ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO

Introducción:

Los métodos gravimétricos se basan en la determinación de masas. En los procedimientos directos, el analito a determinar es separado de los demás constituyentes de la muestra en forma de una fase pura que puede ser el analito como tal, o bajo la forma de un compuesto de estequiometría exactamente conocida y definida. Mientras que en los métodos volumétricos se adiciona una cantidad equivalente de reactivo con respecto al elemento a determinar, en gravimetría siempre se adiciona un exceso. Además en volumetría no se opera con el precipitado.

Para el desarrollo de procedimientos gravimétricos aceptables es imprescindible que el precipitado cumpla con los siguientes requisitos:

1- Deberá ser poco soluble, de tal forma que el analito a determinar precipite cuantitativamente. A los fines de disminuir los efectos de solubilidad el reactivo precipitante se agrega siempre en exceso. Además se deberá cuidar la textura y el tiempo de envejecimiento del precipitado.

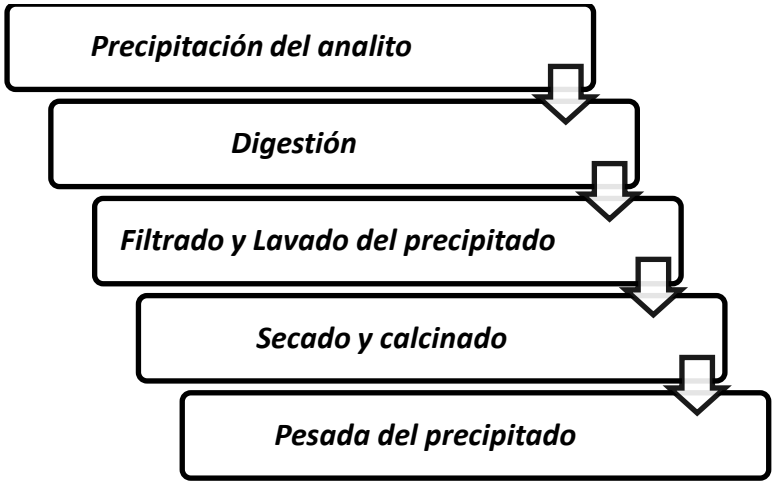
2- Deberá ser fácilmente filtrable. Esta cualidad depende de la naturaleza del precipitado (cristalino o coloidal). El tamaño de las partículas deberá ser tal que pueda ser retenida por el filtro en el proceso de filtración y en los lavados que se realizarán a continuación. Las ventajas que presenta un precipitado de granos gruesos es que no obtura los poros y no pasa a través del papel y, por otro lado al presentar menos superficie, se restringe el fenómeno de adsorción, lo que hace menor la impurificación del mismo.

3- Deberá tener una alta pureza, en lo posible debe estar libre de sustancias coprecipitantes y de insolubles provenientes de otros constituyentes de la muestra. Este es uno de los requisitos más difíciles de cumplir por lo que, a veces, se hace necesario la separación previa de los interferentes o su enmascaramiento.

4- Deberá tener una estequiometría conocida o ser susceptible de adquirirla mediante tratamientos adecuados, como calcinación.

Los cálculos pueden realizarse en base a la masa del analito aislado o bien de la masa del residuo remanente. Luego de la volatilización del producto que se esté determinando. La separación puede realizarse de diversas formas, y la clasificación de los métodos gravimétricos se basa en ellas.

Pasos a seguir en un análisis gravimétrico



Métodos por Precipitación*:* Se basan en la precipitación del analito a determinar bajo la forma de un compuesto escasamente soluble. Luego se determina la masa de este último o de la sustancia en la cual pueda ser ventajoso convertir la forma precipitada antes de pesarla. Con el conocimiento de las masas del componente y de muestra tomada, será posible calcular la concentración del analito en la muestra

Método por Volatilización o Desprendimiento*:*

a) Métodos directos: el analito a determinar se separa de la muestra como un gas, que se recoge sobre un absorbente particular, que absorbe en forma específica al analito. La diferencia de peso que experimenta el absorbente permite calcular la concentración del analito.
b) Métodos indirectos: Sobre una masa inicial conocida de muestra se procede a la volatilización del analito buscado. La diferencia de masa antes y después de la volatilización, nos permite calcular la concentración del analito en la muestra. Con este tipo de método es de fundamental importancia que solo se volatilice el analito en la muestra y que no se produzcan reacciones pirolíticas sobre el residuo. Cuando el componente a determinar no es volátil, se lo transforma en un compuesto volátil mediante una reacción adecuada y luego se opera como se ha descripto anteriormente. Se usan procedimiento de este tipo en determinaciones de sílice y de carbono en aceros:

$$SiO_2 + 4\ HF \longrightarrow SiF_4 + 2\ H_2O$$

$$C + O_2 \longrightarrow CO_2$$

Materiales utilizados en gravimetría

En la práctica de determinaciones gravimétricas se hace uso de una variada gama de materiales, de los cuales detallaremos los más importantes.

1-Filtración

Embudos*:* La manera más sencilla de efectuar las filtraciones en la práctica, consiste en verter la suspensión sobre un papel de filtro dispuesto correctamente en un embudo. Estos últimos tienen forma cónica, con un ángulo casi siempre de 60º y con paredes estriadas de forma de aumentar la superficie de filtración efectiva.

En cuanto al vástago, puede ser largo o corto, siendo el primer tipo el de uso más frecuente. El embudo una vez limpio, se coloca en un soporte adecuado y en su interior se dispone el papel conveniente para el caso, que se pliega siguiendo la secuencia dibujada en la figura 1.

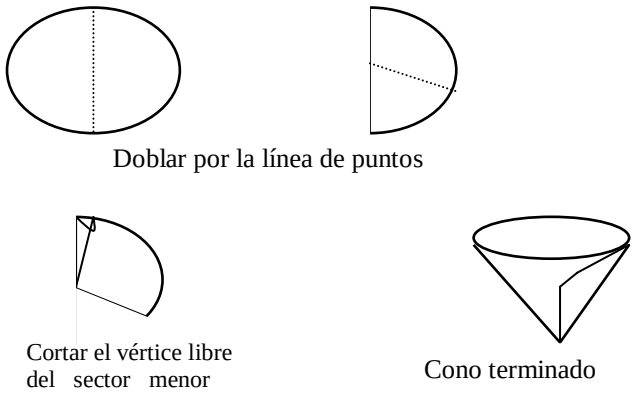


Figura 1 Plegado del disco de papel de filtro

El cono de papel una vez terminado se dispone dentro del embudo y se moja utilizando el chorro de agua destilada proveniente de una piseta. Es necesario que el vástago del embudo quede lleno de agua aún después de haberse vaciado la porción cónica, de forma que esa columna de agua, por efecto de su peso, acelere la filtración. El papel debe mantenerse adherido a la pared interna del embudo. El líquido que se filtra no deberá rebasar las dos terceras partes de la altura total del papel.

Según sea el tipo de precipitado a filtrar, el papel deberá satisfacer determinados requisitos, tales como la resistencia a los agentes químicos, la producción de baja cantidad de cenizas, etc. En general entre papeles de diferentes marcas comerciales se puede establecer una equivalencia como se detalla en la siguiente tabla.

Marca	Nº	Poro	Recomendado para:
Whatman	42	Fino	Precipitados muy finos
S&S	Banda azul	Fino	Precipitados muy finos
Munktell	OK	Fino	Precipitados muy finos
Whatman	40	Medio	Precipitados cristalinos
S&S	Banda blanca	Medio	Precipitados cristalinos
Munktell	OO	Medio	Precipitados cristalinos
Whatman	41	Grueso	Precipitados gelatinoso, cristalinos gruesos
S&S	Banda negra	Grueso	Precipitados gelatinosos

***Crisoles Filtrantes**:* Utilizando crisoles filtrantes se consigue a menudo un considerable ahorro de tiempo gracias a que permiten aplicar un vacío parcial, para acelerar el proceso de filtración. Entre los crisoles filtrantes comúnmente utilizados se encuentran:

a) Crisol de Gooch
b) Crisoles de vidrio sinterizado
c) Crisoles filtrantes de porcelana

2- Incineración

Crisoles de Porcelana: son los crisoles de uso general para la incineración de los precipitados. Se trata de materiales de costo relativamente bajo, que admiten calentamiento a temperaturas elevadas (≅1200º)

3- Desecadores: Los crisoles conteniendo precipitados secados o calcinados deben ser enfriados en atmósfera seca para prevenir la absorción de agua. El recipiente adecuado para este propósito es llamado desecador. Está comúnmente construido de vidrio y posee dos compartimentos: uno superior donde se colocan los crisoles, y uno inferior para el desecante. La tapa, de borde esmerilado, se ajusta perfectamente y para sacarla es necesario deslizarla horizontalmente. El borde esmerilado del desecador y el de su tapa se cubren ligeramente con vaselina o alguna grasa especial, para asegurar un buen cierre y un fácil deslizamiento.

***Desecantes**:* Para la carga de los desecadores, se utilizan sustancias, llamadas desecantes, que tienen la propiedad de absorber fuertemente el agua por medio de una acción química o física.

Ventajas y Desventajas

Esta técnica clásica de cuantificación ofrece una elevada exactitud y precisión, pero en general, se trata de procesos de medida química lentos y tediosos, que requieren una gran dedicación del operador.

APLICACIONES DEL ANALISIS GRAVIMETRICO

Determinación de calcio en leche mediante gravimetría de precipitación

Introducción

El calcio es el quinto elemento, en abundancia, en la corteza terrestre (3,6% en peso). No se encuentra en forma metálica sino formando diversas sales minerales, alguna de ellas bastante insolubles como el carbonato, el sulfato o el oxalato...El calcio es un elemento esencial para la vida humana; tal es así que en una persona adulta entre un 1,5 y un 2 % de su peso es calcio. El calcio corporal se concentra casi en un 90 % en huesos y dientes. Además, en el organismo humano el calcio participa en numerosos procesos como la coagulación sanguínea, la permeabilidad de las membranas, como regulador nervioso y neuromuscular, modulando la contracción muscular (incluida la frecuencia cardiaca), la absorción y secreción intestinal y la liberación de hormonas.

Se puede encontrar calcio en una gran variedad de alimentos. Los productos lácteos, los frutos secos y semillas (almendras, semillas de sésamo), las sardinas y las anchoas, los vegetales de hoja verde (espinaca, acelga, brócoli) son buenas fuentes de calcio. La mayoría de las harinas están fortificadas con carbonato de calcio, de modo que los productos de panadería pueden ser una buena fuente de calcio. Finalmente, el agua dura también aporta calcio.

La leche es la fuente principal de calcio en la dieta (un vaso aporta unos 250 mg) siendo, además, la materia prima principal para la elaboración de diversos derivados lácteos ricos en calcio como el queso o el yogur. Con un contenido aproximado de un 87 % de agua, la leche es una mezcla homogénea de diferentes sustancias, unas en emulsión, como las grasas, y , otras, en disolución como la lactosa, las vitaminas hidrosolubles, proteínas, sales, etc.

Existen diferentes técnicas para la determinación de calcio en alimentos, tales como la gravimetría, las volumetrías redox y de formación de complejos, la cromatografía iónica y la espectrofotometría de absorción atómica, la potenciometría directa, etc.

En esta práctica, la determinación de calcio en una muestra de leche se llevará a cabo mediante un análisis gravimétrico de precipitación. Previamente, se separará el calcio contenido en la leche del resto de los componentes para evitar posibles interferencias. Posteriormente, se procederá a la precipitación del calcio en forma de oxalato de calcio monohidratado por reacción con oxalato de sodio. Este producto se pesa, después de su filtración, lavado y secado, de manera que a partir del peso obtenido, y, conociendo la estequiometría de la reacción, será posible estimar el contenido en calcio de la leche.