

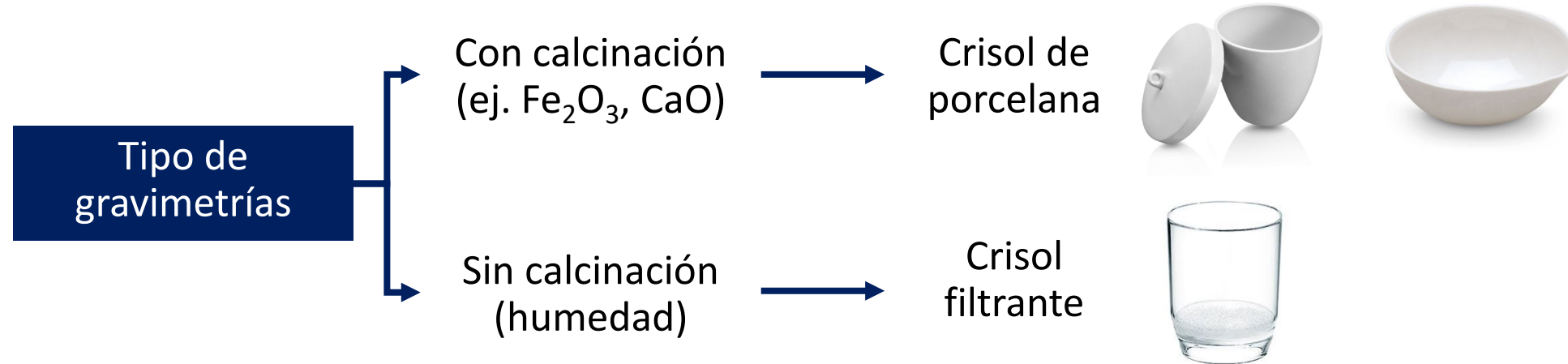
Análisis gravimétrico

Camila Soto

Departamento de Química Analítica de la Universidad de Valencia

Introducción

- Método analítico basado en la **determinación de la masa** de un compuesto de composición y estequiometría definidas. Permite **cuantificar el analito** a partir del peso de un precipitado relacionado químicamente con él.
- Es un método **absoluto**, trazable directamente al mol (unidad S.I.)
- Se utiliza como **método de referencia** para validar procedimientos analíticos.
- Se aplica tanto en la industria como en el control de calidad y laboratorios académicos.



Introducción

En general, las gravimetrías siguen las siguientes etapas:

1. Limpieza y tarado de crisoles
2. Pesada de la muestra
3. Obtención del compuesto insoluble
4. Digestión del precipitado
5. Filtración del precipitado
6. Lavado del precipitado
7. Tratamiento térmico
8. Pesada final y cálculos

Etapas del análisis gravimétrico

1. Limpieza y tarado de los crisoles

Antes de filtrar o calcinar, los crisoles deben **tararse**, es decir, medir su masa en vacío en las mismas condiciones que se usarán luego.

Limpieza previa:

- Lavar y eliminar restos de calcinaciones anteriores.
- Revisar que los crisoles de porcelana no tengan grietas (se detectan por el sonido al golpearlos suavemente).

Secado:

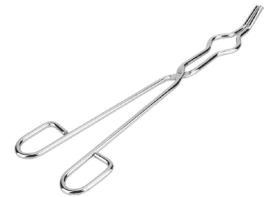
- Calentar sobre llama azul (oxidante) durante unos 10 min para eliminar humedad.
- Dejar enfriar en desecador hasta temperatura ambiente antes de pesar.

Manipulación:

- No tocar con los dedos desnudos (usar pinzas o guantes).
- Si tienen residuos, limpiar con HNO_3 1:1 en caliente y enjuagar con agua desionizada.
- Secar a 110°C durante al menos 10 min antes del tarado.



Desecador



Pinzas para crisoles



Estufa para secado de crisoles

Etapas del análisis gravimétrico

2. Pesada de la muestra

Se determina la **masa de muestra** necesaria para obtener una cantidad adecuada de precipitado.

Para minimizar errores:

- La masa del precipitado debe ser superior a 0.1 g, preferiblemente entre 0.2 y 0.3 g, para reducir los efectos de los errores en la pesada y pérdidas durante la filtración.
- La masa se mide con precisión de ± 0.1 mg en balanza analítica.
- Se calcula la cantidad de muestra a partir de la estequiometría esperada y la concentración del analito.

Por ejemplo:

En la determinación de hierro, si se espera un 20 % de Fe ($M_M = 55.845$ g/mol), se toma aproximadamente 0.5 g de muestra, para obtener ≈ 0.15 – 0.2 g de Fe_2O_3 . ($M_M = 159.70$ g/mol).

$$masa (Fe_2O_3) = 0.5 \text{ g muestra} \cdot \frac{0.2 \text{ g (Fe)}}{1 \text{ g (muestra)}} \cdot \frac{1 \text{ mol (Fe)}}{55.845 \text{ g (Fe)}} \cdot \frac{1 \text{ mol (Fe}_2\text{O}_3)}{2 \text{ mol (Fe)}} \cdot \frac{159.70 \text{ g (Fe}_2\text{O}_3)}{1 \text{ mol (Fe}_2\text{O}_3)} = \mathbf{0.143 \text{ g Fe}_2\text{O}_3}$$



Balanza analítica de precisión (± 0.1 mg)

Etapas del análisis gravimétrico

3. Obtención del compuesto insoluble

Se añade un **reactivo precipitante** que reacciona con el analito para formar un **compuesto de baja solubilidad**. El objetivo es obtener un precipitado **puro, estable y fácilmente filtrable**.

Precipitados cristalinos:

Se forman **lentamente**, con **adición controlada del reactivo y agitación constante**, a menudo en caliente. Resultado: cristales grandes, más puros y fáciles de filtrar (ej. BaSO_4 , CaC_2O_4 , KClO_4).

Precipitados coloidales:

Se forman **rápidamente o de golpe**; las **partículas son muy finas**.

Requieren **floculación** (aumentar temperatura o fuerza iónica) para aglomerar las partículas (ej. $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, SiO_2 , AgCl .)

Requisitos del reactivo precipitante

- Reaccionar selectivamente con el analito
- Formar producto de solubilidad muy baja y de estequiometría definida
- El precipitado resultante debe ser estable a la temperatura y al aire

Etapas del análisis gravimétrico

4. Comprobación y digestión del precipitado

Comprobación de la precipitación total

Tras la formación del precipitado, se deja **sedimentar** y se añaden unas gotas del reactivo precipitante al líquido sobrenadante:

- Si **no aparece turbidez**, la precipitación ha sido **completa**.
- Si **se forma más sólido**, aún queda **analito en disolución**.

Digestión del precipitado

Consiste en mantener el precipitado en contacto con sus aguas madres, en caliente durante varias horas con el objetivo de **aumentar la pureza** y el **tamaño de las partículas**.

En precipitados cristalinos:

- Crecen los cristales grandes a expensas de los pequeños (maduración).
- Se eliminan impurezas y defectos estructurales.

En precipitados coloidales:

- Se favorece la floculación, es decir, la unión de partículas finas en grupos mayores.



Digestión del precipitado
en un baño María

Etapas del análisis gravimétrico

5. Filtración del precipitado

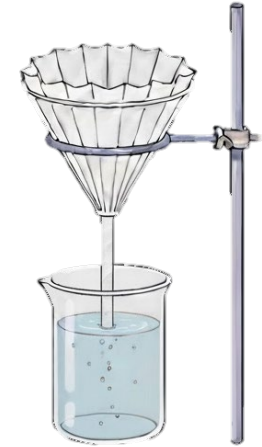
El objetivo de la **filtración** es separar el precipitado de la disolución (“aguas madres”) sin pérdida de masa ni contaminación.

Filtración con papel gravimétrico (con calcinación):

- Se usa papel sin cenizas (celulosa pura).
- El precipitado y el filtro se calcina en crisol de porcelana a $>700\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Permite transformar el sólido en un compuesto estable (óxido, carbonato, etc.).

Filtración con crisol filtrante (sin calcinación):

- El crisol posee una placa porosa de vidrio sinterizado.
- Se filtra por succión con un matraz Kitasato y bomba de vacío.
- El precipitado se seca a $<250\text{ }^{\circ}\text{C}$ (sin fundir el vidrio).



Filtración con papel gravimétrico



Filtración con crisol filtrante

Etapas del análisis gravimétrico

6. Lavado del precipitado

El **lavado** tiene como objetivo eliminar iones o impurezas que queden retenidos en el sólido tras la filtración.

Sólidos cristalinos

Lavar con disolución que contenga el ion común ya que disminuye la solubilidad del precipitado.

Por ejemplo:

Cloruro de plata (AgCl) se lava con agua que contenga una baja concentración de NaCl para evitar que el AgCl se disuelva (Cl^- como ion común).

Coloides

Lavar en presencia de un electrolito para evitar la peptización (dispersión del coloide).

Por ejemplo:

Hidróxido de hierro(III) [$\text{Fe}(\text{OH})_3$] se lava con agua que contenga una pequeña cantidad de NaCl o HCl diluido para estabilizar el coloide y evitar que se disperse.

Etapas del análisis gravimétrico

7. Tratamiento térmico

En el **tratamiento térmico** tiene como **objetivos**:

- **Eliminar humedad y sustancias volátiles** que acompañan al precipitado tras la filtración.
- Convertir el precipitado en una **forma estable** y con **estequiometría definida** para la pesada final.

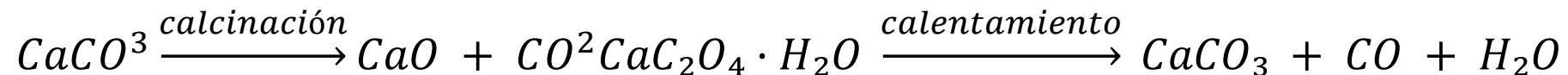
Secado

- Temperatura baja (100–200 °C).
- El precipitado pierde agua de hidratación.

Ej. Oxalato de calcio monohidratado, sulfato de bario hidratado, hidróxido de aluminio, cloruro de plata, etc.

Calcinación

- Temperatura intermedia o alta (550–1000 °C).
- Precipitado puede perder CO₂ u otras moléculas volátiles, transformándose en otro compuesto estable.



Etapas del análisis gravimétrico

8. Pesada final y cálculos

Se busca determinar la **masa exacta** del precipitado para calcular la cantidad de analito en la muestra.

1. Tras el secado o calcinación, **enfriar el crisol en un desecador** para que alcance la temperatura ambiente y evitar errores por el efecto “boya” (el aire caliente puede alterar la lectura de la balanza).
2. Pesar el crisol con el precipitado usando una **balanza analítica** (± 0.1 mg).
3. Restar la **masa del crisol vacío** previamente tarado:

$$m_{\text{precipitado}} = m_{\text{crisol+precipitado}} - m_{\text{crisol}}$$

Usando la estequiometria de la reacción de precipitación, se calcula la masa de analito en la muestra:

$$m_{\text{analito}} = m_{\text{precipitado}} \cdot f_{\text{gravimétrico}}$$

Donde f_g es el factor gravimétrico, que relaciona la masa del precipitado con la masa del analito a partir de las masas moleculares y la relación estequiométrica.

Ej. Factor gravimétrico en la determinación de Fe como Fe_2O_3 :

$$f_{\text{gravimétrico}} = \frac{2 \text{ mol}(\text{Fe})}{1 \text{ mol}(\text{Fe}_2\text{O}_3)} \cdot \frac{55.85 \text{ g/mol}(\text{Fe})}{159.70 \text{ g/mol}(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = 0.699$$