

## UNIDAD 3 METODOS GRAVIMETRICOS DE ANALISIS

Los métodos gravimétricos de análisis se basan en la medida del peso de una determinada cantidad de sustancia, la cual está íntimamente relacionada con el analito, los métodos gravimétricos de análisis comienzan y terminan con una pesada.

Los métodos gravimétricos se suelen efectuar por diferentes procedimientos como son: precipitación, volatilización, electrodposición.

- a. *Precipitación:* en este procedimiento la muestra una vez pesada y disuelta se hace reaccionar con una sustancia química llamada reactivo precipitante, originándose un precipitado, el cual posteriormente se separa por filtración, luego se lava, se seca y finalmente se pesa.
- b. *Volatilización:* en este procedimiento la muestra se convierte en un gas debido a la acción de una sustancia química o por efecto de una sustancia química o por efecto de un agente físico, resultando un residuo que se puede usar para efectos de cálculo.
- c. *Electrodposición:* consiste en determinar el peso sólido depositado en un electrodo, como resultado del paso de una corriente eléctrica a través de una solución en la cual está disuelto el analito.

### Clasificación de los precipitados.

De acuerdo al tamaño de las partículas que componen los precipitados, estos se clasifican en Coloidales, Cristalinos.

#### ***Precipitados coloidales:***

Son aquellos que están constituidos por partículas cuyo tamaño está comprendido entre  $10^{-4}$  y  $10^{-7}$  cm. Estas partículas por ser tan pequeñas logran atravesar los poros del papel de filtro haciendo difícil su proceso de separación.

#### ***Tratamiento de los precipitados coloidales***

Los precipitados coloidales son bastante difíciles de manejar debido al pequeño tamaño de partículas, por lo tanto para su trabajo se debe someter a una serie de tratamientos como son: coagulación, digestión, precipitación.

- ◆ **Coagulación:** es el procedimiento mediante el cual un precipitado coloidal se somete a un calentamiento con el fin de que las partículas pequeñas se junten entre sí adquiriendo un tamaño mayor y puedan ser separadas por filtración.
- ◆ **Digestión:** es el procedimiento por el cual un precipitado coloidal una vez coagulado se deja un rato dentro de una solución en caliente antes de proceder a su filtración.
- ◆ **Precipitación:** consiste en regresar nuevamente al estado coloidal al precipitado después de ser coagulado.

### ***Precipitados Cristalinos.***

Son aquellos que están formados por partículas de un tamaño mayor a  $10^{-4}$  cm, estas partículas por ser tan grandes pueden ser retenidas en los poros del papel de filtro pudiéndose separar por filtración, los precipitados cristalinos son los mas usados en el análisis gravimetrico.

### **Propiedades de los precipitados**

Un precipitado para poder ser usado en el análisis gravimetrico debe reunir ciertos requisitos como son: filtrabilidad, insolubilidad, estabilidad ambiental, composición química definida.

- ◆ filtrabilidad: esto implica que el precipitado se puede separar fácilmente por filtración usando los procedimientos normales, sin tener que acudir a procedimientos especiales.
- ◆ Insolubilidad: esto implica que el precipitado debe ser lo mas insoluble posible para evitar perdidas de el por efecto de lavado.
- ◆ Estabilidad ambiental: hace referencia a que el precipitado no debe reaccionar con los componentes del aire para evitar su transformación con otro compuesto.
- ◆ Composición química definida: nosotros como analistas no podemos proceder a ciegas, por lo tanto debemos conocer la composición química del precipitado formado ya que dicha composición se necesita para confeccionar el factor gravimetrico que tenemos que usar para efectos de cálculos.

### **Tamaño de partículas de los precipitados.**

El tamaño de las partículas que forman un precipitado esta asociado a una serie de factores físicos y químicos, procedimiento como son: temperatura, concentración, solubilidad, velocidad con que se mezclan los reactivos.

El efecto individual de cada uno de estos factores es muy difícil precisar por lo que investigadores que han trabajado en ellos optaron en unificar dichos efectos en términos de la llamada "sobresaturación relativa" (S.S.R) la cual se expresa de la manera siguiente.

$$S.S.R = \frac{Q - S}{S}$$

Q = concentración  
S = solubilidad en el equilibrio.

Cuando la S.S.R. toma valores pequeños se obtiene partículas de precipitado de tamaño grande, pero si la S.S.R. toma valores grandes se obtienen partículas de precipitado en un tamaño pequeño. En la practica lo que se hace es jugar con dicha relación de acuerdo a los que se desee.

## **Mecanismos de formación de partículas de los precipitados.**

Para explicar la formación de las partículas de los precipitados se han postulado dos mecanismos a saber: nucleación y crecimientos de partículas.

- ◆ *Mecanismos de nucleación:* este mecanismo consiste en que partículas de un tamaño pequeño comienzan a juntarse para formar otra de un tamaño más grande.
- ◆ *Mecanismos de crecimientos de partículas:* en este mecanismo de partículas formadas por el mecanismo de nucleación se sigue juntando hasta formar otras partículas de un tamaño considerable.

## **COPRECIPITACION**

Se entiende por coprecipitación el procedimiento por el cual sustancia que en condiciones normales deben quedar en la solución, son arrastrados junto con las partículas del precipitado formado. En la práctica el fenómeno de la coprecipitación se debe tratar de evitar al máximo ya que contribuye a la contaminación de los precipitados.

Entre las diferentes formas de coprecipitación se encuentran: atropamiento mecánico, formación de cristalin mixtos, oclusión.

- ◆ Tratamiento y manejo de precipitados.  
Los precipitados cristalinos una vez formados se deben tratar de forma cuidadosa durante cada uno de los pasos que entrañan el proceso como son la filtración, el lavado el cual se debe centrar a los volúmenes y cantidades expresadas en el método.  
El secado se efectuar en estufa a temperaturas entre 105 y 110°C durante aproximadamente 30 minutos, luego se procede a la calcinación en muflas cuando sea necesario o el enfriamiento para pesar hasta peso constante determinando así la cantidad del precipitado formado. También se puede utilizar las termobalanzas.

## **Aplicaciones de los métodos gravimétricos de análisis**

Mediante la aplicación de procedimientos gravimétricos de análisis se puede analizar diferentes tipos de análisis, usando para ello agentes precipitantes de origen orgánico.

*Los agentes precipitantes inorgánicos* tienen en su contra el hecho de que no son selectivos ya que precipitan al mismo tiempo una serie de analitos, teniéndose que proceder luego a la separación de ellos para su posterior cuantificación. Entre los agentes precipitantes inorgánicos más usados tenemos HCl; H<sub>2</sub>S; AgNO<sub>3</sub>; (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S;

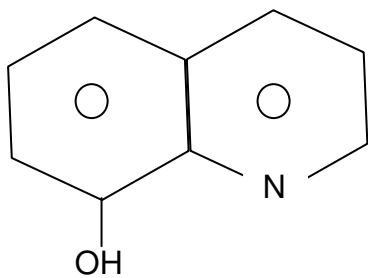
Por su parte *los agentes precipitantes orgánicos* son selectivos, es decir, ellos eligen al analito que van a precipitar dejando a los demás en la solución.

Los agentes precipitantes orgánicos se clasifican en dos grupos a saber:

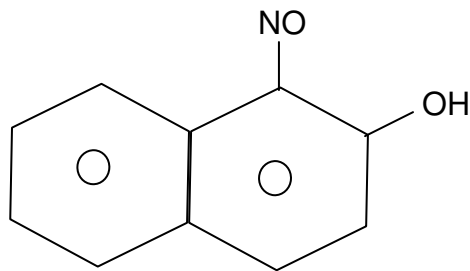
- ◆ Formadores de complejos insolubles llamados "Quelatos".
- ◆ Formadores de sales iónicas insolubles.

Entre los formadores de quelatos se encuentran el reactivo de OXINA que químicamente es 8- hidroxiquinolina el cual se usa para precipitar el magnesio.

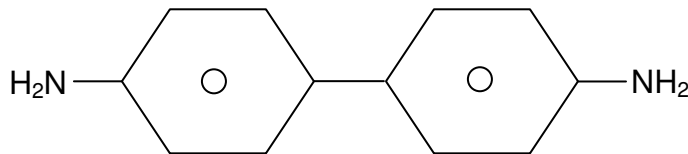
Otro reactivo de este tipo es el alfanistroso beta que se usa para cobalto; la dimetil glioxima que se usa para en níquel. Entre los precipitantes formadores de sales iónicas insolubles se encuentra la benzidina que precipita al ácido sulfúrico y a los sulfatos y el tetrafenil borato de sodio que se usa para precipitar el potasio.



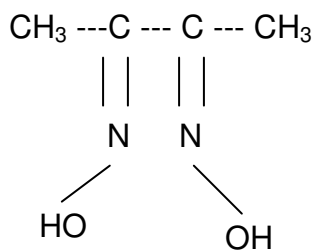
OXINA



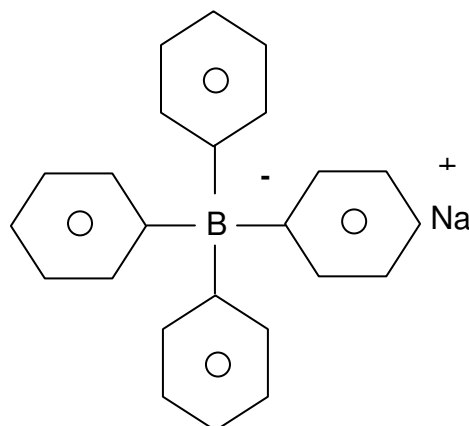
Alfa Nitroso  
Betanaftol



Benzidina



Dimetil Glioxima



Tetra Fenil Borato De Sodio

## Cálculos En El Análisis Gravimetrico

Los cálculos en el análisis gravimetrico se pueden hacer encaminados a obtener el peso del analito en Gms o en porcentaje, también se puede determinar su grado de dureza. Las expresiones usadas están basadas en la estequiometria de la reacción.

Gsm del A = P.P \* F.G    P.P= Peso del precipitado

$$F.G= \text{factor Gravimetrico} = \frac{\text{Peso formula de lo buscado}}{\text{Peso formulado de lo pesado}}$$

$$\% \text{ del A} = \frac{P.P * F.G * 100}{\text{Peso de muestra}}$$

### Ejercicio de aplicación

1. Una muestra que contiene cloruro y que peso 0.855g se trato con una solución de  $\text{AgNO}_3$  produciendo 0.545g de precipitado de  $\text{AgCl}$ . Calcular el porcentaje de cloruro en la muestra.
2. Un analista desea obtener un precipitado de  $\text{AgCl}$  de 0.455 usando una muestra que contiene 50% de cloruro. Diga que cantidad de muestra debe usar.
3. Una muestra que contiene azufre y que peso 0.585g se oxido y luego se precipito obteniéndose 0.655g de precipitado de  $\text{BaSO}_4$ . calcule el porcentaje de S, en la muestra.