

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

## INTRODUCCIÓN

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

*Se entiende por análisis gravimétricos el conjunto de técnicas de análisis en las que se mide la masa de un producto para determinar la masa de un analito presente en una muestra. Se cuentan entre los métodos más exactos de la Química Analítica Cuantitativa.*

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Los métodos gravimétricos revistan entre los más antiguos de la Química Analítica, pero mantienen su vigencia en la actualidad:

- Constituyen análisis claves en el control de calidad de medicamentos y otros productos de uso humano.
- Acoplados con métodos modernos de separación como la cromatografía de gases (se definirá posteriormente), y de detección constituyen una poderosa arma de doble propósito: análisis cualitativo y cuantitativo.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

## Clasificación:

- Métodos de precipitación: Se separa al analito de interés de la muestra mediante la formación de un precipitado insoluble.
- Métodos de volatilización: Se separa al analito mediante destilación o sublimación, para posteriormente:
  - Pesar el producto.
  - Medir la pérdida de peso de la muestra.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO



# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Requerimientos del producto ideal de la reacción de precipitación para el análisis:

- Muy insoluble.
- Fácilmente filtrable.
- Muy puro.
- Composición conocida y constante.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Productos de la reacción de precipitación:

- **Cristal:**

Cuerpo sólido de disposición geométrica de sus partículas constituyentes (átomos, moléculas, iones) que pueden crecer significativamente.

- **Coloides:**

Partículas, de naturaleza cristalina o no, cuyos diámetros oscilan entre 1 y 100 nm, que permanecen indefinidamente en suspensión y atraviesan la mayoría de los filtros.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

## Coloides:

- Suspensoides o coloides hidrófobos:  
Conocidos como soles, flocculan por la adición de un electrolito.
- Emulsoides o coloides hidrofílicos:  
Conocidos como geles, flocculan por la adición de grandes volúmenes de electrolitos. Suelen formar masa sólidas tipo “jaleas”.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Teoría de Von Weimann de la formación del precipitado:

- Sobresaturación:

Disolución que contiene una cantidad de soluto que rebasa la de su solubilidad de equilibrio.

- Sobresaturación relativa (I):

Diferencia entre las concentraciones instantánea (Q) y de equilibrio (S) de un soluto en una disolución, dividida entre S.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Etapas del proceso de formación del precipitado:

- Nucleación:

Se forman pequeños núcleos de precipitado, constituidos por pocas partículas (iones, átomos o moléculas) de la especie precipitada.

- Crecimiento:

A los núcleos previamente formados se agregan nuevas partículas.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

- Velocidad de nucleación:

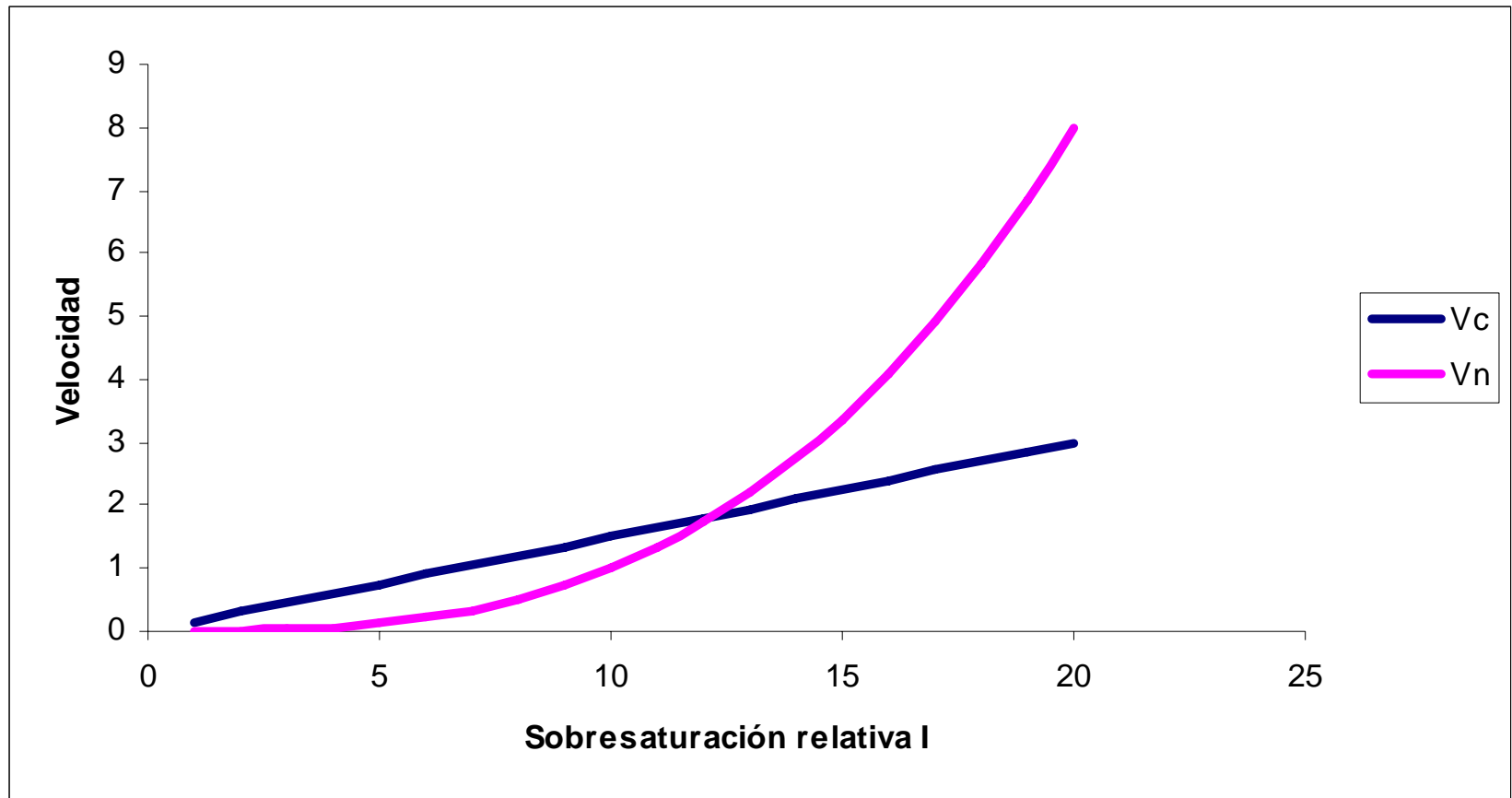
$$V_n = K (Q - S)^x \quad x > 1$$

- Velocidad de crecimiento:

$$V_c = KA (Q - S)$$

- $A$  = área superficial.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO



# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Medidas para favorecer el crecimiento de las partículas en un precipitado:

- Elevar la temperatura. Favorece termodinámicamente la solubilidad.
- Agregar el precipitante lentamente y bajo agitación. Evita la sobresaturación local.
- Preferir volúmenes grandes de disolución con baja concentración de analito y de precipitante.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Otros factores que afectan la solubilidad:

- pH:

- Efecto del ión común en especies formadas por hidrogeniones o iones hidróxido:



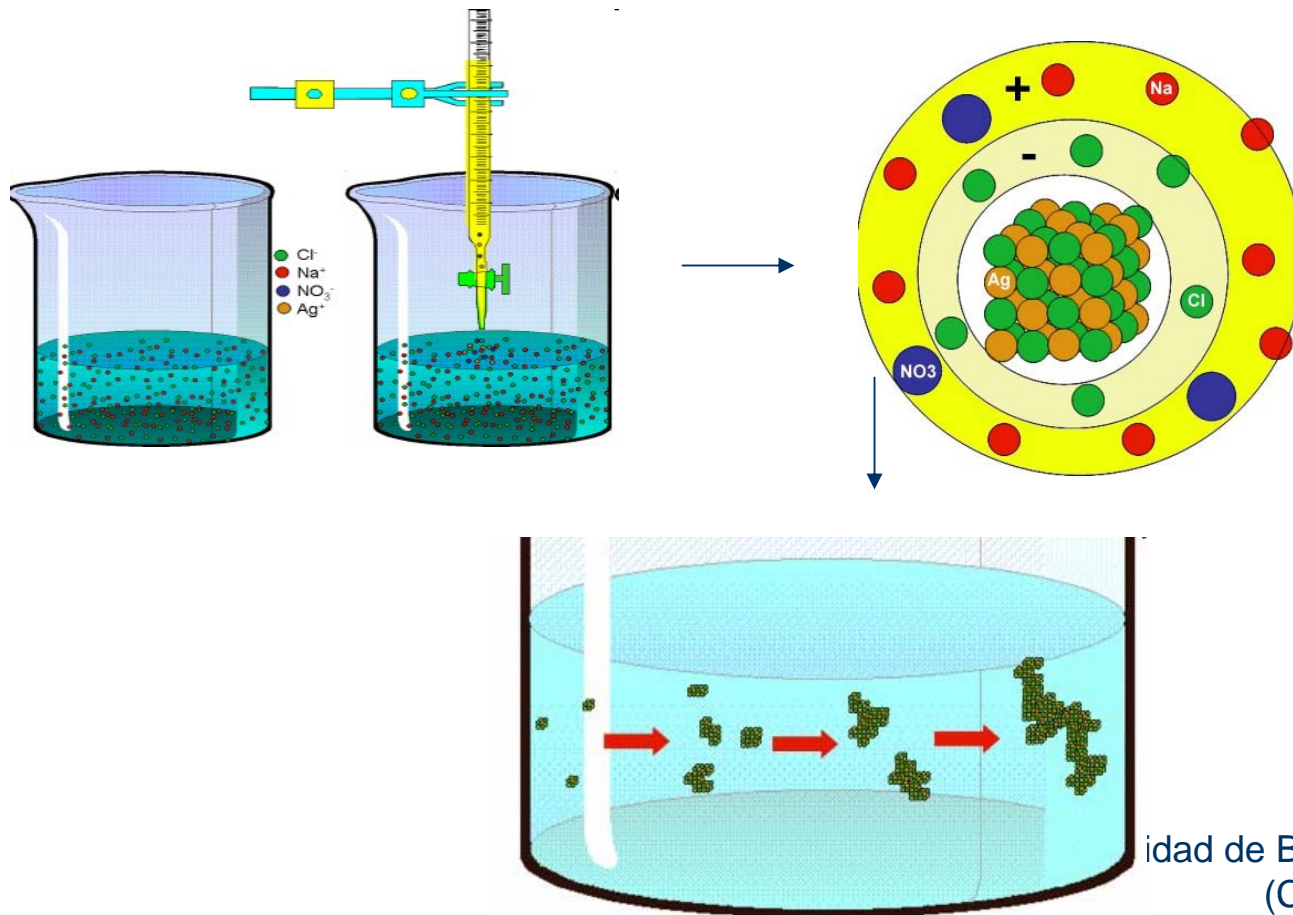
- Aniones o cationes constituyen bases o ácidos débiles:



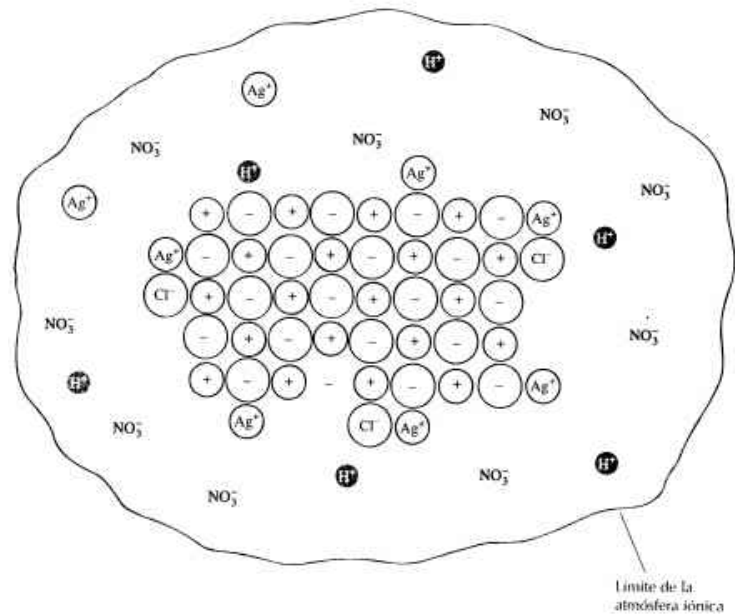
# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

- Efecto de ión común.
- Formación de iones complejos:
  - $\text{Al(OH)}_3 + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Al(OH)}_4^-$
  - $\text{AgCl} + \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{AgCl}_2^-$
- Composición del disolvente.
- “Rapidez” en la formación del precipitado.
- Concentración de electrolitos en las “aguas madres” (disolución en la que se forma un precipitado).

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO



# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO



# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

**Adsorción:** Proceso en el que una sustancia experimenta una unión física (electrostática) a una superficie.

**Doble Capa Iónica (o eléctrica):** Capa eléctrica formada por la carga de la superficie de una partícula coloidal y la capa de contra – ión de la disolución circundante.

**Capa de contra – ión:** Región de la disolución alrededor de una partícula coloidal cargada de iones con carga contraria a la de la superficie.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

La doble capa iónica impide la coagulación (floculación) de los coloides. El aumento de la concentración de electrolitos disminuye el grosor de la doble capa iónica, con lo que facilita la formación de agregados.

El aumento de la temperatura produce un aumento en la energía cinética de las partículas, con lo que aumenta la probabilidad de choques efectivos entre ellas.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Peptización: Proceso de resuspensión de un coloide coagulado.

Digestión: Proceso de calentamiento de un precipitado por un determinado periodo de tiempo (al menos una hora) en las aguas madres. Durante este tiempo el precipitado pierde agua y forma una masa más densa fácilmente filtrable.

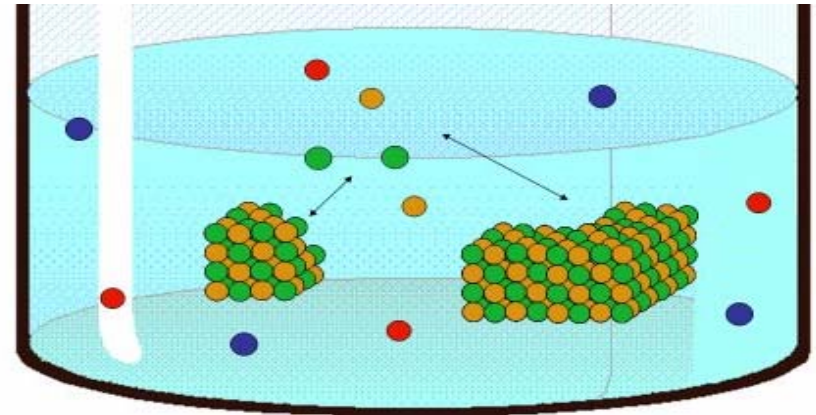
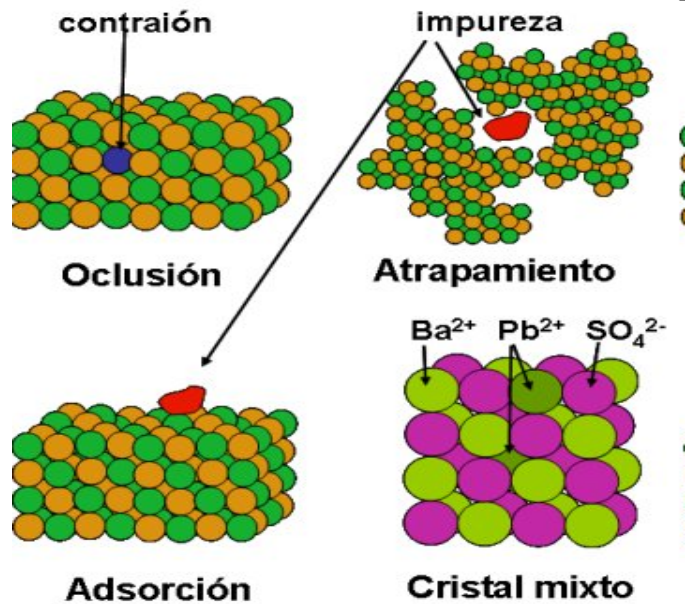
En precipitados cristalinos resulta favorable evitar la agitación durante la formación del cristal.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Coprecipitación: Compuestos que habitualmente son solubles, resultan arrastrados en la formación de un precipitado pueden ser:

- Oclusión.
- Atrapamiento o inclusión.
- Adsorción en la superficie.
- Formación de cristales mixtos.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO



# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

La coprecipitación suele ser una fuente de impurezas en el precipitado pesable y por tanto una fuente de error en el resultado.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Métodos para evitar o corregir errores derivados de la coprecipitación:

- Reprecipitación.
- Precipitación homogénea.
- Secado y calcinación.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

## ALGUNOS AGENTES PRECIPITANTES INORGÁNICOS

Agente precipitante	Elemento precipitado
$\text{NH}_3(ac)$	<b>Be</b> (BeO), <b>Al</b> ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), <b>Sc</b> ( $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ), <b>Cr</b> ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), <b>Fe</b> ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), <b>Ga</b> ( $\text{Ga}_2\text{O}_3$ ), <b>Zr</b> ( $\text{ZrO}_3$ ), <b>In</b> ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ), <b>Sn</b> ( $\text{SnO}_2$ ), <b>U</b> ( $\text{U}_3\text{O}_8$ )
$\text{H}_2\text{S}$	<b>Cu</b> (CuO), <b>Zn</b> (ZnO, o $\text{ZnSO}_4$ ), <b>Ge</b> ( $\text{GeO}_2$ ), <b>As</b> ( $\text{As}_2\text{O}_3$ , o $\text{As}_2\text{O}_5$ ), <b>Mo</b> ( $\text{MoO}_3$ ), <b>Sn</b> ( $\text{SnO}_2$ ), <b>Sb</b> ( $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , o $\text{Sb}_2\text{O}_5$ ), <b>Bi</b> ( $\text{Bi}_2\text{S}_3$ )
$(\text{NH}_4)_2\text{S}$	<b>Hg</b> (HgS), <b>Co</b> ( $\text{Co}_3\text{O}_4$ )
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	<b>Mg</b> ( $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), <b>Al</b> ( $\text{AlPO}_4$ ), <b>Mn</b> ( $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), <b>Zn</b> ( $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), <b>Zr</b> ( $\text{Zr}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), <b>Cd</b> ( $\text{Cd}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), <b>Bi</b> ( $\text{BiPO}_4$ )
$\text{H}_2\text{SO}_4$	<b>Li</b> , <b>Mn</b> , <b>Sr</b> , <b>Cd</b> , <b>Pb</b> , <b>Ba</b> (todos como sulfatos)
$\text{H}_2\text{PtCl}_6$	<b>K</b> ( $\text{K}_2\text{PtCl}_6$ , o Pt), <b>Rb</b> ( $\text{Rb}_2\text{PtCl}_6$ ), <b>Cs</b> ( $\text{Cs}_2\text{PtCl}_6$ )
$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	<b>Ca</b> (CaO), <b>Sr</b> (SrO), <b>Th</b> ( $\text{ThO}_2$ )
$(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$	<b>Cd</b> ( $\text{CdMoO}_4$ ), <b>Pb</b> ( $\text{PbMoO}_4$ )
HCl	<b>Ag</b> (AgCl), <b>Hg</b> ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ), <b>Na</b> (como NaCl en alcohol butílico), <b>Si</b> ( $\text{SiO}_2$ )
$\text{AgNO}_3$	<b>Cl</b> (AgCl), <b>Br</b> (AgBr), <b>I</b> (AgI)
$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	<b>Bi</b> ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ )
$\text{NH}_4\text{SCN}$	<b>Cu</b> [ $\text{Cu}_2(\text{SCN})_2$ ]
$\text{NaHCO}_3$	<b>Ru</b> , <b>Os</b> , <b>Ir</b> (precipitado como óxidos hidratados; reducido con $\text{H}_2$ al estado metálico)
$\text{HNO}_3$	<b>Sn</b> ( $\text{SnO}_2$ )
$\text{H}_5\text{IO}_6$	<b>Hg</b> [ $\text{Hg}_5(\text{IO}_6)_2$ ]
$\text{NaCl}$ , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	<b>F</b> (PbClF)
$\text{BaCl}_2$	$\text{SO}_4^{2-}$ ( $\text{BaSO}_4$ )
$\text{MgCl}_2$ , $\text{NH}_4\text{Cl}$	$\text{PO}_4^{3-}$ ( $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

## Aplicaciones:

- Determinación de lactosa en productos lácteos.
- Determinación de salicilatos en fármacos.
- Determinación de Fenolftaleína en laxantes.
- Determinación de Nicotina.
- Determinación de colesterol.

# MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS DE ANÁLISIS QUÍMICO

---

fin