

DETERMINACIONES GRAVIMÉTRICAS

Introducción.



El análisis gravimétrico, como su nombre lo sugiere, depende de medir la masa para determinar la cantidad original de analito (la especie que se analiza). Gracias a los adelantos tecnológicos para determinar el peso, la precisión de los análisis gravimétricos se encuentran en el orden de 0.1%. Sin embargo, es necesario tener un material de alta pureza y físicamente homogéneo para alcanzar este nivel de precisión en la práctica. La pureza química, homogeneidad del material que se pesa y el porcentaje de recuperación limitan la exactitud y precisión de los análisis gravimétricos.

El único equipo especial que se requiere para el análisis gravimétrico es una balanza con el grado de precisión deseada. Se trata de una de las técnicas analíticas más antiguas, se ha aplicado a numerosos elementos y compuestos desde mucho antes de que se dispusiera de otros métodos. Estas técnicas suelen ser muy exactas, pero también más tediosas que otros procedimientos.

El Dominio de aplicación del análisis gravimétrico es grande, entre los cationes que puede ser analizados por este método se encuentran: K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Ti^{4+} , VO_4^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ce^{4+} , Al^{3+} , Sn^{4+} , Pb^{2+} y NH_4^+ y entre los aniones están: Cl^- , Br^- , I^- , SCN^- , CN^- , F^- , ClO_4^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NO_3^- y CO_3^{2-} . Dado que la mayoría de los agentes precipitantes no son específicos, las condiciones experimentales deben controlarse con cuidado para precipitar selectivamente una especie en presencia de sustancias interferentes. Es común que las sustancias potencialmente interferentes deban separarse del analito antes del análisis.

Parte Experimental.

1.- Se determinará la cantidad total de sulfato en una muestra de suelo o la cantidad de níquel en una muestra de acero, la cual se hará por el método de precipitación como de Sulfato de Bario o Dimetilglioximato de Níquel respectivamente. El mismo se separa del licor madre, se lava, se seca, se calcina (dependiendo del caso) y se pesa.

2.- Los estudiantes determinarán el porcentaje de recuperación del método gravimétrico empleado, mediante replicas de un patrón de níquel o sulfato según sea el caso.

Nota:

Los procedimientos en detalle están descritos en la bibliografía mencionada.

Se acostumbra informar al estudiante del contenido aproximado de Sulfato y de Níquel en las muestras. Esto con la idea de el estudiante previamente pueda realizar los cálculos para determinar la cantidad de muestra a utilizar y la cantidad o concentración de los reactivos a emplear.

Los resultados deben ser expresados como porcentaje peso volumen del respectivo ion (como S o Ni). Las pipetas utilizadas para el análisis deben ser las previamente calibradas. Las determinaciones de masa se realizaran a peso constante (de 1 mg aprox).

Por otra parte, el estudiante al culminar la práctica del laboratorio debe entregar en una hoja con su nombre y el número de la muestra los resultados preliminares del peso de muestra utilizado y el peso de precipitados obtenidos (de las diferentes réplicas).

Conceptos que se deben manejar para la realización de la práctica:

Dominar los distintos errores que se puedan cometer en todo procedimiento de análisis. Estar en capacidad de evaluar estadísticamente los datos experimentales. Se adquirirá destreza en la manipulación de las balanzas de uso general en el laboratorio. Por otra parte debe dominar los conceptos para determinar la composición química a partir de las relaciones estequiométricas de las reacciones químicas. Así como conocer los métodos de cálculo por factor gravimétrico, empleado generalmente para la determinación de la concentración final. Resumen de los conceptos de interés:

•Solubilidad • K_{sp} . •Factores que afectan la solubilidad de un precipitado. •Procedimiento de precipitación. •Tipos de precipitados. Precipitación en medio homogéneo. •Filtrabilidad. •Suspensiones coloidales. •Doble capa eléctrica. •Crecimiento cristalino. •Nucleación •Sobresaturación relativa •Coprecipitación. •Floculación. •Oclusión. •Postprecipitación. •Peptización. •Adsorción. •Adsorción •Inclusión •Digestión. •Agente enmascarador. •Peso constante. •Calcinación. •Factor gravimétrico. •Efecto de la temperatura •Métodos de filtración. •Peso constante. •Porcentaje de recuperación. •Propiedades que deben cumplir las reacciones de precipitación. •Propiedades de los precipitados.

Bibliografía.

- Análisis Químico Cuantitativo, Daniel C. Harris, 1992. Tercera edición. Grupo Editorial Iberoamericana S.A., México D.F.
- Química Analítica Cuantitativa. R.A. Day JR y A. L. Underwood, 1989, Quinta edición. Prentice Hall. Mexico.
- Química Analítica Contemporánea. Rubinson, Rubinson, 2000, Primera edición, Pearson Education, México.
- Química Analítica. Skoog, West, Holler, 2000, Sexta edición, Mc graw Hill, Colombia.
- Fundamentos de Química Analítica, Skoog y West, 1983, Editorial Reverté, España.
- Estadística para Química Analítica, J.C. Miller y J.N. Miller, 1993, Segunda edición, Addison-Wesley Iberoamericana.