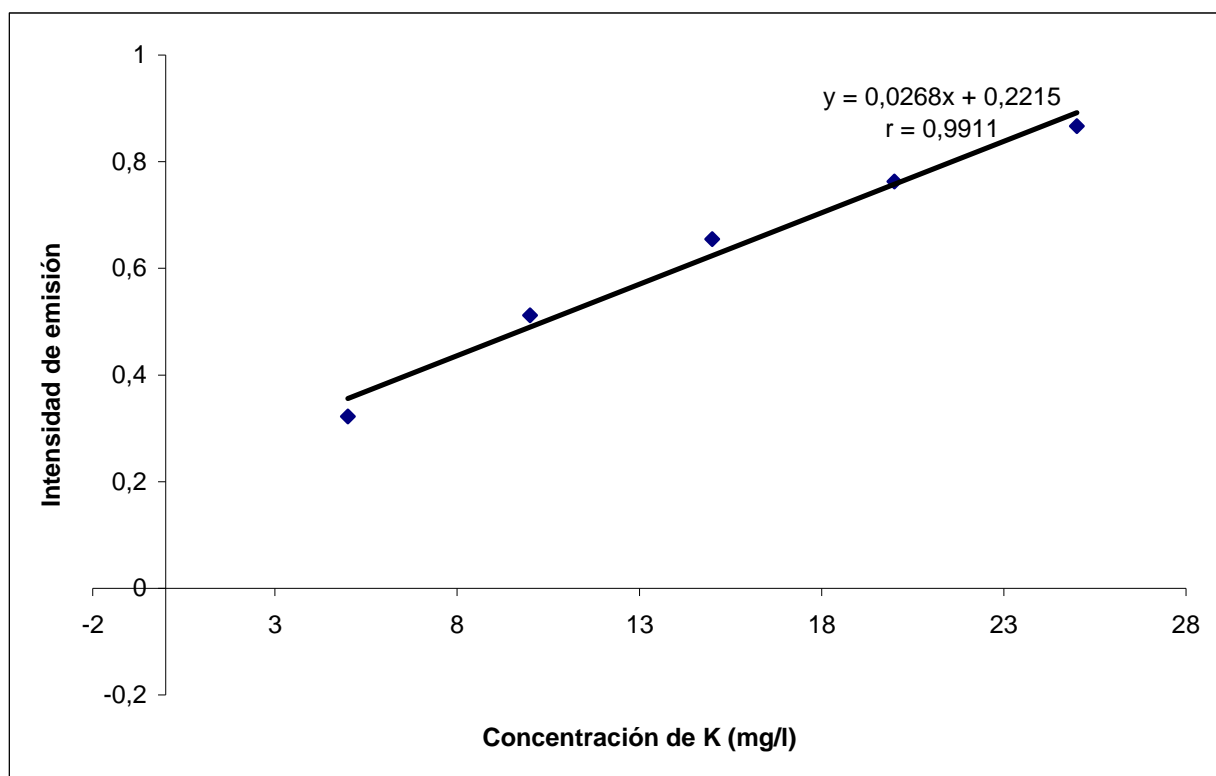


- 10 mg/l: 10 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 15 mg/l: 15 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 20 mg/l: 20 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- 25 mg/l: 25 ml disolución de 100 mg/l de K + 10 ml disolución de La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l
- blanco: 10 ml disolución La + 50 ml disolución Na 1000 mg/l

## 2. REPRESENTACIÓN DE LA RECTA

Concentración de K (mg/l)	5	10	15	20	25
Intensidad de Emisión	0,322	0,512	0,655	0,763	0,867
Desviación estándar	0,0011	0,0021	0,0029	0,0030	0,0025
Coefficiente de variación	0,33	0,41	0,44	0,39	0,29

**Tabla 20.** Datos de la recta de calibrado de K con sodio por emisión 25/03/2010



**Figura 9.** Recta de calibrado de K con sodio (Emisión Atómica a 25/03/2010)

#### COMPARACIÓN DE LAS RECTAS OBTENIDAS

Absorción de K sin Na	$y = 0,0335x + 0,0031$
Absorción de K con Na	$y = 0,0472x - 0,0158$
Emisión de K sin Na	$y = 0,0453x + 0,0464$
Emisión de K con Na (20/11/09)	$y = 0,0330x + 0,1304$
Emisión de K con Na (25/03/10)	$y = 0,0268x + 0,2215$

**Tabla 21.** Ecuaciones de las rectas obtenidas

A pesar de que las rectas por absorción salen con mejor linealidad, no se han dado datos de coeficientes de variación y desviación estándar puesto que salían muy altos, ya que era muy difícil de estabilizar las medidas por absorción, por lo que se utilizará la medida por emisión atómica.

Para decidirse entre emisión con patrón o sin patrón de sodio, se prueba una muestra para observar si realmente el sodio no influye en el valor obtenido, la muestra a observar es la Sal fina yodada grano fino "SUPER" obteniéndose:

Muestra	Intensidad de Emisión	Coefficiente de variación	Desviación estándar	Concentración de K (mg/Kg)
Sin sodio	0,875	0,72	0,0063	366
Con sodio	0,757	1,68	0,0127	190

**Tabla 22.** Comprobación de concentraciones de K con y sin sodio

El valor del análisis clásico era de 239 mg/Kg por lo que se observa que la emisión atómica con patrón de sodio es la que más se le acerca, y por tanto será la que se utilice para el análisis de las muestras.

Por último resaltar que se van a utilizar dos rectas de calibrado, puesto que las muestras de Sal de roca Carmencita y Sal Maldon no se midieron hasta el día 25/03/2010, por lo que para estas muestras se utilizará la segunda recta de calibrado.

**DETERMINACIÓN DE POTASIO**

## LÍMITE DE DETECCIÓN

*RECTA DE CALIBRADO DEL DÍA 20/11/09*

Desviación estándar del blanco = 0,0034 (realizando 10 lecturas para  $t = 1$  s)

Límite de detección =  $(3 \times \text{desviación estándar del blanco}) / \text{sensibilidad}$

Sensibilidad = pendiente de la recta de calibrado

Límite de detección =  $(3 \times 0,0034) / 0,033 = 0,309 \text{ mg/l}$

*RECTA DE CALIBRADO DEL DÍA 25/03/10*

Desviación estándar del blanco = 0,0024 (realizando 10 lecturas para  $t = 1$  s)

Límite de detección =  $(3 \times 0,0024) / 0,0268 = 0,269 \text{ mg/l}$

## LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

*RECTA DE CALIBRADO DEL DÍA 20/11/09*

---

Límite de cuantificación =  $(10 \times \text{desviación estándar del blanco})/\text{sensibilidad}$

Límite de cuantificación =  $(10 \times 0,0034)/0,033 = 1,030 \text{ mg/l}$

*RECTA DE CALIBRADO DEL DÍA 25/03/10*

Límite de cuantificación =  $(10 \times 0,0024)/0,0268 = 0,895 \text{ mg/l}$

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Una vez preparada la recta de calibrado, las muestras preparadas son analizadas obteniéndose los valores de emisión para cada una de ellas.

Cabe decir que en las determinaciones de potasio, el valor de intensidad de emisión obtenido para cada muestra es la media de 5 lecturas.

Hay una serie de muestras que dan valores de emisión por encima del rango lineal, por lo que es necesario realizar una dilución de dichas muestras.

Para calcular la concentración de potasio, en cada muestra, se sustituye el valor de cada emisión “y” en la ecuación de la recta de calibrado y el valor que sale de “x” será la concentración de calcio en la muestra.

El análisis de todas las muestras, diluidas o no, se ha realizado con dos recta de calibrado como anteriormente se había explicado. Para las muestras de Sal de roca Carmencita y Sal Maldon se utiliza la recta del 25/03/2010; para el resto de muestras la recta de calibrado del 20/11/2009, obteniéndose los siguientes resultados:

Ecuación de la recta de calibrado	$y = 0,033x + 0,1304$
-----------------------------------	-----------------------

**Tabla 23.** Ecuación de la recta de calibrado del 20/11/09

#### MUESTRAS PREPARADAS SEGÚN LA NORMA:

Nombre de la muestra	Emisión	Desviación estándar	Coefficiente de variación	Concentración de K en la muestra (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	0,757	0,0127	1,68	190
Sal especial horneado Prorest	0,637	0,0025	0,37	411 *
Sal Costa con yodo y flúor	0,757	0,0197	2,6	190
Sal Costa natural	0,757	0,0019	1,57	190
Sal Berisal	0,447	0,0127	2,67	95,9

**Tabla 24.** Resultados de la determinación de K en muestras preparadas según la norma

\* Concentración obtenida de una dilución mayor (2 ml de muestra en 10 ml de matraz en vez de los 5 ml en 10 ml de matraz del resto).

#### MUESTRAS PREPARADAS POR EL MÉTODO DIRECTO:

Nombre de la muestra	Emisión	Desviación estándar	Coefficiente de variación	Concentración de K en la muestra (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	0,748	0,0201	2,68	187
Sal especial horneado Prorest	0,676	0,0025	0,98	413 *
Sal Costa con yodo y flúor	0,767	0,0049	1,95	193
Sal Costa natural	0,772	0,0018	2,67	194
Sal Berisal	0,504	0,0066	1,35	113
Sal rosa Himalaya	0,902	0,0058	0,53	1169 *

**Tabla 25.** Resultados de la determinación de K en muestras preparadas por el método directo (20/11/09).

\* En el caso de la Sal especial horneado Prorest se han tomado 2 ml en matraz aforado de 10ml; en el de la Sal rosa del Himalaya se han tomando 1 ml en 10 ml de matraz por los 5 ml de muestra en 10 ml de matraz del resto.

Ecuación de la recta de calibrado	$y = 0,0268x + 0,2215$
-----------------------------------	------------------------

**Tabla 26.** Ecuación de la recta de calibrado del 25/03/10

#### MUESTRAS PREPARADAS POR EL MÉTODO DIRECTO:

Nombre de la muestra	Emisión	Desviación estándar	Coefficiente de variación	Concentración de K en la muestra (mg/Kg)
Sal de roca Carmencita	0,668	0,0098	1,47	166
Sal Maldon escamas	0,554	0,0218	3,95	124

**Tabla 27.** Resultados de la determinación de K en muestras preparadas por el método directo (25/03/10).

Se observa que todas las muestras, ya sean preparadas según la norma o por el método directo, se encuentran por encima del límite de detección y del de cuantificación.

**CONCENTRACIONES DE POTASIO EN MUESTRAS****MUESTRAS PREPARADAS SEGÚN LA NORMA**

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	190
Sal especial horneado Prorest	411
Sal Costa con yodo y flúor	190
Sal Costa natural	190
Sal Berisal	95,9

**Tabla 28.** Concentraciones de potasio en mg/Kg (según la norma)**MUESTRAS PREPARADAS POR EL MÉTODO DIRECTO:**

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	187
Sal especial horneado Prorest	413
Sal Costa con yodo y flúor	193
Sal Costa natural	194
Sal Berisal	113
Sal rosa Himalaya	1169
Sal de roca Carmencita	166
Sal Maldon escamas	124

**Tabla 29.** Concentraciones de potasio en mg/Kg (método directo).



**MÉTODO DE DETERMINACIÓN POR ADICIÓN ESTÁNDAR****ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL FINA YODADA GRANO FINO "SUPER"**

## PREPARACIÓN DE LA RECTA

En matraces aforados de 50 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 50 ml:

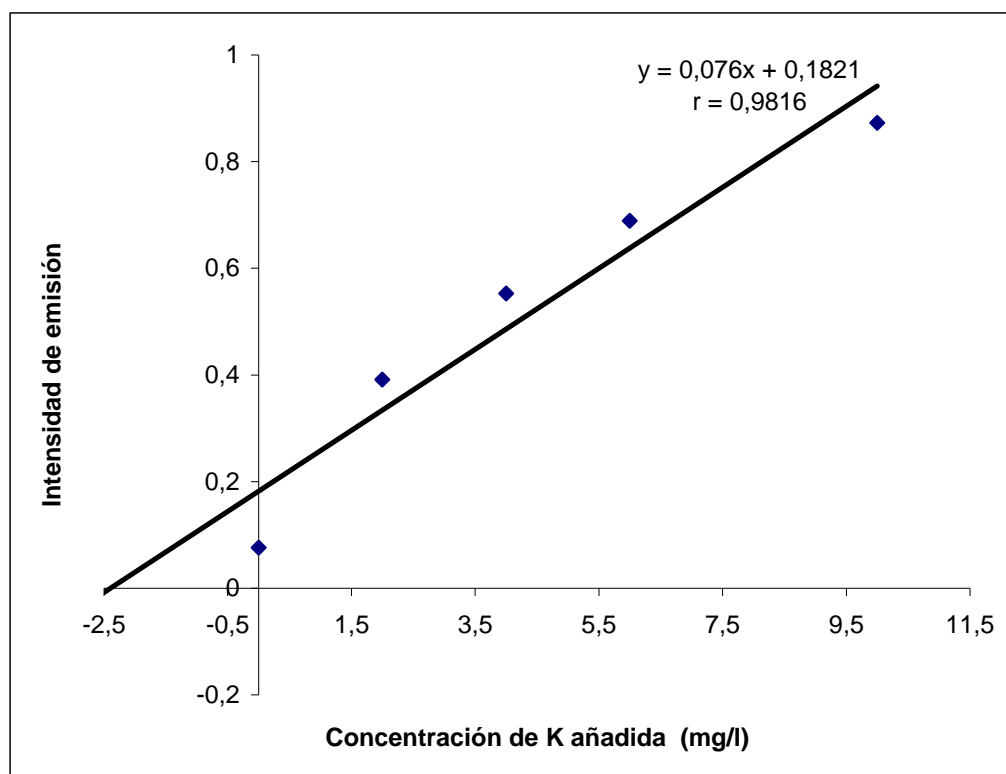
- sin adición: 5 ml disolución La + 10 ml disolución 1 directa.
  
- adición de 2 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 10 ml disolución 1 directa.
  
- adición de 4 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 10 ml disolución 1 directa.
  
- adición de 6 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 10 ml disolución 1 directa.
  
- adición de 10 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 10 ml disolución 1 directa.
  
- blanco: 5 ml disolución La

Tanto la disolución de lantano al 2% como la disolución de 100 mg/l de K ha sido anteriormente explicado su método de preparación.

## REPRESENTACIÓN DE LA RECTA

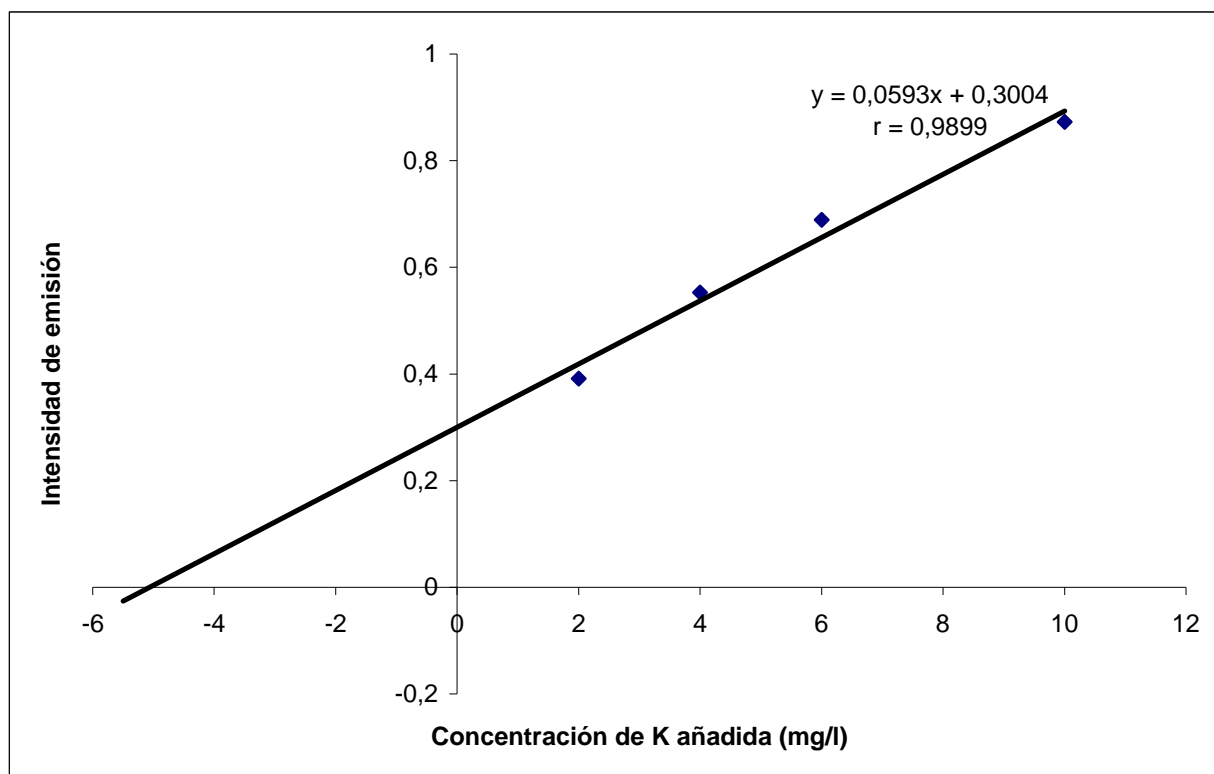
Concentración de K (mg/l)	0	2	4	6	10
Emisión	0,076	0,391	0,553	0,689	0,873
Desviación estándar	0,0015	0,0022	0,0034	0,0072	0,0089
Coefficiente de variación	1,91	0,57	0,61	1,04	1,02

**Tabla 30.** Datos de la recta de adición estándar de Sal fina yodada grano fino "Super"



**Figura 10.** Recta de adición estándar de Sal fina yodada grano fino "Super" teniendo en cuenta todos los puntos.

Al obtener un resultado que difiere bastante del obtenido por el método oficial y no conseguir una buena linealidad, se calcula también la concentración eliminando algún punto.



**Figura 11.** Recta de adición estándar de Sal fina yodada grano fino “Super” teniendo en cuenta todos los puntos menos el primero.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Una vez preparada la recta se procede al cálculo de la concentración de potasio.

Para calcular la concentración de potasio, en cada muestra, se sustituye el valor “y” de la ecuación de la recta de calibrado por 0 y el valor que sale de “x” será la concentración de potasio en la muestra.

Para llegar a la concentración real habrá que tener en cuenta el volumen de muestra añadido por el volumen del matraz y el peso de muestra añadido por el volumen donde se ha disuelto.

Si se utiliza la ecuación de la recta obtenida tomando todos los puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,076x + 0,1821$
------------------------	-----------------------

Quedando la concentración de K: 120 mg/Kg

Mientras que si tomamos la otra ecuación de la recta representada:

Ecuación de la adición	$y = 0,0593x + 0,3004$
------------------------	------------------------

Quedando la concentración de K: 253 mg/Kg

**ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL ESPECIAL HORNEADO PROREST****PREPARACIÓN DE LA RECTA**

En matraces aforados de 50 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 50 ml:

-sin adición: 5 ml disolución La + 0,5 ml disolución 2 directa.

- adición de 2 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 0,5 ml disolución 2 directa.

- adición de 4 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 0,5 ml disolución 2 directa.

- adición de 6 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 0,5 ml disolución 2 directa.

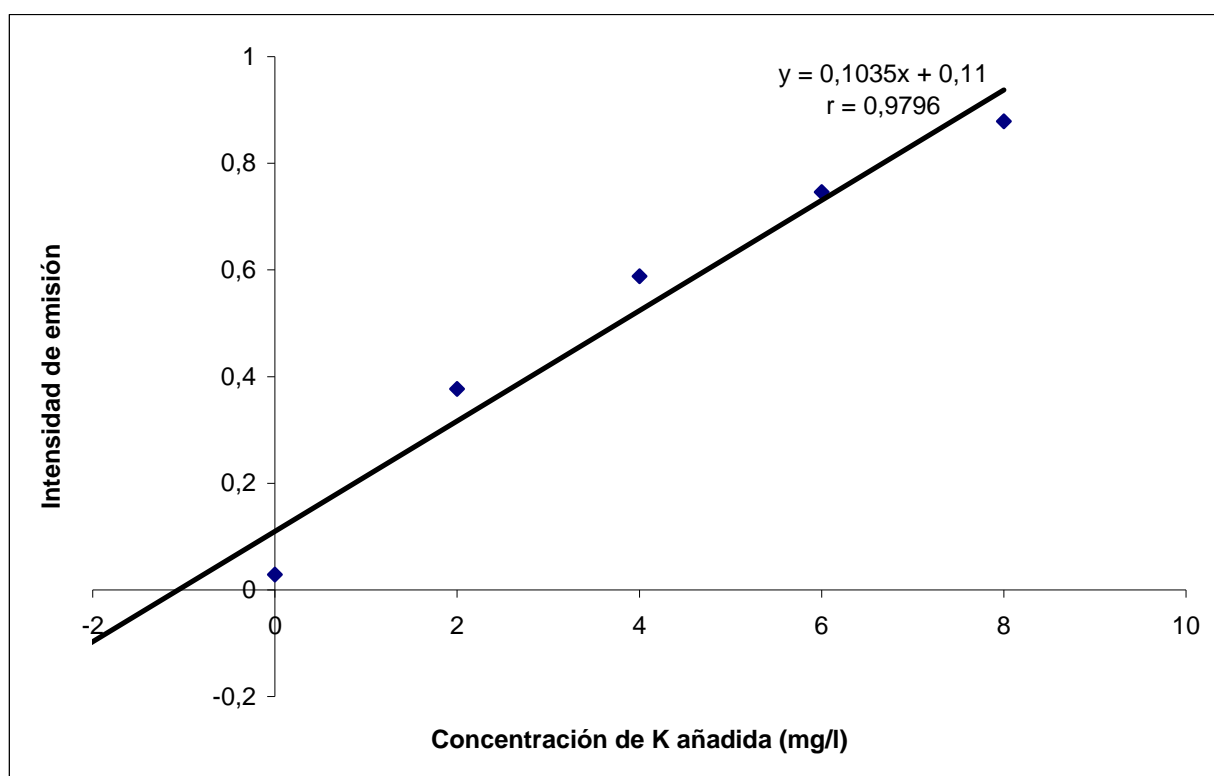
- adición de 8 mg/l: 4 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 0,5 ml disolución 2 directa.

- blanco: 5 ml disolución La

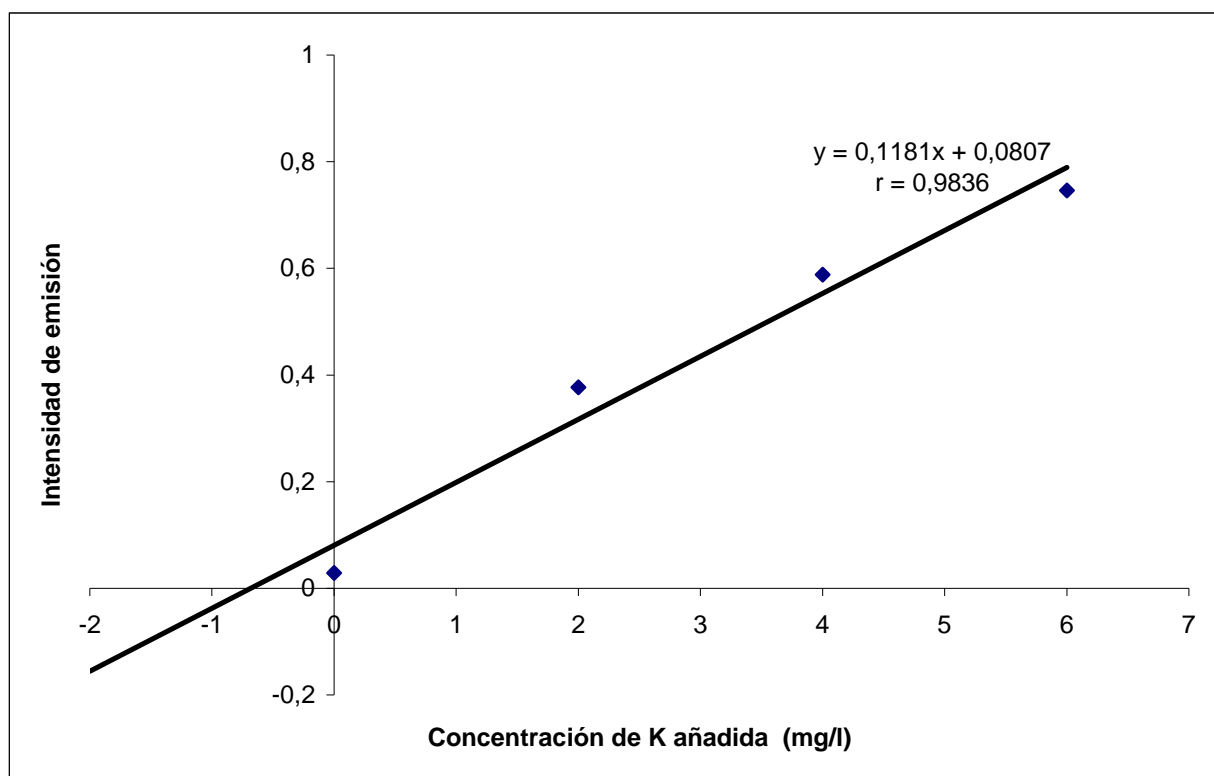
**REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**

Concentración de K (mg/l)	0	2	4	6	8
Emisión	0,029	0,377	0,588	0,746	0,879
Desviación estándar	0,0006	0,0018	0,0025	0,0028	0,0012
Coefficiente de variación	1,86	0,48	0,42	0,38	0,14

**Tabla 31.** Datos de la recta de adición estándar de Sal especial horneado Prorest.



**Figura 12.** Recta de adición estándar de Sal especial horneado Prorest teniendo en cuenta todos los puntos.



**Figura 13.** Recta de adición estándar de Sal especial horneado Prorest quitando el último punto.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Se calcula como anteriormente se ha explicado.

Utilizando la ecuación de la recta sacada con todos los puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,1035x + 0,1100$
------------------------	------------------------

Quedando la concentración de K: 1062 mg/Kg

Utilizando la ecuación de la recta sin el último punto:

Ecuación de la adición	$y = 0,1181x + 0,0807$
------------------------	------------------------

Quedando la concentración de K: 683 mg/Kg



**ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL COSTA CON YODO Y FLÚOR****PREPARACIÓN DE LA RECTA**

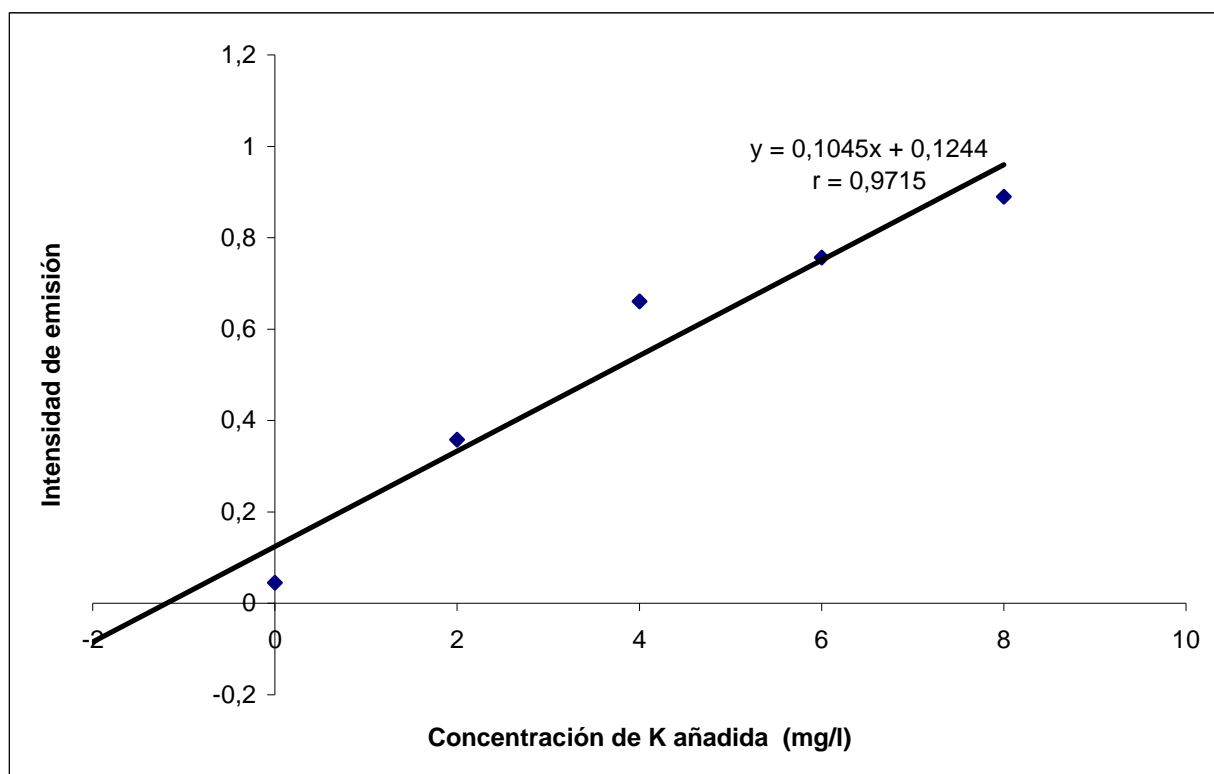
En matraces aforados de 50 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 50 ml:

- sin adición: 5 ml disolución La + 1 ml disolución 3 directa.
  
- adición de 2 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 3 directa.
  
- adición de 4 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 3 directa.
  
- adición de 6 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 3 directa.
  
- adición de 8 mg/l: 4 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 3 directa.
  
- sin adición: 5 ml disolución La + 1 ml disolución 3 directa.
- blanco: 5 ml disolución La

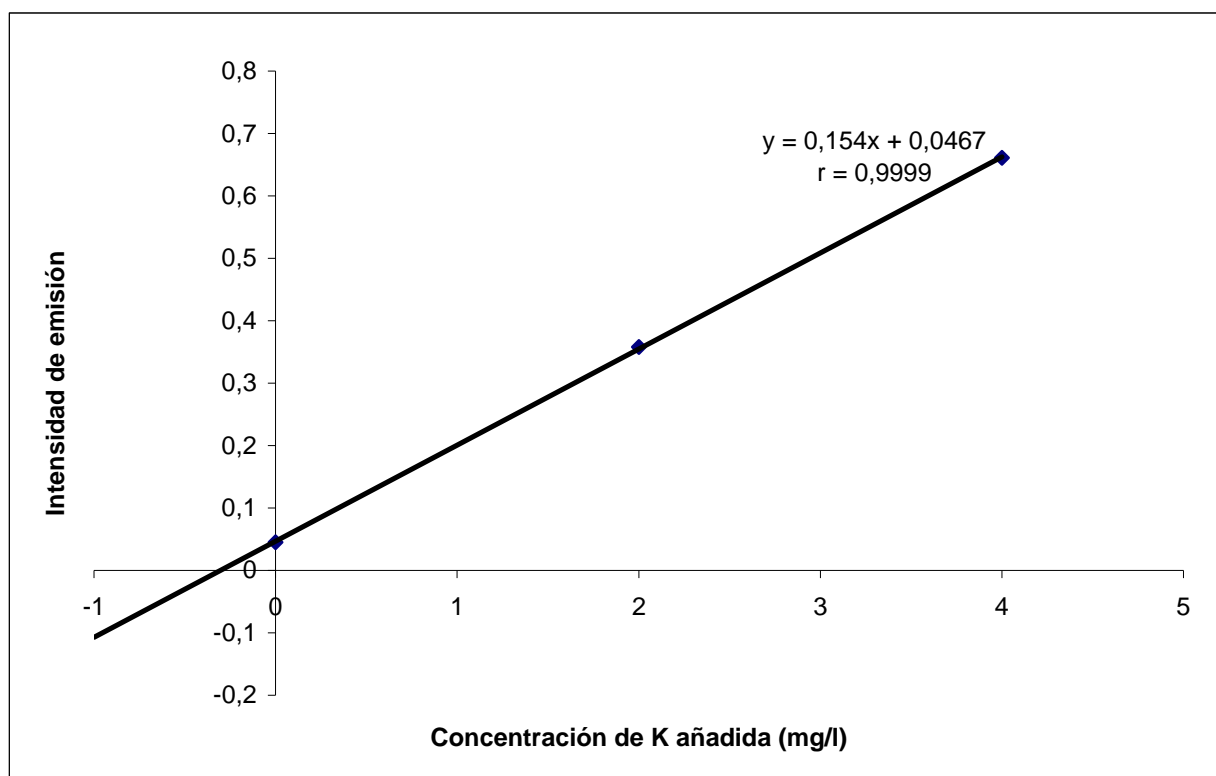
**REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**

Concentración de K (mg/l)	0	2	4	6	8
Emisión	0,045	0,358	0,661	0,757	0,89
Desviación estándar	0,0012	0,0021	0,0025	0,0022	0,0029
Coefficiente de variación	2,75	0,58	0,43	0,29	0,33

**Tabla 32.** Datos de la recta de adición estándar de Sal Costa con yodo y flúor.



**Figura 14.** Recta de adición estándar de Sal Costa con yodo y flúor teniendo en cuenta todos los puntos.



**Figura 15.** Recta de adición estándar de Sal Costa con yodo y flúor teniendo en cuenta los 3 primeros puntos.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Se calcula como anteriormente se ha explicado:

Utilizando la ecuación de la recta sacada con todos los puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,1045x + 0,1244$
------------------------	------------------------

Quedando la concentración de K: 594 mg/Kg

Utilizando la ecuación de la recta con los 3 primeros puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,154x + 0,0467$
------------------------	-----------------------

Quedando la concentración de K: 152 mg/Kg

**ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL COSTA NATURAL****PREPARACIÓN DE LA RECTA**

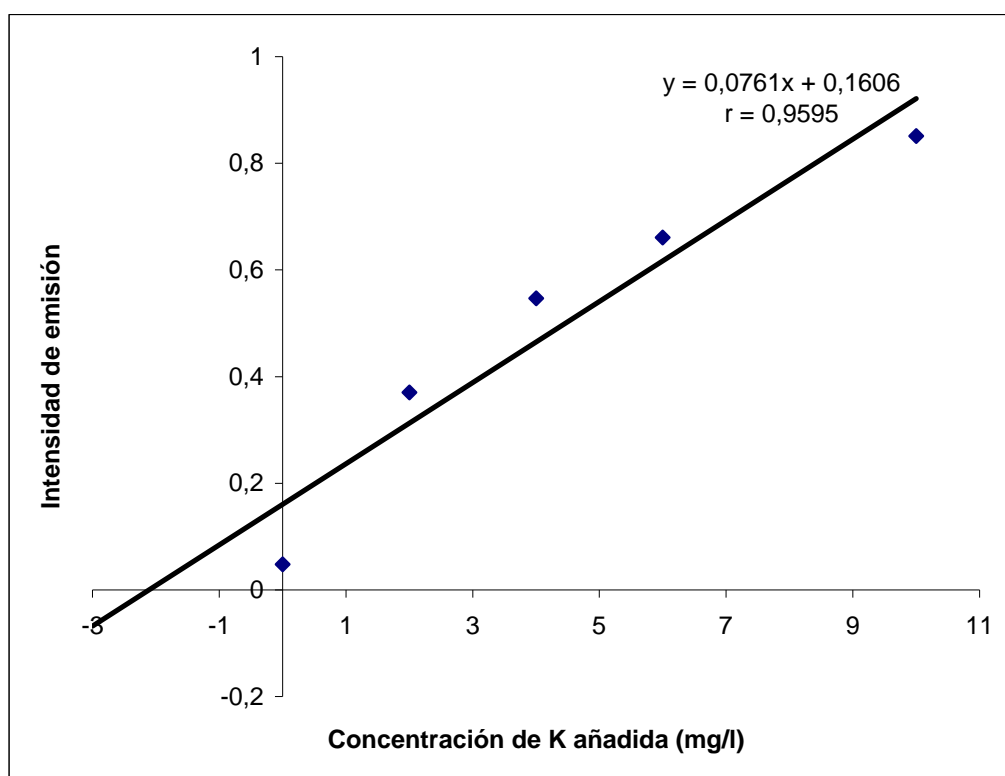
En matraces aforados de 50 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 50 ml:

- sin adición: 5 ml disolución La + 5 ml disolución 4 directa.
- adición de 2 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 5 ml disolución 4 directa.
- adición de 4 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 5 ml disolución 4 directa.
- adición de 6 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 5 ml disolución 4 directa.
- adición de 10 mg/l: 5 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 5 ml disolución 4 directa.
- blanco: 5 ml disolución La

**REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**

Concentración de K (mg/l)	0	2	4	6	10
Emisión	0,048	0,370	0,547	0,661	0,851
Desviación estándar	0,0019	0,0009	0,0018	0,0014	0,0022
Coefficiente de variación	3,96	0,24	0,34	0,22	0,26

**Tabla 33.** Datos de la recta de adición estándar de Sal Costa natural.



**Figura 16.** Recta de adición estándar de Sal Costa natural.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Se calcula como anteriormente se ha explicado:

Ecuación de la adición	$y = 0,0761 x + 0,1606$
------------------------	-------------------------

Quedando la concentración de K: 215 mg/Kg

**ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL BERISAL****PREPARACIÓN DE LA RECTA**

En matraces aforados de 25 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 25 ml:

- sin adición: 2,5 ml disolución La + 10 ml disolución 5 directa.
- adición de 2 mg/l: 0,5 ml disolución de 100 mg/l de K + 2,5 ml disolución de La + 10 ml disolución 5 directa.
- adición de 4 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 2,5 ml disolución de La + 10 ml disolución 5 directa.
- adición de 8 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 2,5 ml disolución de La + 10 ml disolución 5 directa.
- adición de 12 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 2,5 ml disolución de La + 10 ml disolución 5 directa.
- blanco: 2,5 ml disolución La

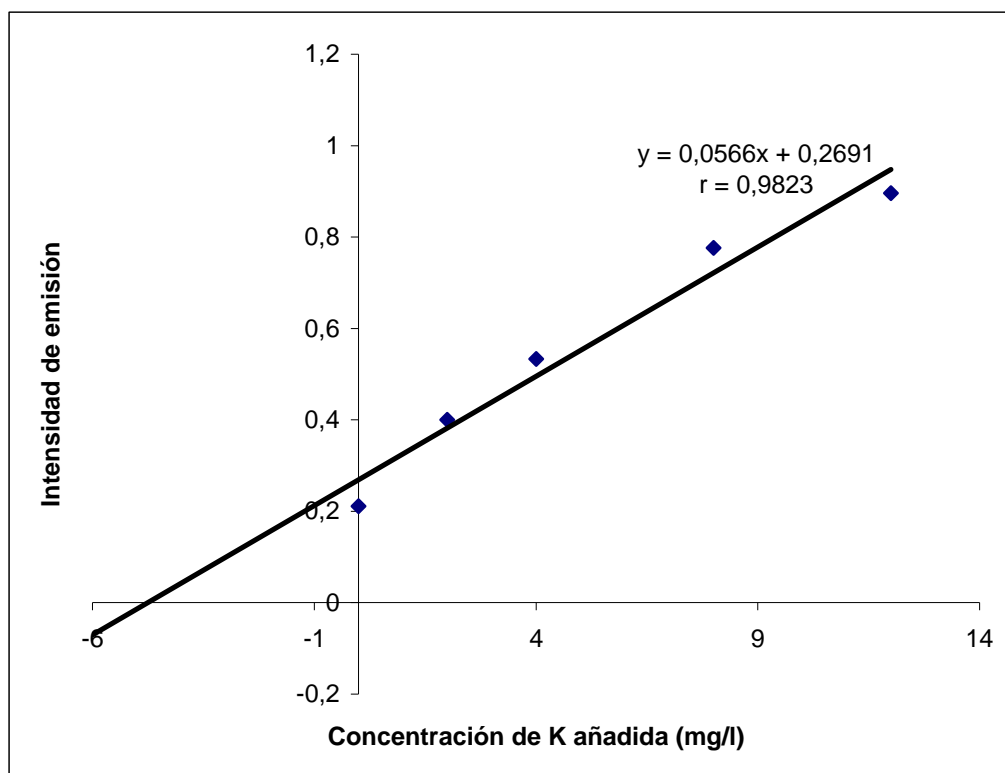
Nota: Para este caso, la disolución directa lleva 6,5606 g disueltos en 50 ml de agua desionizada.

**REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**



Concentración de K (mg/l)	0	2	4	8	12
Emisión	0,211	0,400	0,533	0,776	0,896
Desviación estándar	0,0024	0,0071	0,0084	0,0154	0,0160
Coefficiente de variación	1,12	1,76	1,57	1,98	1,78

**Tabla 34.** Datos de la recta de adición estándar de Sal Berisal.



**Figura 17.** Recta de adición estándar de Sal Berisal.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Se calcula como anteriormente se ha explicado:

Ecuación de la adición	$y = 0,0566 x + 0,2691$
------------------------	-------------------------

Quedando la concentración de K: 90,6 mg/Kg

**ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL DE ROCA CARMENCITA****PREPARACIÓN DE LA RECTA**

En matraces aforados de 50 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 50 ml:

- sin adición: 5 ml disolución La + 1 ml disolución 7 directa.
- adición de 2 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 7 directa.
- adición de 4 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 7 directa.
- adición de 6 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 7 directa.
- adición de 8 mg/l: 4 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 7 directa.
- blanco: 5 ml disolución La

**REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**

Concentración de K (mg/l)	0	2	4	6	8
Emisión	0,025	0,383	0,598	0,668	0,883
Desviación estándar	0,0025	0,0019	0,0007	0,0030	0,0014
Coefficiente de variación	7,07	0,5	0,11	0,44	0,16

Tabla 35. Datos de la recta de adición estándar de Sal de roca Carmencita.

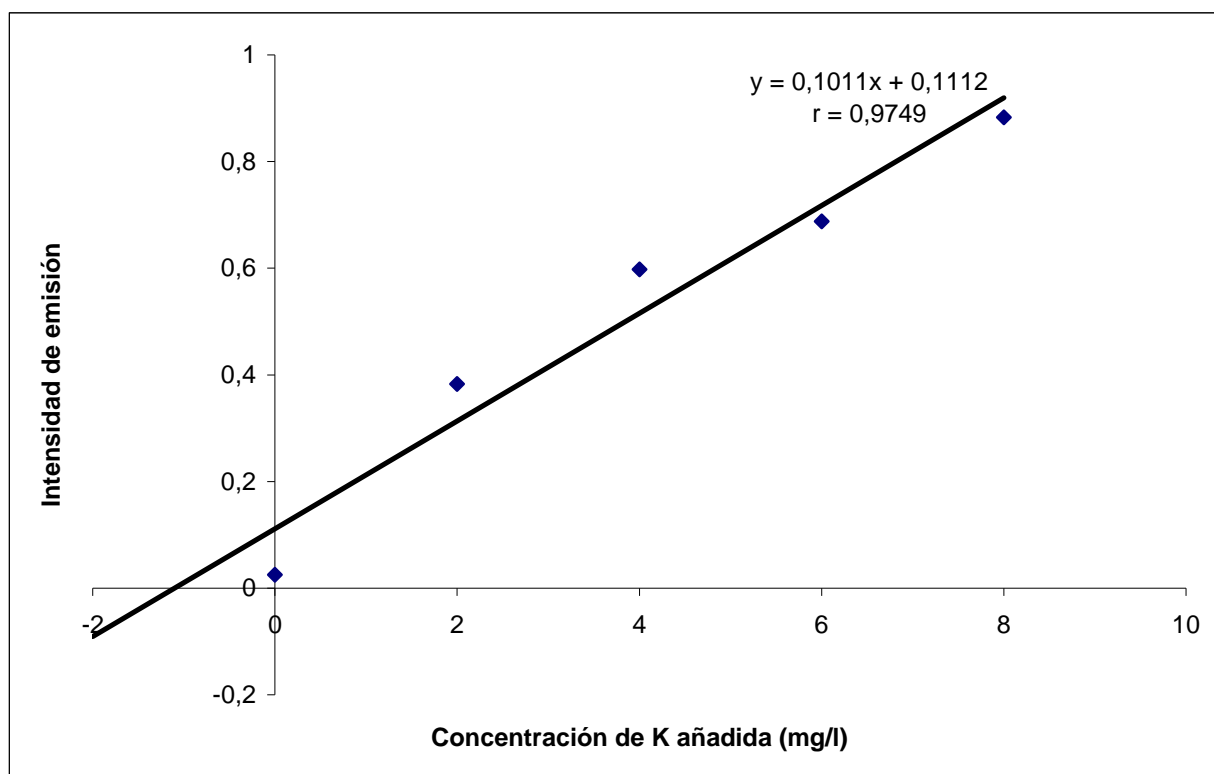
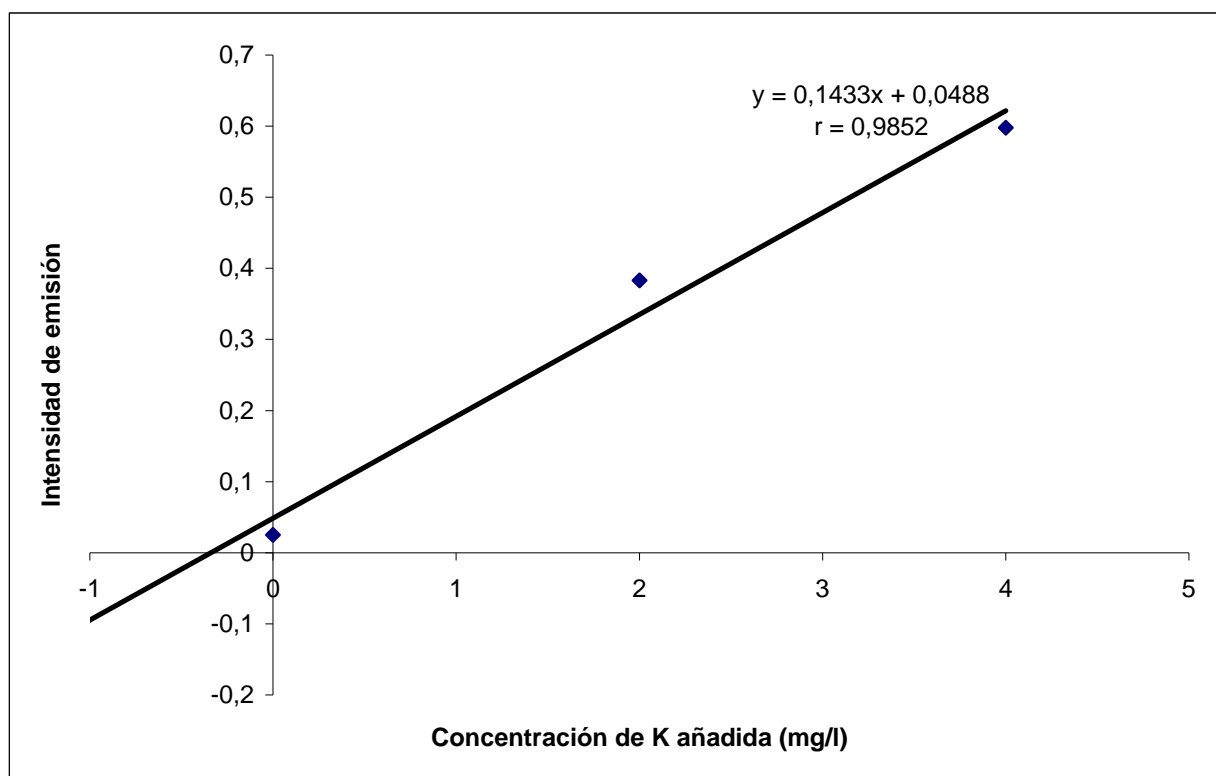


Figura 18. Recta de adición estándar de Sal de roca Carmencita teniendo en cuenta todos los puntos.



**Figura 19.** Recta de adición estándar de Sal de roca Carmencita sin tener en cuenta los dos últimos puntos.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Se calcula como anteriormente se ha explicado:

Utilizando la recta de calibrado con todos los puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,1011 x + 0,1112$
------------------------	-------------------------

Quedando la concentración de K: 550 mg/Kg

Utilizando la recta de calibrado sin los dos últimos puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,1433 x + 0,0488$
------------------------	-------------------------

Quedando la concentración de K: 170 mg/Kg

**ADICIÓN ESTÁNDAR DE SAL MALDON EN ESCAMAS****PREPARACIÓN DE LA RECTA**

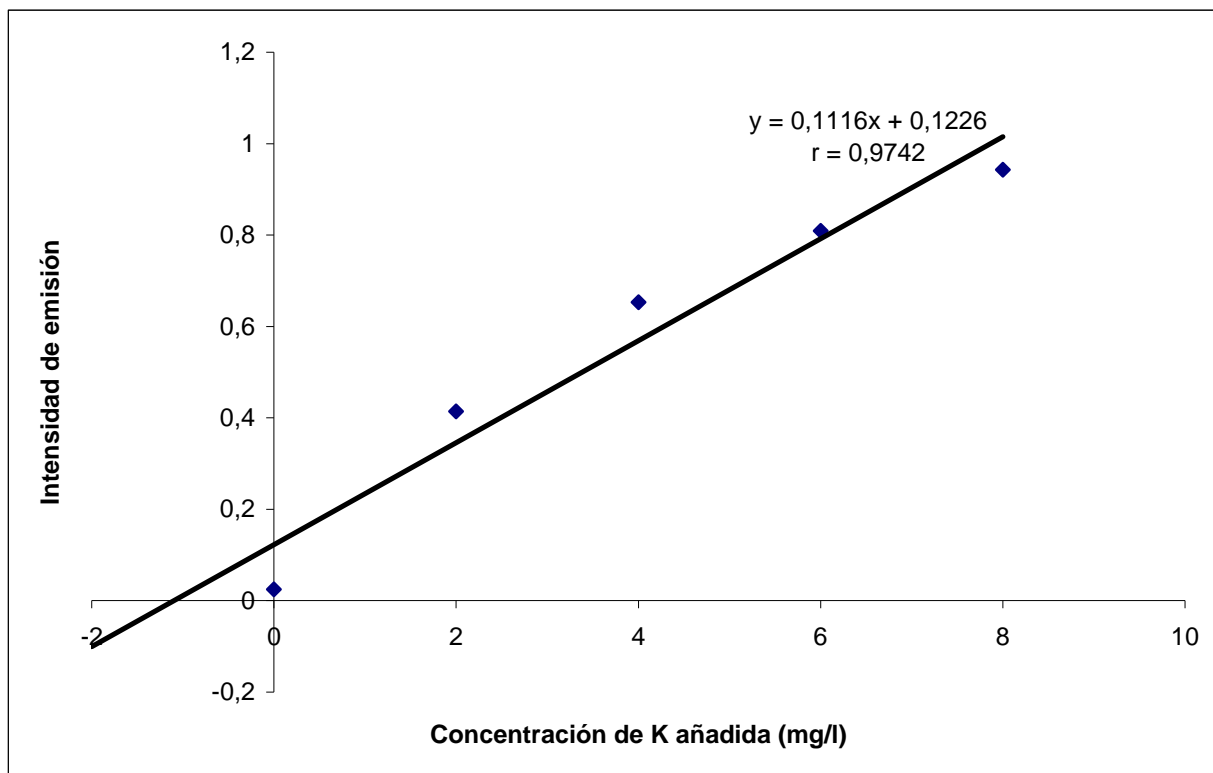
En matraces aforados de 50 ml, con pipetas y enrasando con agua desionizada hasta 50 ml:

- sin adición: 5 ml disolución La + 1 ml disolución 8 directa.
  
- adición de 2 mg/l: 1 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 8 directa.
  
- adición de 4 mg/l: 2 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 8 directa.
  
- adición de 6 mg/l: 3 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 8 directa.
  
- adición de 8 mg/l: 4 ml disolución de 100 mg/l de K + 5 ml disolución de La + 1 ml disolución 8 directa.
  
- blanco: 5 ml disolución La

**REPRESENTACIÓN DE LA RECTA**

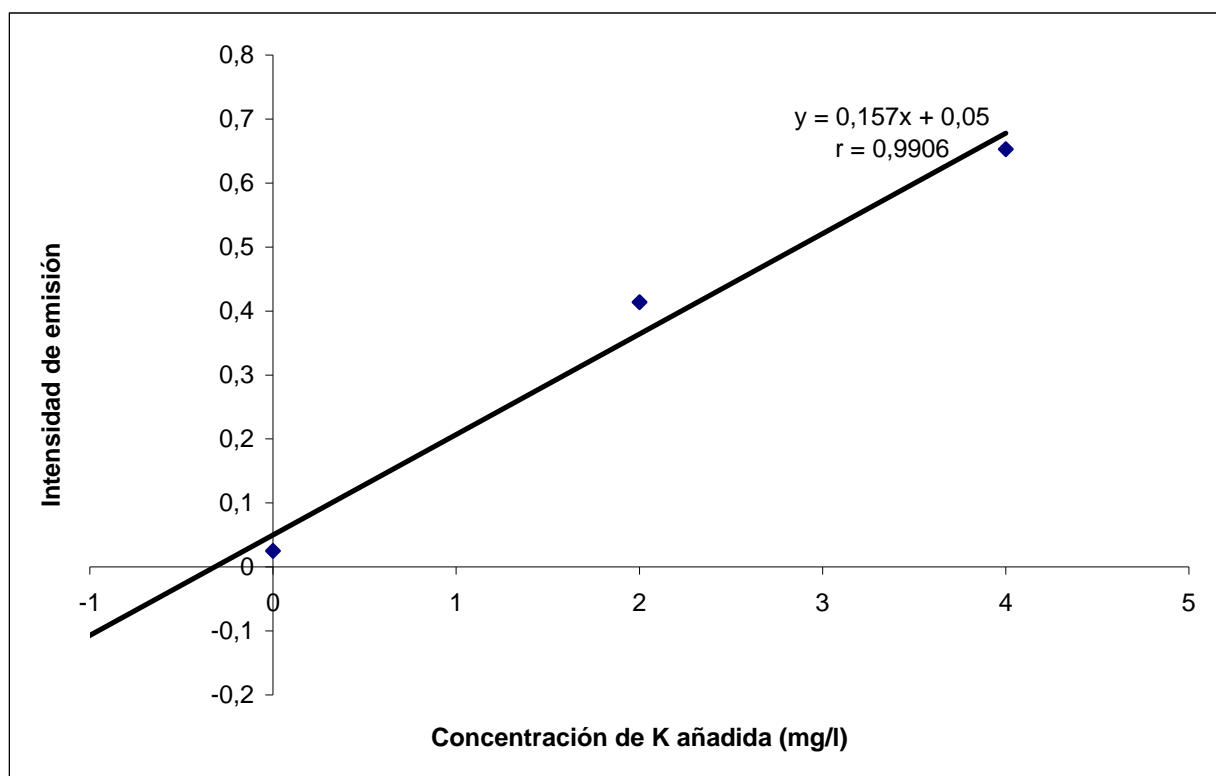
Concentración de K (mg/l)	0	2	4	6	8
Emisión	0,025	0,414	0,653	0,809	0,943
Desviación estándar	0,0003	0,0007	0,0015	0,0016	0,0022
Coefficiente de variación	1,08	0,17	0,23	0,20	0,24

**Tabla 36.** Datos de la recta de adición estándar de Sal Maldon.



**Figura 20.** Recta de adición estándar de Sal Maldon teniendo en cuenta todos los puntos.





**Figura 21.** Recta de adición estándar de Sal Maldon teniendo en cuenta los 3 primeros puntos.

#### CONTENIDO DE POTASIO EN LA MUESTRA

Se calcula como anteriormente se ha explicado:

Utilizando la ecuación de la recta de todos los puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,1116 x + 0,1226$
------------------------	-------------------------

Quedando la concentración de K: 549 mg/Kg

Utilizando la ecuación de la recta de los 3 primeros puntos:

Ecuación de la adición	$y = 0,157 x + 0,05$
------------------------	----------------------

Quedando la concentración de K: 159 mg/Kg

*CONCENTRACIONES DE POTASIO POR ADICIÓN ESTÁNDAR*

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	253
Sal especial horneado Prorest	683
Sal Costa con yodo y flúor	152
Sal Costa natural	215
Sal Berisal	90,6
Sal de roca Carmencita	170
Sal Maldon	159

**Tabla 37.** Concentraciones de potasio en mg/Kg (adición estándar).

# CONCLUSIONES



## COMPARACIÓN DE LOS RESULTADOS DE RESIDUO INSOLUBLE

Se comparan los resultados de los residuos insolubles con los valores medios estadísticos, de 2 muestras (una marina y otra mineral) analizada por 19 laboratorios, que aparecen en los métodos oficiales de análisis, en las muestras preparadas según la norma.

MUESTRA	VALOR MEDIO (gramos)	PESO DEL RESIDUO (gramos)
Sal fina yodada grano fino "SUPER"	0,001	0,0012
Sal Costa con yodo y flúor	0,044	0,0052
Sal Costa natural	0,044	0,0118
Sal Berisal	0,001	0,0251

**Tabla 38.** Peso de residuos obtenidos y valores medios

MUESTRA	CONCENTRACIÓN DEL RESIDUO (%)
Sal fina yodada grano fino "Super"	0,001
Sal especial horneado Prorest	1,005
Sal Costa con yodo y flúor	0,005
Sal Costa natural	0,012
Sal Berisal	0,025

**Tabla 39.** Concentraciones de los residuos en muestras.

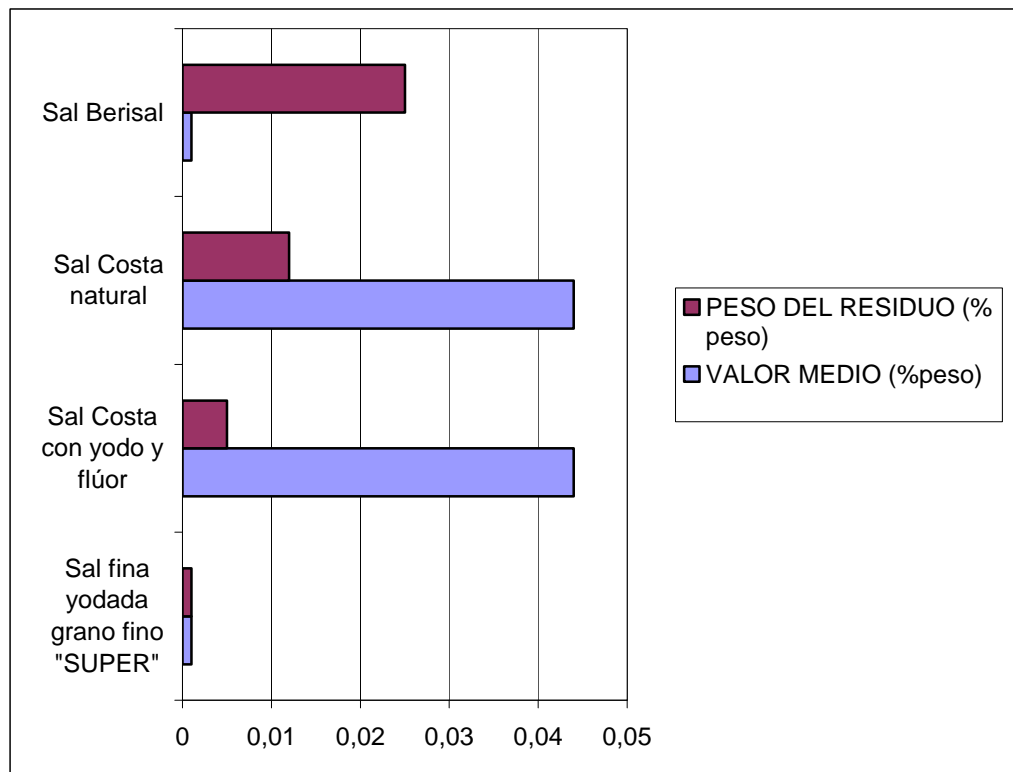


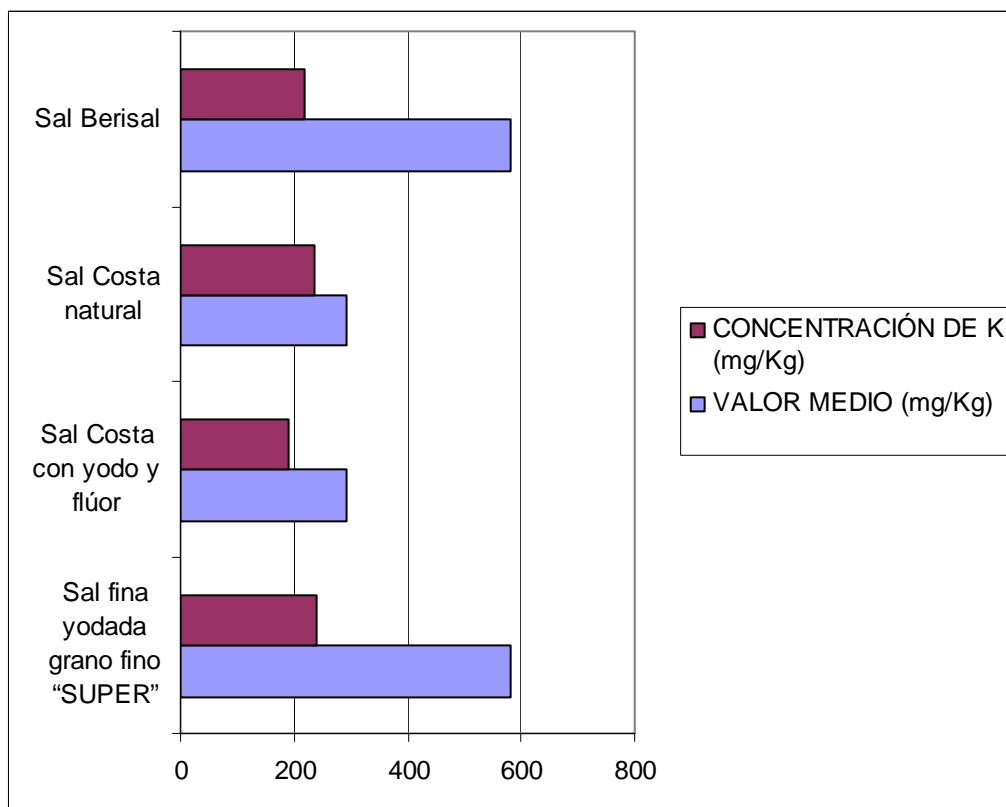
Figura 22. Comparación del residuo con el valor medio

## COMPARACIÓN DE RESULTADOS DEL MÉTODO CLÁSICO CON LOS VALORES MEDIOS ESTADÍSTICOS

Se comparan los resultados del método clásico con los valores medios estadísticos, de 2 muestras (una marina y otra mineral) analizada por 14 y 15 laboratorios respectivamente, que aparecen en los métodos oficiales de análisis, en las muestras preparadas según la norma.

MUESTRA	VALOR MEDIO (mg/Kg)	CONCENTRACIÓN DE K (mg/Kg)
Sal fina yodada grano fino "SUPER"	581	239
Sal Costa con yodo y flúor	294	191
Sal Costa natural	294	236
Sal Berisal	581	218

**Tabla 40.** Peso de residuos obtenidos y valores medios.



**Figura 23.** Comparación de la concentración de K y valores medios

Se observa que las concentraciones de potasio obtenidas mediante el método oficial son más parecidas a los valores medios estadísticos en el caso de las sales marinas.



## COMPARACIÓN DE LAS RECTAS DE CALIBRADO POR EMISIÓN Y POR ABSORCIÓN CON Y SIN SODIO

Absorción sin Na	$y = 0,0335x + 0,0031$
Absorción con Na	$y = 0,0472x - 0,0158$
Emisión sin Na	$y = 0,0453x + 0,0464$
Emisión con Na 20/11/09	$y = 0,0330x + 0,1304$
Emisión con Na 25/03/10	$y = 0,0268x + 0,2215$

**Tabla 41.** Comparación rectas de calibrado.

A pesar de que las rectas por absorción salen con mejor linealidad, no se han dado datos de coeficientes de variación y desviación estándar puesto que salían muy altos, ya que era muy difícil de estabilizar las medidas por absorción, por lo que se prefiere la medida por emisión atómica al ser más estable.

Para decidirse entre emisión con patrón o sin patrón de sodio, se prueba una muestra para observar si realmente el sodio no influye en el valor obtenido, la muestra a observar es la Sal fina yodada grano fino "SUPER" obteniéndose:

Muestra	Emisión	Concentración de K (mg/Kg)	Desviación estándar	Coefficiente de variación
Sin sodio	0,875	366	0,0063	0,72
Con sodio	0,757	190	0,0127	1,68

**Tabla 42.** Comparación de concentraciones de K con y sin sodio

El valor del análisis clásico era de 239 mg/Kg por lo que se observa que la emisión atómica con patrón de sodio es la que más se le acerca, y por tanto fue la elegida.

Por último resaltar como ya antes se había indicado, que se han utilizado dos rectas de calibrado, puesto que las muestras de Sal de roca Carmencita y Sal Maldon no se midieron hasta el día 25/03/2010, por lo que para estas muestras se utilizará la segunda recta de calibrado.

## PARÁMETROS INSTRUMENTALES

Parámetros	20/11/2009	25/03/2010
Longitud de onda ( $\lambda$ )	766,5 nm	766,5 nm
Caudal de aire	30 u.a.	30 u.a.
Caudal de acetileno	10 u.a.	10 u.a.
Altura del mechero	8-9 u.a.	8-9 u.a.
Anchura de la rendija	0,7 nm	0,7 nm
Profundidad del mechero	8 u.a.	8 u.a.

**Tabla 43.** Parámetros optimizados.

## PARÁMETROS ANALÍTICOS

Parámetros	20/11/2009	25/03/2010
Ecuación de la recta	$y = 0,033x + 0,1304$	$y = 0,0268x + 0,2215$
r	0,9858	0,9911
Límite de detección	0,3091 mg/l	0,2687 mg/l
Límite de cuantificación	1,0303 mg/l	0,8955 mg/l

**Tabla 44.** Parámetros analíticos

## COMPARACIÓN DE RESULTADOS EN MUESTRAS PREPARADAS SEGÚN LA NORMA Y POR EL MÉTODO DIRECTO POR EMISIÓN ATÓMICA

Como por el método clásico (valoración), no se han realizado análisis con disoluciones de muestras preparadas a través del método directo, esta comparación de resultados en muestras preparadas según la norma y por el método directo se ha realizado con los resultados obtenidos en la espectroscopía de emisión atómica.

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	190
Sal especial horneado Prorest	411
Sal Costa con yodo y flúor	190
Sal Costa natural	190
Sal Berisal	95,9

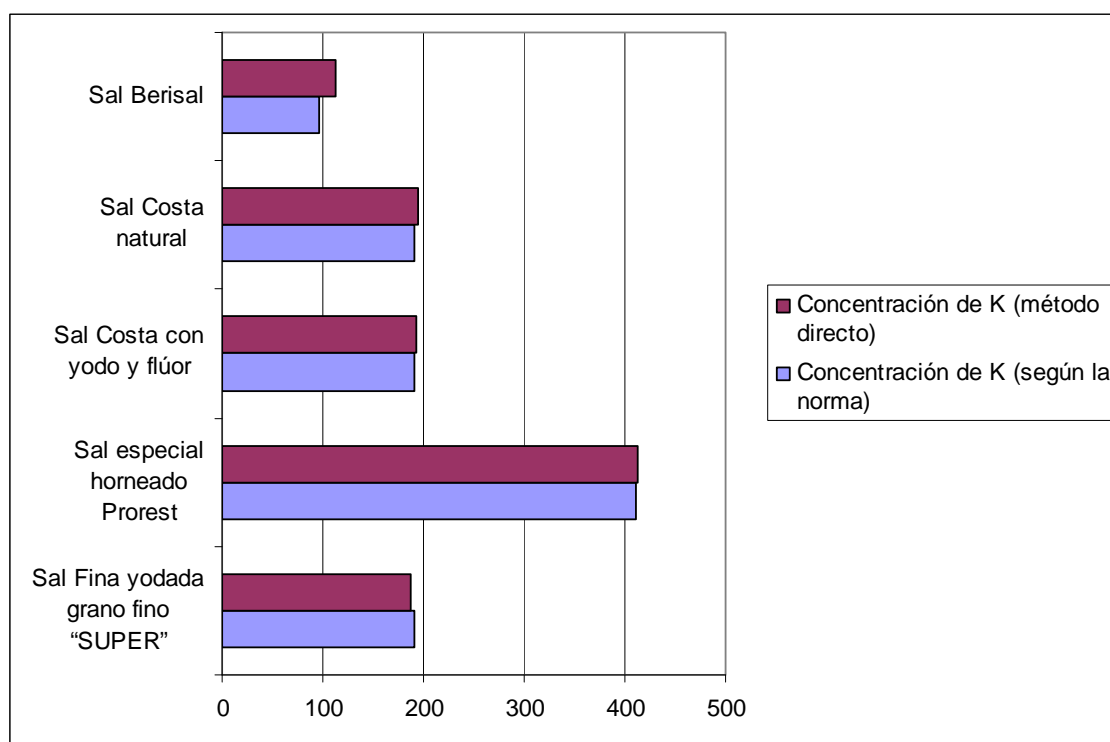
**Tabla 45.** Concentraciones de K en mg/Kg (según la norma).

Una vez que se observan los resultados obtenidos, la muestra que presenta un mayor contenido de potasio es la sal especial horneado Prorest. Esta muestra presenta una gran diferencia respecto al resto, siendo su concentración algo mayor del doble de la Sal Costa natural, que es la muestra que le sigue. Con una concentración prácticamente igual se encuentran la Sal Costa con yodo y flúor y la Sal Fina yodada grano fino "SUPER". La Sal Berisal presenta el valor de concentración menor.

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	187
Sal especial horneado Prorest	413
Sal Costa con yodo y flúor	193
Sal Costa natural	194
Sal Berisal	113

**Tabla 46.** Concentraciones de potasio en mg/Kg(método directo).

Una vez observados los resultados obtenidos, la muestra que presenta mayor contenido de potasio es la Sal rosa del Himalaya, siendo su concentración casi unas tres veces superior a la de la Sal especial horneado Prorest, que es la muestra que le sigue. Con concentraciones muy parecidas se sitúan el resto salvo la Sal Berisal que es la que tiene un valor de concentración más pequeño.



**Figura 24.** Concentraciones de K en muestras preparadas por ambos métodos.

Se observa que los valores son muy similares, por tanto las diferencias van a ser muy pequeñas si se trabaja con muestras preparadas según la norma o con muestras preparadas directamente.

## COMPARACIÓN ENTRE LOS RESULTADOS POR EL MÉTODO CLÁSICO Y ADICIÓN ESTÁNDAR.

## Método clásico

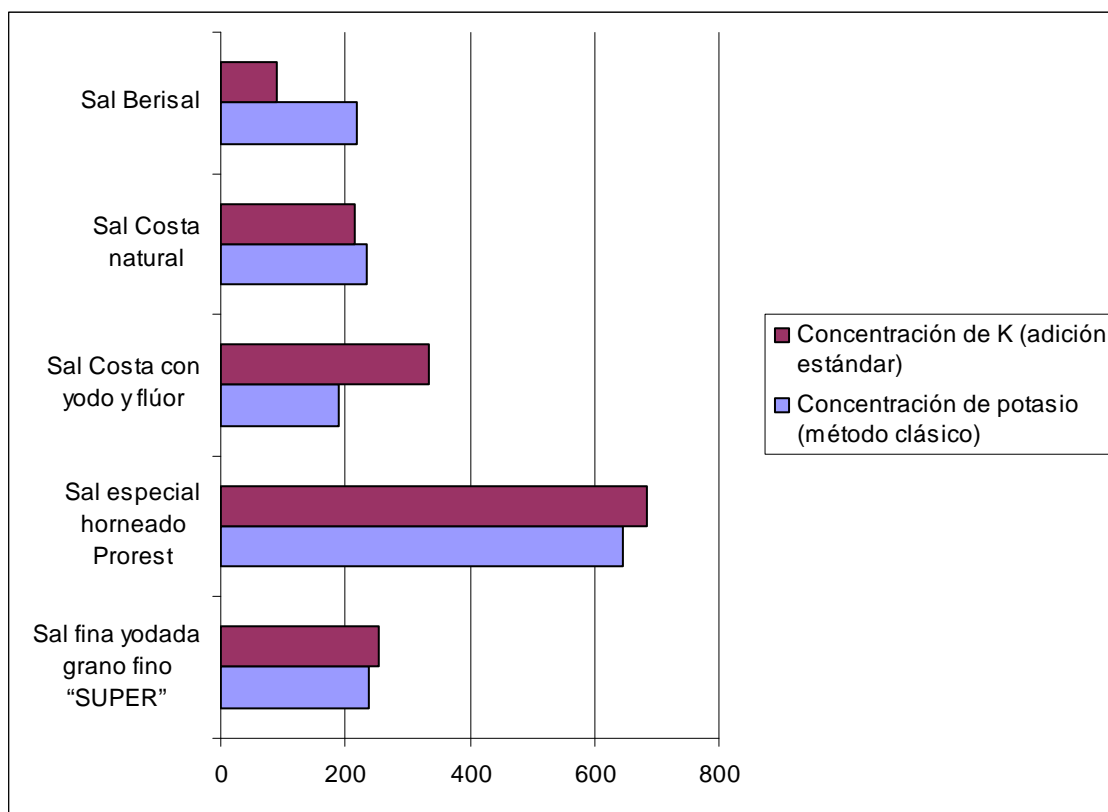
Muestra	Concentración de potasio (mg/Kg)
Sal fina yodada grano fino "SUPER"	239
Sal especial horneado Prorest	647
Sal Costa con yodo y flúor	191
Sal Costa natural	236
Sal Berisal	218

Tabla 47. Concentraciones de K por el método clásico.

## Adición estándar

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	253
Sal especial horneado Prorest	683
Sal Costa con yodo y flúor	333
Sal Costa natural	215
Sal Berisal	90,6

Tabla 48. Concentraciones de potasio en mg/Kg(adición estándar).



**Figura 25.** Comparación de las concentraciones de potasio entre el método clásico y adición estándar

Se observa que los valores obtenidos por adición estándar son similares a los obtenidos por el método clásico salvo los casos de la Sal Berisal (el valor de la concentración por adición estándar es la mitad que el obtenido por el método clásico) y la Sal Costa con yodo y flúor (el valor de la concentración por adición estándar es una tercera parte del obtenido por el método clásico).

## COMPARACIÓN ENTRE LOS RESULTADOS POR EL MÉTODO CLÁSICO Y ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ATÓMICA.

## Método clásico

Muestra	Concentración de potasio (mg/Kg)
Sal fina yodada grano fino "SUPER"	239
Sal especial horneado Prorest	647
Sal Costa con yodo y flúor	191
Sal Costa natural	236
Sal Berisal	218

Tabla 49. Concentraciones de K por el método clásico.

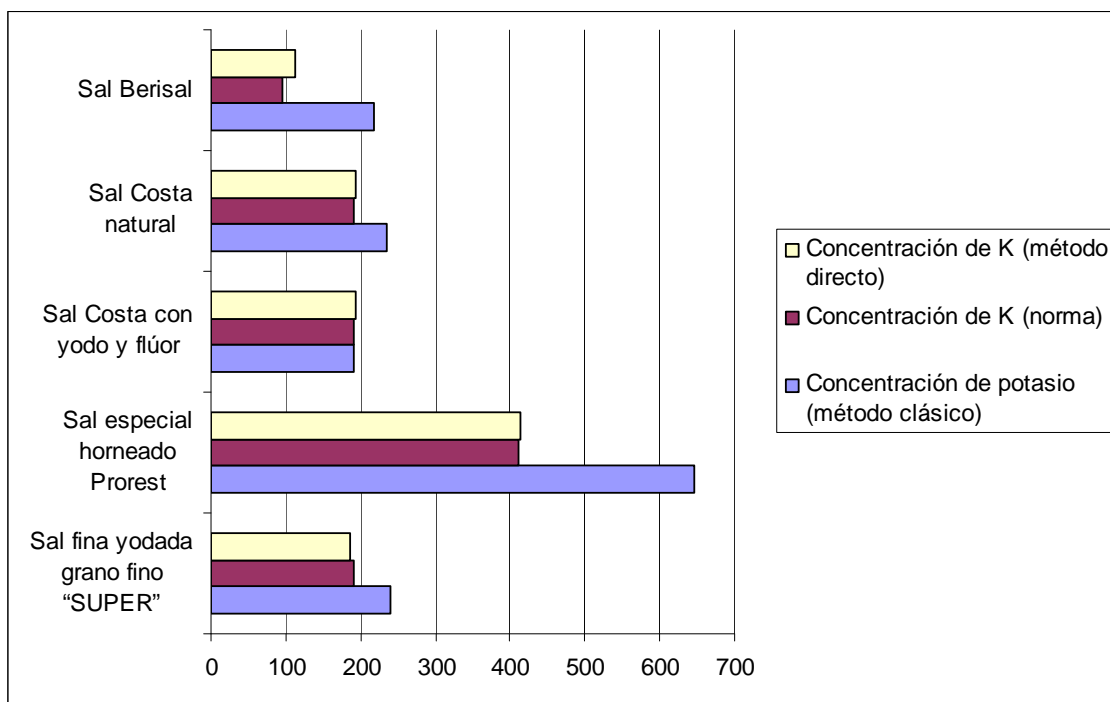
## Espectroscopía

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	190
Sal especial horneado Prorest	411
Sal Costa con yodo y flúor	190
Sal Costa natural	190
Sal Berisal	95,9

Tabla 50. Concentraciones de K en mg/Kg (según la norma).

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	187
Sal especial horneado Prorest	413
Sal Costa con yodo y flúor	193
Sal Costa natural	194
Sal Berisal	113

Tabla 51. Concentraciones de potasio en mg/Kg(método directo).



**Figura 26.** Comparación de las concentraciones de potasio entre el método clásico y espectroscopía atómica.

Se observa que los valores obtenidos por el método oficial son mayores que los obtenidos por espectroscopia excepto en una muestra que son prácticamente coincidentes.



## COMPARACIÓN ENTRE CALIBRACIÓN EXTERNA Y ADICIÓN ESTÁNDAR.

Calibración externa:

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	190
Sal especial horneado Prorest	411
Sal Costa con yodo y flúor	190
Sal Costa natural	190
Sal Berisal	95,9

**Tabla 52.** Concentraciones de potasio en mg/Kg (según la norma)

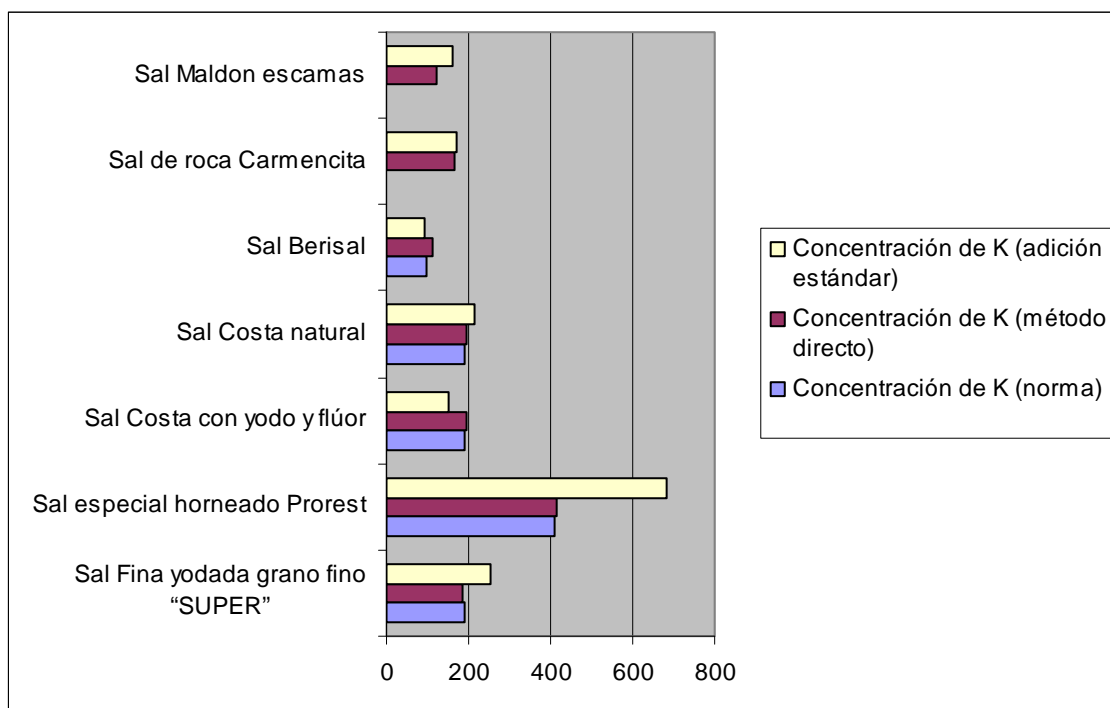
Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	187
Sal especial horneado Prorest	413
Sal Costa con yodo y flúor	193
Sal Costa natural	194
Sal Berisal	113
Sal de roca Carmencita	166
Sal Maldon escamas	124

**Tabla 53.** Concentraciones de potasio en mg/Kg (método directo).

Adición estándar

Nombre de la muestra	Concentración de K (mg/Kg)
Sal Fina yodada grano fino "SUPER"	253
Sal especial horneado Prorest	683
Sal Costa con yodo y flúor	152
Sal Costa natural	215
Sal Berisal	90,6
Sal de roca Carmencita	170
Sal Maldon escamas	159

**Tabla 54.** Concentraciones de potasio en mg/Kg (adición estándar)



**Figura 27.** Comparación entre las concentraciones de potasio por calibración externa y adición estándar.

Como se observa, los resultados obtenidos mediante adición estándar dan en la mayoría de las muestras una concentración mayor, que pone de manifiesto la presencia de interferencias cuando la determinación se lleva a cabo mediante calibración externa.

# **BIBLIOGRAFÍA**

- [1] *Diccionario Enciclopédico Nueva Espasa Ilustrado 2000*. (ed. Espasa Calpe) 1999 (12-2-2010)
- [2] [www.institutodelasal.com](http://www.institutodelasal.com) (2-4-2010)
- [3] [www.monografias.com](http://www.monografias.com) (4-4-2010)
- [4] [www.quiminet.com](http://www.quiminet.com) (2-4-2010)
- [5] Ruberte Sánchez L., Fernández Castel A. *Apuntes de clase asignatura Química analítica* (3-5-2010)
- [6] *Norma Española* (7-4-2010)
- [7] Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación. *Métodos Oficiales de Análisis* (31-3-2010)
- [8] Scoog, Holler y Nieman. *"Análisis instrumental"*(ed.McGraw-Hill) 1994. (26-4-2010)
- [9] Skoog, West y Holler. *"Química Analítica"* (ed. McGraw-Hill) 1995. (29-4-2010)
- [10] [www.qi.fcen.uba.ar](http://www.qi.fcen.uba.ar) (26-4-2010)
- [11] Álvarez Rodríguez, Luis. *Métodos ópticos: Espectroscopia atómica*. [www.api.ning.com](http://www.api.ning.com) (26-4-2010)
- [12] [Roble.Unizar.es](http://Roble.Unizar.es) (12-3-2010)

# ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b>	Composición química de una sal yodada.....	9
<b>Tabla 2.</b>	Distribución de la producción de sal común por CC.AA.....	13
<b>Tabla 3.</b>	Mercado nacional de la sal y destino de la producción. (Cantidades expresadas en toneladas) .....	14
<b>Tabla 4.</b>	Distribución de la cantidad destinada a industria alimentaria .....	15
<b>Tabla 5.</b>	Distribución del consumo humano.....	15
<b>Tabla 6.</b>	Clasificación de las sales a analizar .....	17
<b>Tabla 7.</b>	Muestras preparadas por el método clásico .....	22
<b>Tabla 8.</b>	Parámetros a optimizar .....	37
<b>Tabla 9.</b>	Muestras preparadas por el método clásico .....	39
<b>Tabla 10.</b>	Pesos de muestras preparadas por el método directo.....	39
<b>Tabla 11.</b>	Muestras y volúmenes añadidos por el método de adición estándar.....	40
<b>Tabla 12.</b>	Pesos de muestras y residuos preparadas según la norma .....	41
<b>Tabla 13.</b>	Concentraciones de los residuos en muestras. ....	41
<b>Tabla 14.</b>	Concentración de K por el método clásico .....	49
<b>Tabla 15.</b>	Parámetros instrumentales optimizados para Absorción Atómica .....	50
<b>Tabla 16.</b>	Datos de la recta de calibrado de K sin sodio por absorción .....	51
<b>Tabla 17.</b>	Datos de la recta de calibrado de K sin sodio por absorción .....	52
<b>Tabla 18.</b>	Datos de la recta de calibrado de K sin sodio por emisión .....	54
<b>Tabla 19.</b>	Datos de la recta de calibrado de K con sodio por emisión 20/11/2009.....	56
<b>Tabla 20.</b>	Datos de la recta de calibrado de K con sodio por emisión 25/03/2010.....	58
<b>Tabla 21.</b>	Ecuaciones de las rectas obtenidas .....	59
<b>Tabla 22.</b>	Comprobación de concentraciones de K con y sin sodio.....	60
<b>Tabla 23.</b>	Ecuación de la recta de calibrado del 20/11/09 .....	63
<b>Tabla 24.</b>	Resultados de la determinación de K en muestras preparadas según la norma.....	63
<b>Tabla 25.</b>	Resultados de la determinación de K en muestras preparadas por el método directo (20/11/09).....	64
<b>Tabla 26.</b>	Ecuación de la recta de calibrado del 25/03/10 .....	64
<b>Tabla 27.</b>	Resultados de la determinación de K en muestras preparadas por el método directo (25/03/10).....	64
<b>Tabla 28.</b>	Concentraciones de potasio en mg/Kg (según la norma) .....	65
<b>Tabla 29.</b>	Concentraciones de potasio en mg/Kg (método directo).....	65
<b>Tabla 30.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal fina yodada grano fino “Super” .....	67
<b>Tabla 31.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal especial horneado Prorest.....	71
<b>Tabla 32.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal Costa con yodo y flúor. ....	75
<b>Tabla 33.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal Costa natural.....	79
<b>Tabla 34.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal Berisal. ....	82
<b>Tabla 35.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal de roca Carmencita.....	85
<b>Tabla 36.</b>	Datos de la recta de adición estándar de Sal Maldon.....	89
<b>Tabla 37.</b>	Concentraciones de potasio en mg/Kg (adición estándar).....	92
<b>Tabla 38.</b>	Peso de residuos obtenidos y valores medios .....	94
<b>Tabla 39.</b>	Concentraciones de los residuos en muestras. ....	94
<b>Tabla 40.</b>	Peso de residuos obtenidos y valores medios.....	96
<b>Tabla 41.</b>	Comparación rectas de calibrado. ....	98
<b>Tabla 42.</b>	Comparación de concentraciones de K con y sin sodio .....	98

<b>Tabla 43.</b> Parámetros optimizados.....	99
<b>Tabla 44.</b> Parámetros analíticos .....	99
<b>Tabla 45.</b> Concentraciones de K en mg/Kg (según la norma).....	100
<b>Tabla 46.</b> Concentraciones de potasio en mg/Kg(método directo).....	101
<b>Tabla 47.</b> Concentraciones de K por el método clásico.....	102
<b>Tabla 48.</b> Concentraciones de potasio en mg/Kg(adición estándar).....	102
<b>Tabla 49.</b> Concentraciones de K por el método clásico.....	104
<b>Tabla 50.</b> Concentraciones de K en mg/Kg (según la norma).....	104
<b>Tabla 51.</b> Concentraciones de potasio en mg/Kg(método directo).....	104
<b>Tabla 52.</b> Concentraciones de potasio en mg/Kg (según la norma).....	106
<b>Tabla 53.</b> Concentraciones de potasio en mg/Kg (método directo).....	106
<b>Tabla 54.</b> Concentraciones de potasio en mg/Kg (adición estándar) .....	106

# **ÍNDICE DE FIGURAS**



<b>Figura 1.</b>	Bureta de Mohr .....	20
<b>Figura 2.</b>	Componentes básicos de un sistema espectrométrico .....	31
<b>Figura 3.</b>	Espectrofotómetro Perkin-Elmer 2280.....	37
<b>Figura 4.</b>	Recta de calibrado de K sin sodio (Absorción Atómica).....	51
<b>Figura 5.</b>	Recta de calibrado de K con sodio (Absorción Atómica). ....	53
<b>Figura 6.</b>	Parámetros instrumentales optimizados para Emisión Atómica.....	54
<b>Figura 7.</b>	Recta de calibrado de K sin sodio (Emisión Atómica). ....	55
<b>Figura 8.</b>	Recta de calibrado de K con sodio (Emisión Atómica a 20/11/2009) .....	57
<b>Figura 9.</b>	Recta de calibrado de K con sodio (Emisión Atómica a 25/03/2010) .....	59
<b>Figura 10.</b>	Recta de adición estándar de Sal fina yodada grano fino “Super” teniendo en cuenta todos los puntos. ....	67
<b>Figura 11.</b>	Recta de adición estándar de Sal fina yodada grano fino “Super” teniendo en cuenta todos los puntos menos el primero.....	68
<b>Figura 12.</b>	Recta de adición estándar de Sal especial horneado Prorest teniendo en cuenta todos los puntos. ....	71
<b>Figura 13.</b>	Recta de adición estándar de Sal especial horneado Prorest quitando el último punto. ....	72
<b>Figura 14.</b>	Recta de adición estándar de Sal Costa con yodo y flúor teniendo en cuenta todos los puntos.....	75
<b>Figura 15.</b>	Recta de adición estándar de Sal Costa con yodo y flúor teniendo en cuenta los 3 primeros puntos. ....	76
<b>Figura 16.</b>	Recta de adición estándar de Sal Costa natural. ....	79
<b>Figura 17.</b>	Recta de adición estándar de Sal Berisal.....	82
<b>Figura 18.</b>	Recta de adición estándar de Sal de roca Carmencita teniendo en cuenta todos los puntos. ....	85
<b>Figura 19.</b>	Recta de adición estándar de Sal de roca Carmencita sin tener en cuenta los dos últimos puntos. ....	86
<b>Figura 20.</b>	Recta de adición estándar de Sal Maldon teniendo en cuenta todos los puntos. ....	89
<b>Figura 21.</b>	Recta de adición estándar de Sal Maldon teniendo en cuenta los 3 primeros puntos.....	90
<b>Figura 22.</b>	Comparación del residuo con el valor medio.....	95
<b>Figura 23.</b>	Comparación de la concentración de K y valores medios.....	96
<b>Figura 24.</b>	Concentraciones de K en muestras preparadas por ambos métodos. ....	101
<b>Figura 25.</b>	Comparación de las concentraciones de potasio entre el método clásico y adición estándar.....	103
<b>Figura 26.</b>	Comparación de las concentraciones de potasio entre el método clásico y espectroscopía atómica. ...	105
<b>Figura 27.</b>	Comparación entre las concentraciones de potasio por calibración externa y adición estándar. ....	107