

QUÍMICA ANALÍTICA CUANTITATIVA

QUÍMICA ANALÍTICA.- Definición:

Es la ciencia que estudia los métodos y las técnicas que se emplean para determinar la composición de una sustancia que llega al laboratorio con el nombre de muestra.

Comprende no solo las técnicas manipulables, sino también las consideraciones teóricas en que se fundamentan las separaciones, detecciones y medidas.

Hay que tener en cuenta que la característica química completa de la composición de una sustancia debe comprender tanto la información cualitativa como la cuantitativa.

DIVISIÓN

Según el tipo de información que se busque en el análisis, a la química analítica se le divide en:

Química analítica cualitativa

Química analítica cuantitativa

Química analítica cualitativa.- Definición:

Es la parte de la química analítica que enseña la manera de descubrir o identificar los componentes que constituyen una muestra dada de una sustancia.

Es decir es la ciencia que determina la naturaleza o la clase de constituyentes que integran una sustancia.

Sus resultados se expresan en palabras, nombres o símbolos de las clases o agrupaciones especiales de átomos, iones o moléculas.

Por ejemplo. Calcio, Ca , Ca ++ , CaCl₂ , proteínas, grasas, carbohidratos, glucosa, etc.

Química analítica cuantitativa.- Definición:

Es la parte de la química analítica que determina la cantidad en que se encuentran presentes los diferentes componentes de una muestra dada de una sustancia.

Es decir es la ciencia que determina la proporción en que se hallan los constituyentes de una sustancia.

La información obtenida en un análisis cuantitativo se expresa en números, con la indicación de las unidades que estos números representan.

Por ejemplo: NaCl = 2.84 gr.% ; Fe₂ O₃ = 0.48 mgr.%.
K₂ SO₄ = 2.p.p.m. ó 2mgr. por mil
Solución de Na OH 0.1000 N = 12.5 mls.

De ordinario la identificación cualitativa ha de preceder a la determinación cuantitativa, por que los resultados de la primera sirven para la selección del método y el procedimiento que ha de emplearse en la cuantificación.

Cuando no se conoce la naturaleza composición e una muestra es necesario

realizar el análisis cualitativo, previo al análisis cuantitativo, a fin de que los resultados sean lo más satisfactorios posibles, pues un buen análisis cuantitativo depende en gran parte de los constituyentes presentes en la muestra; tanto de la naturaleza de cada uno de ellos así como de sus cantidades relativas.

Hay que tener presente así mismo que el análisis cuantitativo, es a su vez influenciado en sus resultados por la presencia de sustancias interferentes y por la proporción en que éstas se encuentren.

Los Principios y las relaciones químicas en que se basa el análisis cualitativo y el cuantitativo son los mismos, pero con la diferencia que en el caso del análisis cuantitativo se debe trabajar con más cuidado, a fin de lograr una separación más completa de los componentes a cuantificar y para lo cual se debe prestar la debida atención y cuidado en las mediciones finales, así como en las condiciones de trabajo.

Por ejemplo: En el caso de practicar una precipitación cuantitativa es necesario ver que toda la sustancia a analizar precipite y para lograr esto es conveniente controlar los diferentes factores que en ella intervienen, tales como cantidad conveniente de reactivo precipitantes, temperatura, acidez, pH, etc. para evitar de esta manera errores en la medición final.

En el caso de una volumetría por ejemplo, se debe hacer una lectura correcta del volumen gastado del reactivo que se utiliza; así como poner la atención debida en el viraje del indicador que se emplea.

Debemos tener presente que como las sustancias interferentes tienden a causar error es conveniente lograr su eliminación o evitarlas a fin de obtener resultados confiables.

Por ejemplo: Los sulfatos los cuantificamos bajo la forma de BaSO_4 en medio ácido clorhídrico; pero hay que tener presente que en un medio demasiado ácido el BaSO_4 se redisuelve, por eso es conveniente que se controle el pH para lograr su correcta precipitación y de esta manera evitar la interferencia de la excesiva acidez.

MÉTODOS ANALÍTICOS.- Clasificación:

Teniendo en cuenta la naturaleza de la medición final empleada en el análisis cuantitativo, los métodos analíticos se pueden clasificar de la siguiente manera:

I.- Métodos Gravimétricos:

Medición final es la pesada de un compuesto sólido que contiene la especie buscada.

- 1.- Métodos por precipitación
- 2.- Métodos por Electrodeposición

II.- Métodos Volumétricos:

Medición final, es la medida de un volumen.

1.- Métodos con Indicadores:

Medida de un volumen de solución reactivo que equivale a la sustancia buscada.

2.- Métodos gasométricos:

Medida de un volumen de gas resultante de reacciones químicas.

III.- Métodos Electroanalíticos:

Medición final es la medida de una propiedad eléctrica.

1.- Métodos Potenciométricos:

Miden variaciones de potencial electrónico.

2.- Métodos Conductimétricos:

Miden la conductividad eléctrica de una solución.

3.- Métodos Amperométricos:

Miden el amperaje.

IV.- Métodos Ópticos:

Medición final es la medida del comportamiento de la energía radiante.

1.- Métodos Colorimétricos:

Miden la radiación absorbida por la especie buscada.

2.- Métodos Espectrofotómetros:

Miden la radiación absorbida por la especie buscada.

3.- Métodos Polimétricos:

Miden la rotación del plano de luz polarizada.

4.- Métodos Refractométricos:

Miden el Índice de Refracción de una solución de la sustancia buscada.

De todos estos métodos, los métodos gravimétricos de precipitación y los métodos volumétricos con indicadores son los llamados métodos clásicos, los demás corresponden a los llamados métodos instrumentales de Análisis.

ANÁLISIS CUANTITATIVO.- CLASES:

Según el material que se analiza el análisis cuantitativo puede ser:

1.- Análisis Inorgánico:

El que se practica sobre materiales análisis inorgánicos. Por ejemplo. La cuantificación de cobre en un mineral.

2.- Análisis Orgánico:

El que se realiza sobre sustancias orgánicas. Por ejemplo. Cuantificación de proteínas en un alimento, el dopaje de Hierro en la sangre.

Considerando el número de componentes a determinar se clasifican en:

1.- Análisis Parcial:

Cuando es suficiente cuantificar solamente uno o unos cuantos componentes de una sustancia examen. Por ejemplo. La cuantificación de Cobre y Plata en la muestra de un mineral.

2.- Análisis Completo:

Involucra la determinación de todos los componentes de la sustancia análisis. Atendiendo a la cantidad de muestra a tomar, el análisis puede ser:

1.- Macroanálisis:

Cuando se trabaja por lo menos con 0.1 grs. de muestra y más.

2.- Semi microanálisis:

Cuando el tamaño de la muestra queda en el intervalo aproximado de 0.01 a 0.1 grs.

3.- Microanálisis:

Denota en general que la muestra pesa entre: 0.001 a 0.01 grs.

A esta clase de análisis también se le conoce con el nombre de Análisis al

miligramo.

4.- Ultra Microanálisis:

Es el practicado con una muestra que pesa menos de 0.001 grs. Se le conoce también con el nombre de Análisis al microgramo.

Este análisis se aplica a la determinación de sustancias trazas en muestras grandes o el análisis de muestras muy pequeñas.

Aunque es difícil generalizar, se ha hallado que para determinaciones macro y semimicro analíticas, son mas útiles los métodos gravimétricos; mientras que en los procedimientos volumétricos son por igual convenientes para las determinaciones macro, semimicro y microanalíticas.

La mayoría de las determinaciones en la escala ultramicro analítica se efectúan por métodos Instrumentales.

La cantidad de componente a cuantificar que se encuentra presente en la muestra, tiene importancia tanto en la selección del método analítico, así como en la cantidad total de la muestra a emplear.

Un componente mayor en términos generales es el que se encuentra entre el 0.01 a 1% de la muestra y un componente presente en cantidades menores del 0.01 % se le llama componente en indicios o trazas.

La mayoría de los procedimientos volumétricos y gravimétricos se prestan mejor para la determinación de componentes mayores y menores. Mucho de los métodos eléctricos y de energía radiante son adaptables a las determinaciones de componentes mayores, menores y en indicios.

El tamaño de la muestra a tomar para un análisis depende no sólo de la escala del análisis que se vaya a utilizar, sino también del contenido del constituyente a determinar.

Por ejemplo. Si se utilizan métodos macro analíticos, la determinación de un componente mayor exigirá muestras que oscilen entre 0.1 a 1 gr. mientras que el análisis de un constituyente menor exige muestras de 1 a 10 gr.

Para los constituyentes menores y para los componentes trazas, es con frecuencia practico tomar una macro muestra, para realizar la medida final por un método micro o semimicro.

En cualquier escala de trabajo los constituyentes mayores se determinan con más exactitud que los menores.

IMPORTANCIA DE LA QUÍMICA ANALITICA CUANTITATIVA

La química analítica es muy importante pues mediante su aporte se puede conocer la composición o naturaleza química de todo lo que nos rodea, es decir la naturaleza mineral, vegetal, animal, humana, los astros etc. siendo esta razón el por que todo investigador de las ciencias químicas tiene que recurrir al uso del método analítico cualitativo y cuantitativo.

Se puede decir que el desarrollo de la Química como ciencia ha descansado siempre en los resultados de observaciones analíticas cuantitativas. Este criterio se aplica

a todas las ciencias afines tales como la Bromatología, Toxicología, Farmacognosia, Bioquímica, Mineralogía, etc.

El análisis cuantitativo es indispensable en una gran variedad de áreas ocupacionales tales como el área técnica, comercial, científica etc. así tenemos por ejemplo en la agricultura, alimentos, medicina, minería, metalurgia, suministro de agua, productos manufacturados etc.

No hay ningún material relacionado con la vida moderna en que la Química Analítica Cuantitativa no tome parte. Por ejemplo, los médicos utilizan los resultados de los análisis clínicos, como ayuda para el diagnóstico y muchos de estos análisis se basan precisamente en técnicas analíticas cuantitativas.

PROCESO ANALÍTICO

Para poder cumplir con los objetivos de un proceso analítico, es necesario tener en cuenta lo siguiente:

1.- Estar debidamente informado sobre el método analítico a emplear; conocer los principios en que se basa, las reacciones químicas que tienen lugar, es decir conocer el fundamento del método y la debida aplicabilidad de la técnica analítica a emplear.

2.- Apreciar las limitaciones del método y la magnitud de los posibles errores.

3.- Adquirir la adecuada habilidad manual en el uso de los reactivos, del material del laboratorio, de los instrumentos analíticos de medición, así como rapidez en la aplicabilidad de las técnicas de análisis a realizar, pero sin desmedro de la exactitud.

4.- Habituarse a registrar todos los datos experimentales y matemáticos en una libreta apropiada.

5.- Ser capaz de encontrar en la bibliografía disponible, cualquier dato relacionado con el método analítico.

6.- saber realizar cálculos con los datos experimentales obtenidos y poder sacar conclusiones.

ETAPAS DE UN ANÁLISIS

Cualquiera sea el método a utilizar en un análisis químico cuantitativo, ya sea por los métodos clásicos o por los métodos instrumentales, casi todos en forma general requieren de procedimientos preparatorios comunes.

Entre estos pasos preparatorios podemos citar los siguientes:

1.- TOMA DE MUESTRA:

Para que un análisis refleje fielmente la composición del total del material que se analiza, la muestra a emplear debe ser representativa de ese total.

Resulta un poco difícil tomar muestras representativas, si el total de ésta es grande y no homogénea. Por ejemplo cuando se trata de un gran tonelaje de mineral de hierro y se desea hacer un análisis de ese total y si tenemos presente que en el laboratorio sólo se reciben unos cuantos kilogramos de muestra y en el análisis propiamente dicho sólo se trabaja con gramos o cantidades menores, se complica más aún la operación de la Toma de Muestra.

Sin embargo con el objetivo de evitar errores como consecuencia de una mala toma de muestra, existen ciertas reglas para realizar la toma de muestra para cada caso

en particular.

Por ejemplo en los líquidos y las suspensiones, éstos se agitan completamente a fin de uniformizar el total y luego se toma la muestra en frascos de vidrio debidamente limpios y secos. La cantidad a tomar depende de la clase de análisis a efectuar.

Para sólidos contenidos en recipientes o en sacos; tomar la muestra de la parte superior, inferior, intermedia y de los extremos derecho e izquierdo.

Para los sólidos a granel, usar el método del cuarteo.

Para muestras envasadas, se recomienda usar también el método del cuarteo.

2.- PREPARACIÓN DE LA MUESTRA:

Comprende: a.- La uniformización
 b.- La desecación

Uniformización:

Tomada la muestra, ésta debe llevarse a una forma adecuada para poder practicar en ella el análisis; por lo general la forma más conveniente es aquella que la presenta en solución. Para esto tenemos que los sólidos deben ser uniformizados siguiendo el método del cuarteo, que en este caso consiste en sucesivas mezclas, trituraciones y tamizados con el fin de obtener partículas cada vez más pequeñas, y con lo que se logra facilitar la solubilidad.

En este caso la muestra es dividida cada vez en cuartos, se toman los cuartos opuestos, se les mezcla, nuevamente se tritura y tamiza y así se continúa a fin de obtener partículas de tamaño adecuado que permitan su fácil solubilidad.

Desecación:

Otra operación preparatoria importante es la desecación, que tiene por finalidad eliminar la humedad que puede haber absorbido la muestra y que podría dar lugar a que se altere su composición química y a su vez también con el objeto de poder obtener resultados uniformes, lo que se logra practicando el análisis sobre la muestra previamente deseada y refiriendo los resultados igualmente a muestra seca.

La temperatura a emplear puede ser de 60°C a 110°C, dependiendo ésta del tipo de muestra. Si el calor alteraría la muestra se recomienda el uso de sustancias desecantes como el CaO, silicagel, H₂SO₄ d = 1.84 etc.

Se suelen emplear en la desecación, estufas corrientes, estufas a vacío ó también desecadores.

3.- PESADA:

Para esta operación se utiliza la Balanza Analítica, con sensibilidad al décimo miligramo = 0.1 mgr. ó 0.0001 gr.

Los resultados analíticos cuantitativos, generalmente se expresan en términos relativos, es decir dando la composición en forma porcentual ya sea en peso por peso P/P ó peso por volumen P/V de la muestra.

Por lo tanto para poder expresar los resultados de manera significativa es

necesario conocer el peso de la muestra sobre la cual se realiza el análisis, luego conocer el peso de la especie química buscada existente en ese peso o volumen de muestra y luego se hace la relación a 100 para obtener el porcentaje.

4.- DISOLUCIÓN:

La mayoría de los análisis químicos, se practican sobre soluciones de la sustancia que se analiza y entonces la elección del disolvente a utilizar adquiere gran importancia, así como la del procedimiento a seguir a fin de obtener la disolución.

En la elección del disolvente hay que tener en cuenta lo siguiente:

- 1.- Que los disolventes en general son capaces de disolver todos los componentes de la muestra y no solamente al constituyente que se va a cuantificar.
- 2.- Un buen disolvente es aquel que es capaz de disolver toda la muestra en un periodo de tiempo razonable y sin producir interferencias en los pasos siguientes del análisis; en el caso de dar lugar a interferencias estas deben ser fáciles de eliminar.

Entre los disolventes que se suelen emplear con mayor frecuencia tenemos:

Disolventes inorgánicos: Agua, ácidos, bases, etc.

Disolventes orgánicos: Alcohol, éter, cloroformo, benceno, hexano, etc.

Disolución de la muestra ----- Solvente apropiado

Muestra + Disolvente ----- Procedimiento
Disolución

a.- Sustancia + Agua ----- Frío
Solución acuosa de la muestra
Calor
Agitación

Por ejemplo: NaCl, Na₂SO₄, MgSO₄, etc.

b.- Disolventes ácidos:

Los más empleados son el HCl, HNO₃, H₂SO₄, etc.

Sustancia + Ácido ----- Frío
mineral ----- Solución ácida de la muestra
Calor
Agitación

A los ácidos también se les suele emplear bajo la forma de disoluciones ácidas que pueden ser al 2%, 5%, 10%, etc.

Agua + Ácido ----- Solución acuosa ácida de la Sustancia
Agitación

Sol. Acuosa ácida + Sustancia ----- Sol. Acuosa ácida de la sustancia

c.- Disolventes Bases:

Las más empleadas son el NaOH; KOH, NH₄OH etc. y se les suele usar en la generalidad de los casos como soluciones acuosas que pueden ser del 2%, 5%, 10% etc.

Agua + Bases ----- Sol. Acuosa básica
Agitación

Sol. Acuosa básica + Sustancia ----- Sol. acuosa básica de la sustancia

d.- Disolventes orgánicos:

Sustancia + Alcohol ----- Solución Alcohólica
Sustancia + Éter ----- Solución Etérea
Sustancia + Cloroformo ----- Solución Clorofórmica de la Muestra

5.- SEPARACIÓN DE SUSTANCIAS INTERFERENTES:

Se denominan sustancias interferentes a aquellas que en mayor o en menor grado dificultan un proceso analítico.

Casi no hay propiedades químicas o físicas sean exclusivas para una especie o sustancia química determinada, por ésta razón las reacciones que se utilizan en el análisis son comunes para un grupo de elementos o sustancias químicas.

Esta carencia de especificidad dificulta la realización del proceso analítico y es uno de los problemas más difíciles que debe afrontar el analista y es el que lo obliga a idear y aplicar métodos de separación de las interferencias antes de llegar a la medición final.

Para la separación de las interferencias se pueden usar métodos tales como la precipitación, la extracción por cambio de disolvente, la cromatografía por intercambio iónico etc.

Por ejemplo si es una muestra que contiene a la vez Ag y Pb; deseamos cuantificar tan solo la Ag; si precipitamos a esta con HCL, tendremos que precipitar los dos componentes, obteniendo en la pesada un dato erróneo por exceso.

Ag + HCL -----AgCL precipitado
Pb + HCL -----PbCL₂ precipitado

En este caso hay que separar primero el plomo mediante un procedimiento específico, para luego después recién hacer la precipitación final de la Ag con HCL obteniéndose solo precipitado de AgCL, que es lo que nos interesa en este caso.

6.- MEDICIÓN FINAL:

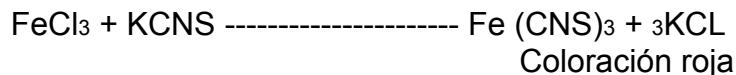
Todos los pasos anteriores son preparatorios, para llegar al término del análisis, mediante la reacción química principal y luego la medición final y la que debe ser un fiel reflejo de la cantidad existente de la sustancia química a ser cuantificada. La reacción química principal trae consigo un cambio físico o químico en el sistema, el cual es medible, ya que puede ser una coloración, precipitación, cambio de pH etc.

Este paso como los precedentes son de gran importancia ya que todos ellos tienen

como objetivo fundamental, la medición final, con instrumentos apropiados como la balanza analítica y la bureta en los llamados métodos clásicos tales como la gravimetría y volumetría o el potenciómetro, fotocolorímetro, espectrofotómetro etc. en los métodos instrumentales de análisis.

Por ejemplo en la cuantificación de Fe por método colorimétrico, la reacción química principal da lugar a la obtención de una coloración roja que es medible en el fotocolorímetro.

Reacción química principal:



7.- CÁLCULOS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS:

Los valores numéricos obtenidos en los resultados experimentales, necesariamente tienen que guardar relación con la cantidad de la sustancia química cuantificada, presente en la muestra.

El resultado obtenido debe relacionarse en primer lugar con el peso de la muestra y luego con 100 para obtener el porcentaje, que es la forma en que generalmente se expresan los resultados analíticos.

Por ejemplo, si en una muestra de 1.235 gr. se ha obtenido 0.0253 grs. de la sustancia química a cuantificar, se hará el siguiente planteo:

$$\begin{array}{r} 1.235 \text{ gr. Mtra} \text{ -----} 0.0253 \text{ grs. sust. quim.} \\ 100 \text{ grs. Mtra.} \text{ -----} x \end{array}$$

$x = 2.04 \%$

Luego el resultado es de: 2.04 %

También se puede hacer una indicación referente a la aproximación y al grado de confianza que se puede otorgar al resultado obtenido en el análisis.

Por ejemplo, se puede dar al resultado una aproximación de +- 0.05 %, para una confianza del 95 %, y el resultado quedaría expresado en la siguiente forma:

$$2.04 \% \pm 0.05 \%$$

Se le interpreta de esta manera:

Podemos afirmar que existe una probabilidad del 95 %, que el valor verdadero de este análisis, se encuentre entro del intervalo de +- 0.05 % alrededor de 2.04 %.

Esto es en el intervalo de 1.99 ----- 2.09

La apreciación de los factores que pueden influir en cada uno de los pasos de un análisis cuantitativo, así como la interpretación de los resultados obtenidos requiere del debido conocimiento del método empleado, con todas sus implicancias, así como información pormenorizada de la sustancia análisis.

Interpretar un resultado significa saber darle el uso apropiado, en base al conocimiento de lo que nos indica o sugiere el valor obtenido.