

Gravimetría

- Se basa en las medidas de masa donde requiere fundamentalmente dos medidas experimentales
 - peso de la muestra analizada
 - peso del analito o de una sustancia de composición química conocida que contenga el analito

Tipos de análisis gravimétricos

- Volatilización- convertir un líquido o un sólido en vapor
- Precipitación- envuelve la precipitación cuantitativa de una sustancia poco soluble de una solución.
 - Agentes precipitadores
 - específico-son raros, reaccionan con una sola especie química
 - selectivo-es más común, reacciona con un número limitado de especies químicas

Gravimetría por precipitación

- Para que el precipitado pueda ser útil en gravimetría es necesario:
 - que sea insoluble en el medio en que se produce.
 - Que se pueda filtrar con facilidad
 - que sea puro y que tenga una composición constante y conocida.

Clasificación de las partículas del precipitado

- El tamaño de las partículas del precipitado es función de la naturaleza del precipitado y de las condiciones experimentales bajo las cuales se producen
- Por el tamaño, el precipitado puede ser
 - Coloidal
 - Cristalino

Tipos de precipitados

● Precipitado coloidal

- el tamaño es en el orden de micrometros(μm)
- No sedimentan
- no se pueden filtrar usando medios comunes de filtración

● Precipitado cristalino

- su tamaño es en el orden de milímetros(mm)
- sedimentan con facilidad
- se pueden filtrar usando una gran variedad de medios

Factores que determinan el tamaño de la partícula

- Solubilidad del precipitado en el medio
- temperatura
- concentración de reactivos
- rapidez con que se mezclan los reactivos
 - estos factores se pueden explicar en forma cualitativa asumiendo que el tamaño de las partículas es función de una propiedad llamada sobresaturación relativa

Sobresaturación relativa

$$\text{Sobresaturación relativa} = \frac{Q - S}{S}$$

Donde: S = solubilidad del precipitado en el medio
Q = concentración del soluto en cualquier instante en el medio

Variaciones con la sobresaturación

- Tamaño de las partículas

- Nucleación

- Crecimiento de las partículas

Sobresaturación relativa

- Tamaño de la partícula $\propto 1/S R$
 - SR grande – tamaño de la partícula es pequeño y el precipitado es coloidal
 - SR pequeña - tamaño de la partícula es más grande y el precipitado es cristalino.

Nucleación

- Es el número de iones o moléculas que se unen para formar una partícula que de por sí se distingue en la solución como una segunda fase. La precipitación ocurre por la formación de núcleos pequeños dando origen a un precipitado coloidal.
- Se favorece si la sobresaturación relativa es baja.

Crecimiento de las partículas

- Iones o moléculas se van uniendo a los núcleos previamente formados aumentando el tamaño de la partícula de precipitado.
- Predomina cuando la sobresaturación relativa es baja.

Manejo de los precipitados coloidales

Filtración-difícil

- coagulación-convertir a la suspensión coloidal en un sólido filtrable
 - calentando la solución
 - agitando vigorosamente la solución
 - añadiendo un electrolito fuerte a la solución
- En todos estos casos lo que hacemos es reducir el grosor de la doble capa.

Contaminación de precipitados

Los precipitados pueden contaminarse por coprecipitación

- Adsorción-principal fuente de contaminación
 - Digestión
 - Lavar el precipitado con un electrolito no volátil
- Formación de de cristales mixtos
 - Remover el ion que interviene
 - Utilizar un agente precipitador más selectivo
- Oclusión
 - Disminuir la velocidad de precipitación
- entrampamiento mecánico
 - Mantener una sobresaturación baja
 - digestión

Precipitación homogénea

- Consiste en producir el precipitado por medio de una reacción química que produce el agente precipitador.
- Produce precipitados puros y cristalinos

Tratamiento de un precipitado después de filtrarlo

- Calentamiento en un horno o flama
 - Secarlos
 - Remover electrolitos volátiles
 - Cambiar la composición del precipitado a un compuesto de composición química definida
 - Incinerar el papel de filtro
- Calcular el % de analito en la muestra

Repaso de conceptos

Unidades de masa

- g, Kg, mg
- Mol
- Masa molar

Relaciones estequiométricas

- Determinación de las cantidades relativas de reactivos o productos envueltos en una reacción química

Cálculos en gravimetría

● Resultados se determinan a partir de

- masa de la muestra
- masa del producto de composición conocida

● Concentración de producto se expresa en porcentaje de analito

$$\% \text{ Analito} = \frac{\text{masa del analito}}{\text{masa de muestra}} \times 100$$

Masa del analito se determina
de la masa del producto o ppt.
Por el factor gravimétrico

Factor gravimétrico = relación de moles y
peso fórmula del producto y analito

Una muestra de 0.5250 g que contiene pirita de hierro FeS_2 (119.97 g/mol) se oxida precipitando el sulfato como BaSO_4 (233.39 g/mol). Si se obtiene 0.4200 g de sulfato de bario determine el % de pirita de hierro en la muestra.

$$0.4200 \text{ g BaSO}_4 \left(\frac{1 \text{ mol BaSO}_4}{233.39 \text{ g BaSO}_4} \right) \left(\frac{1 \text{ mol FeS}_2}{2 \text{ mol BaSO}_4} \right) \left(\frac{119.97 \text{ g FeS}_2}{1 \text{ mol FeS}_2} \right)$$
$$= 0.1079 \text{ g FeS}_2$$

$$\% \text{ FeS}_2 = \frac{0.10796 \text{ g}}{0.5250 \text{ g}} \times 100$$
$$= 20.56 \%$$

Una muestra de 1.1402 g que contiene cloruro se disolvió en medio ácido y luego se le añadieron 0.6447g de MnO₂ (86.94g/mol) dando lugar a la siguiente reacción:



Después de completarse la reacción, el exceso de MnO₂ se lavó y se secó obteniéndose 0.3521g. Expresa el resultado de este análisis en términos del % KCl (74.551g/mol)

$$\begin{aligned} \text{MnO}_2 \text{ que rxn} &= 0.6447\text{g} - 0.3521\text{g} \\ &= 0.2926\text{g MnO}_2 \end{aligned}$$

$$\text{g KCl} = ? \qquad \text{g muestra} = 1.1402\text{g}$$

$$= 0.2926\text{g MnO}_2 \left(\frac{1\text{mol MnO}_2}{86.94\text{g MnO}_2} \right) \left(\frac{2\text{moles Cl}}{1\text{mol MnO}_2} \right) \left(\frac{1\text{mol KCl}}{1\text{mol Cl}} \right) \left(\frac{74.551\text{g KCl}}{1\text{mol KCl}} \right)$$

$$= 0.5018 \text{ g KCl}$$

$$\% \text{KCl} = \frac{0.5018 \text{ g}}{1.1402 \text{ g}} \times 100 = 44.01\%$$