



Análisis gravimétrico

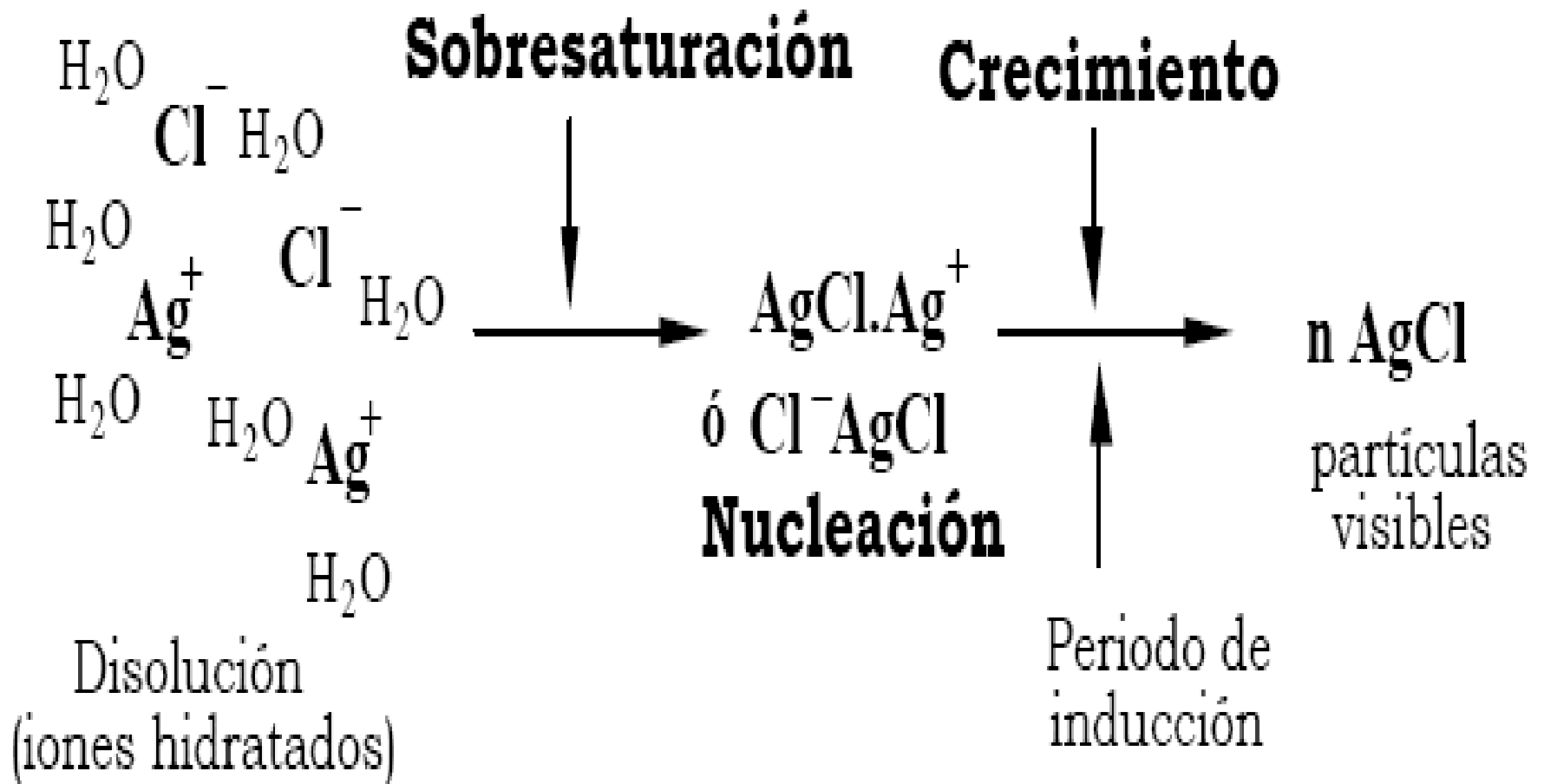


Clasificación





Precipitación



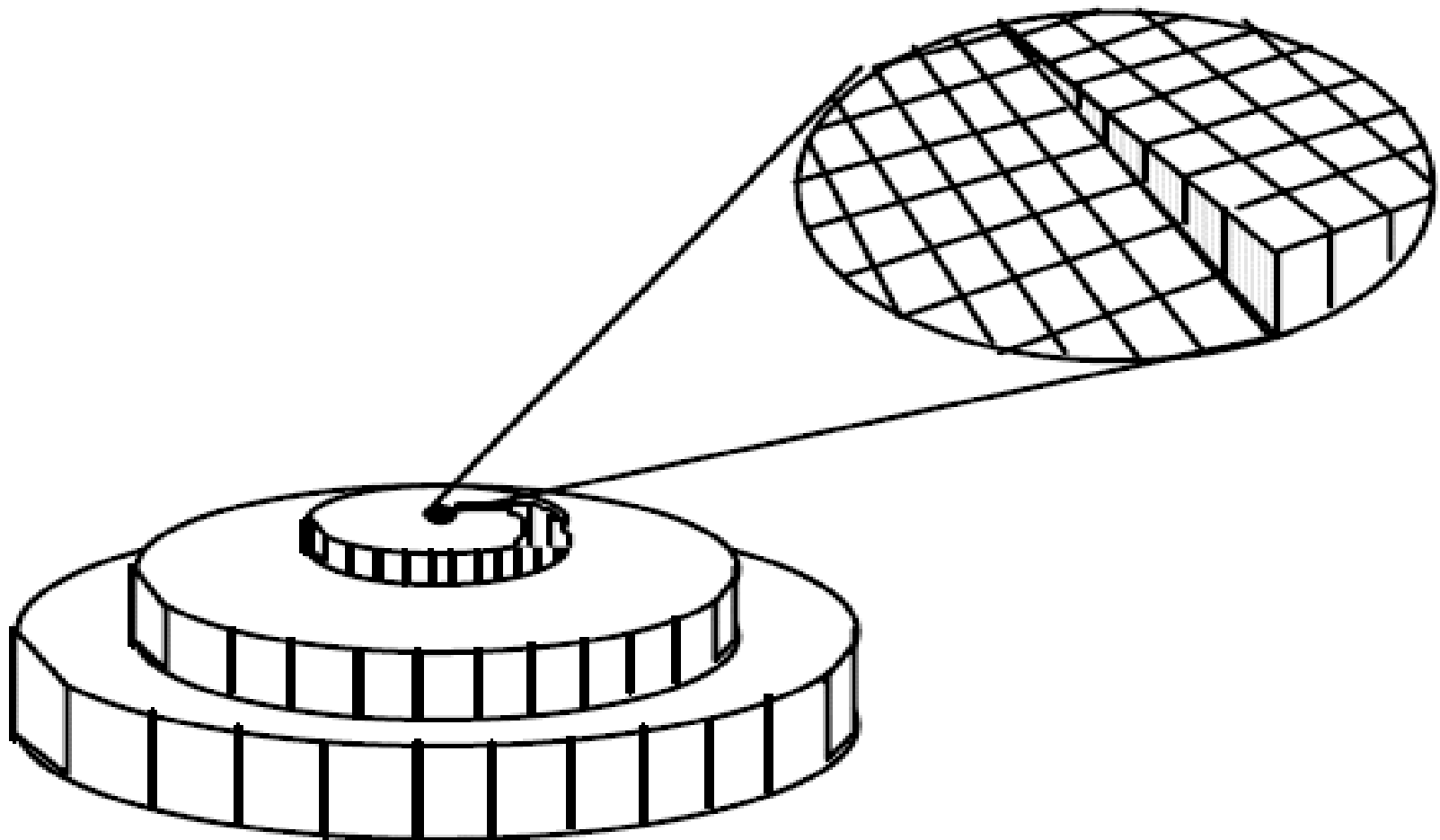


Crecimiento cristalino

- **Difusión**
 - Naturaleza de los iones
 - Concentración
 - Velocidad de agitación
 - Temperatura
- **Depósito**
 - Concentración
 - Impurezas en la superficie
 - Propiedades características del cristal



Dislocación en hélice

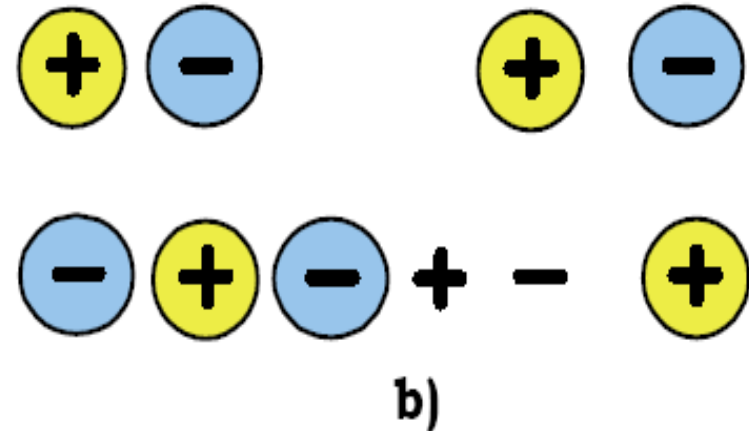
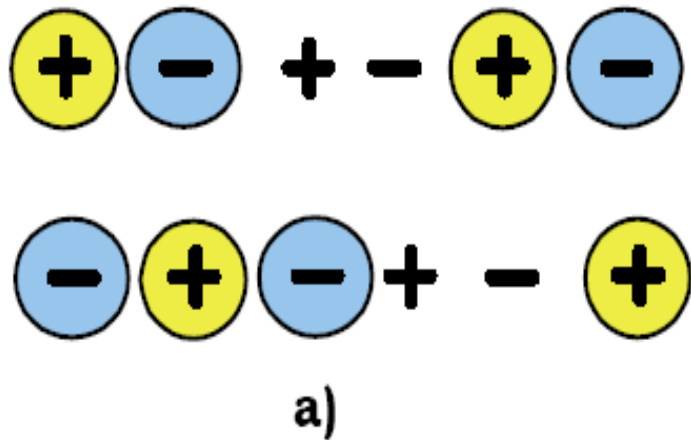




Envejecimiento

Proceso que incluye todos los cambios irreversibles que ocurren
En un precipitado a continuación de su formación

Recristalización de partículas primarias



Envejecimiento térmico
Transformación de formas cristalinas



Coloides

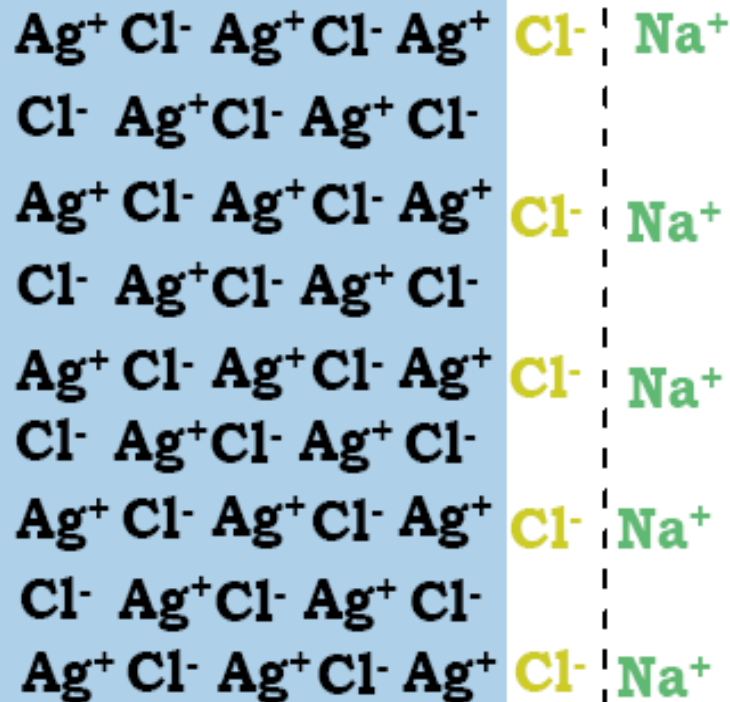
	<i>Suspensiones</i>	<i>Coloides</i>	<i>Disoluciones</i>
Tamaño	$> 10^{-5}$ cm	$10^{-5}—10^{-7}$ cm	$< 10^{-7}$ cm
Observación	Microscopio	Ultramicroscopio*	No visibles
	Microscopio	electrónico	
Sedimentación	Rápida	Lenta	No sedimentan
Filtración	Si	Atraviesan filtros ordinarios	



Adsorción por partículas coloidales

sólido

disolución

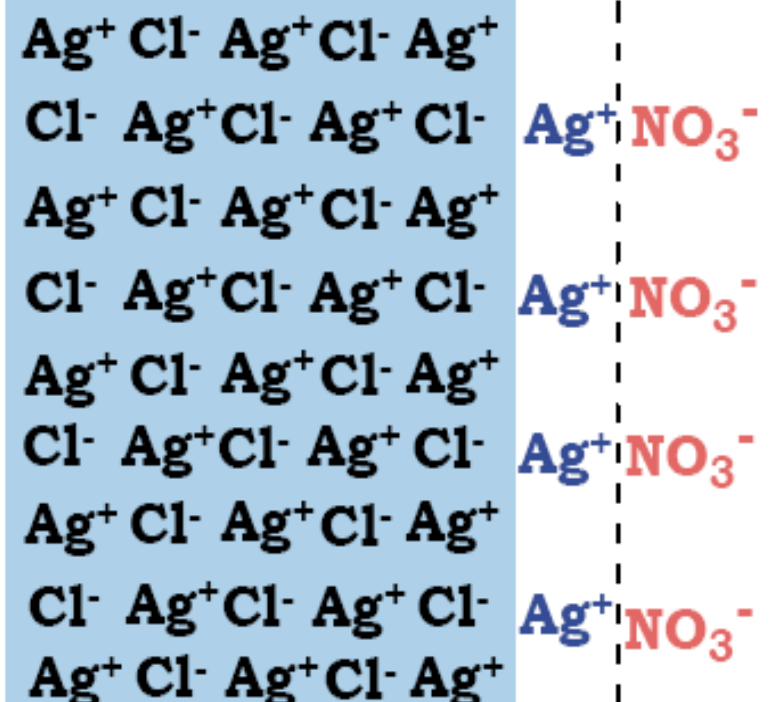


iones
estabilizantes contraiones

a)

sólido

disolución



b)



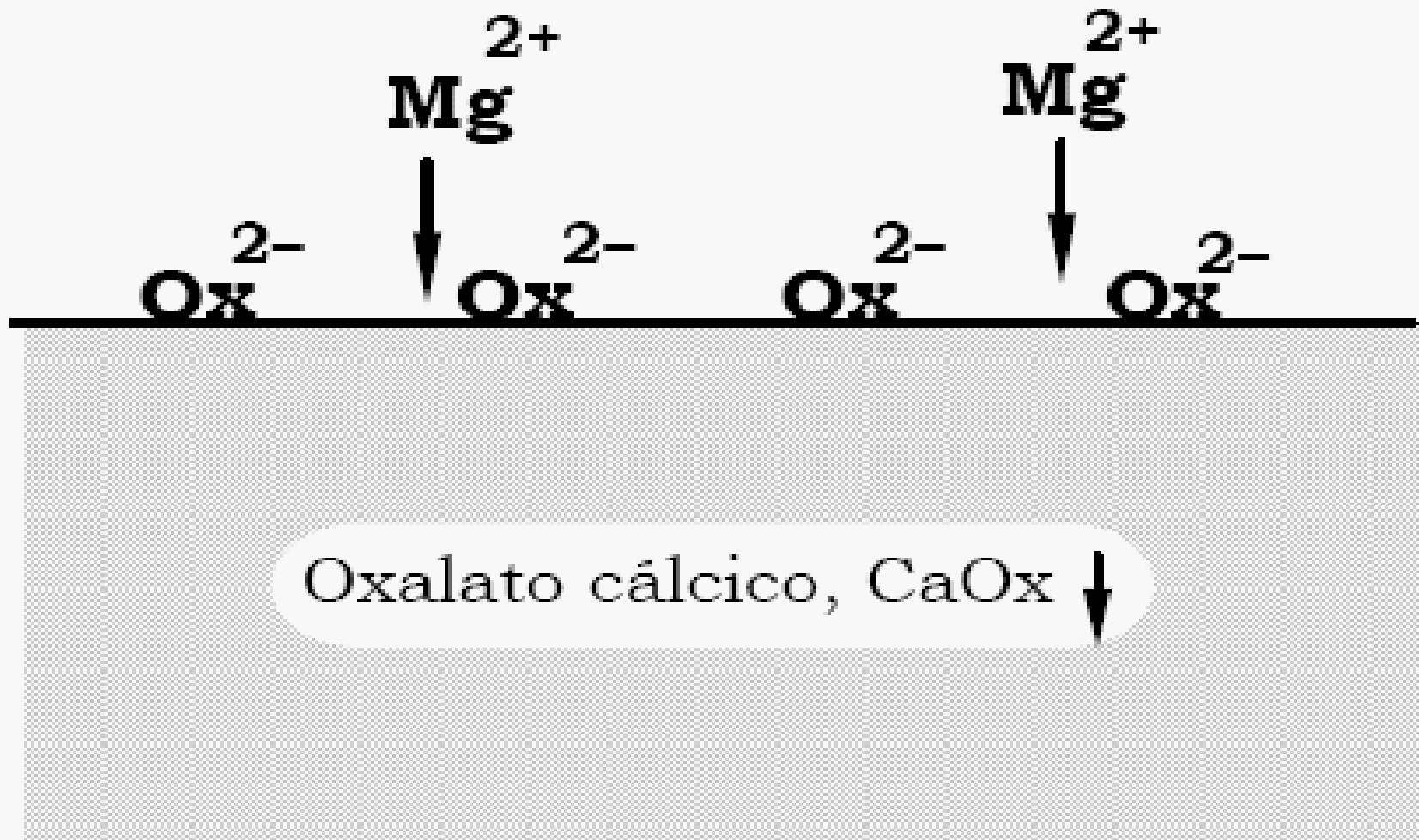
Contaminación de precipitados

Coprecipitación { Adsorción
Oclusión

Posprecipitación



Posprecipitación





Requisitos

- **Forma de precipitación**
 - Poco soluble
 - Fácilmente filtrable y lavable
 - Puro
- **Forma de pesada**
 - Composición definida y conocida
 - Estable en amplio margen de temperaturas
 - Estable frente a los componentes de la atmósfera



Etapas del análisis gravimétrico por precipitación

- 1. Muestreo y preparación de la muestra.
- 2. Pesada de la muestra.
- 3. Disolución de la muestra
- 4. Precipitación.
 - Disoluciones diluidas
 - Adición lenta de los reactivos y con agitación
 - Precipitar en caliente
 - Ligero exceso del reactivo precipitante
- 5. Digestión.
- 6. Filtración.
- 7. Lavado.
- 8. Tratamiento térmico del precipitado.
- 9. Pesada.
- 10. Cálculos.



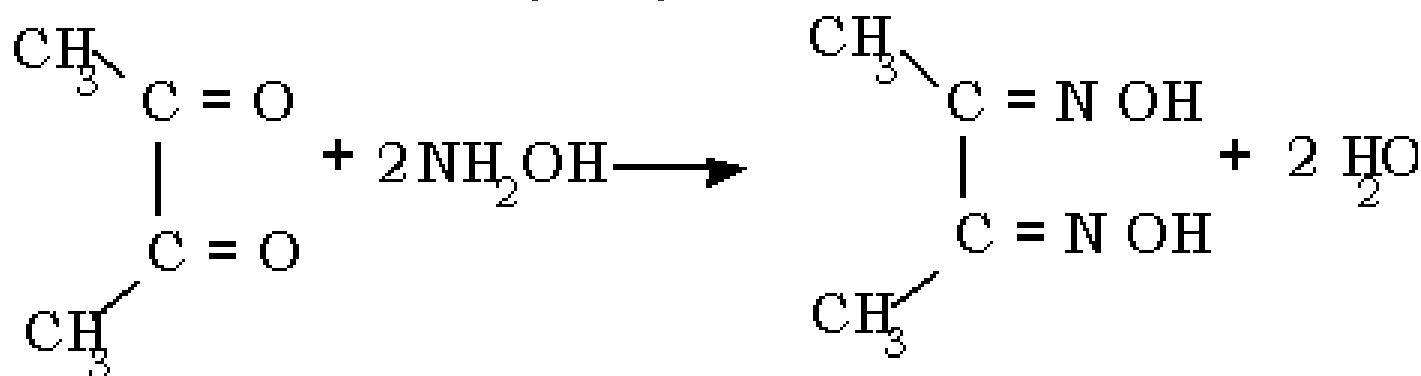
Preparación de la disolución

- Reducción del volumen
- Actuar sobre una alícuota
- Ajuste de las condiciones de precipitación
 - Posibles interferencias
 - pH
 - Temperatura
 - Estado de oxidación
- Elección del reactivo precipitante



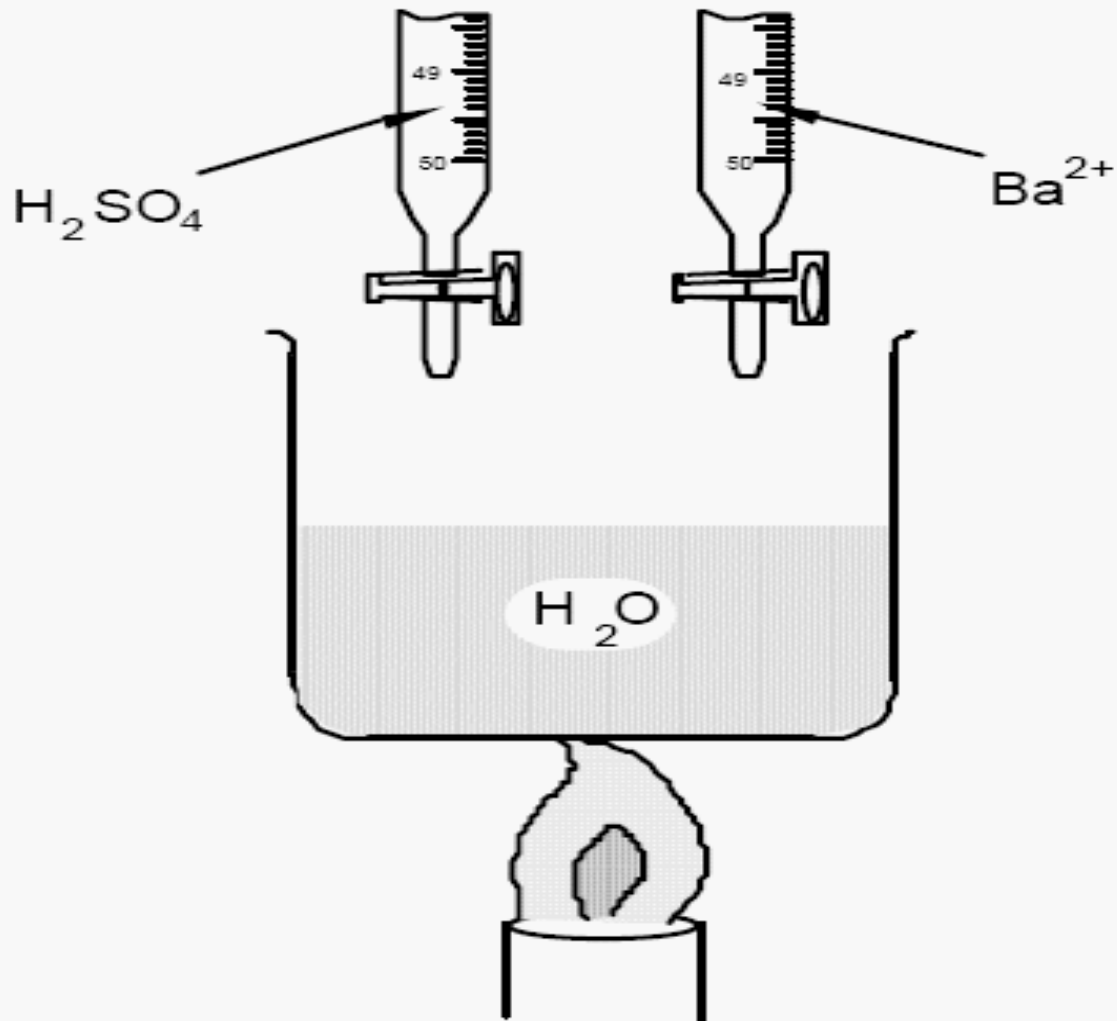
Métodos prácticos de precipitación

- Precipitación a partir de disoluciones muy diluidas
- Precipitación a partir de disoluciones muy concentradas
- Precipitación en fase homogénea
 - Precipitación por medio de urea
 - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CO}_2 + 2 \text{NH}_3 (\text{NH}_4^+ + \text{OH}^-)$
 - Generación de iones sulfato
 - $\text{HSO}_3\text{NH}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}^+ + \text{SO}_4^{2-} + \text{NH}_4^+$
 - Precipitación de sulfuros
 - $\text{CH}_3\text{CSNH}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_3\text{CONH}_2 + \text{H}_2\text{S}$
 - Síntesis del reactivo precipitante



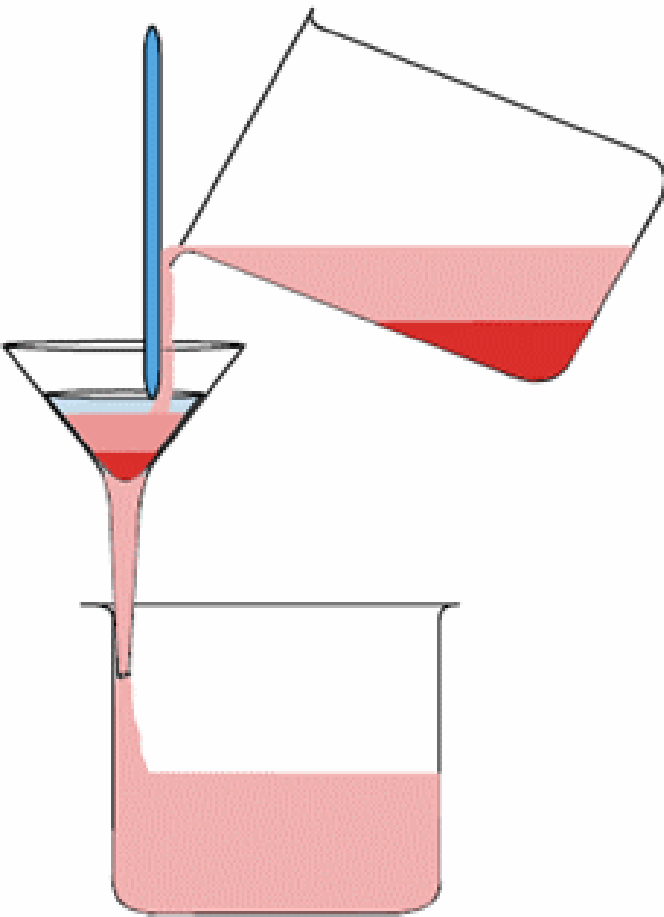


Precipitación de BaSO_4

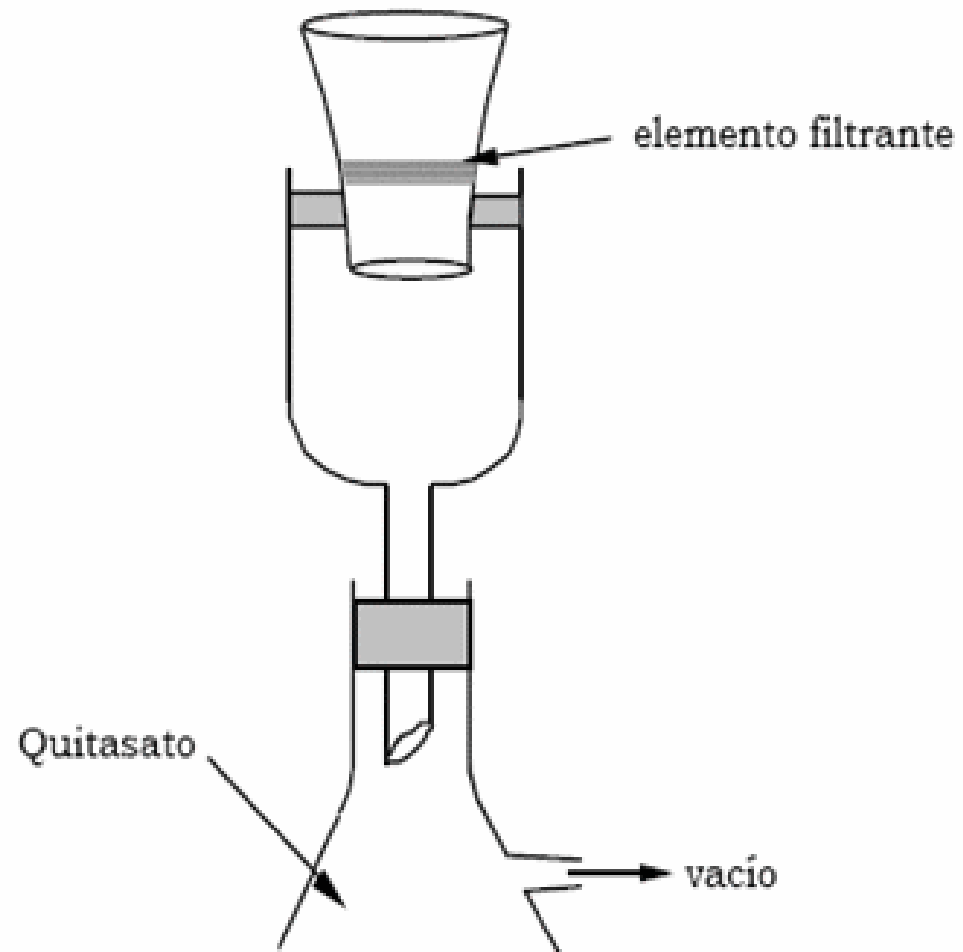




Filtración



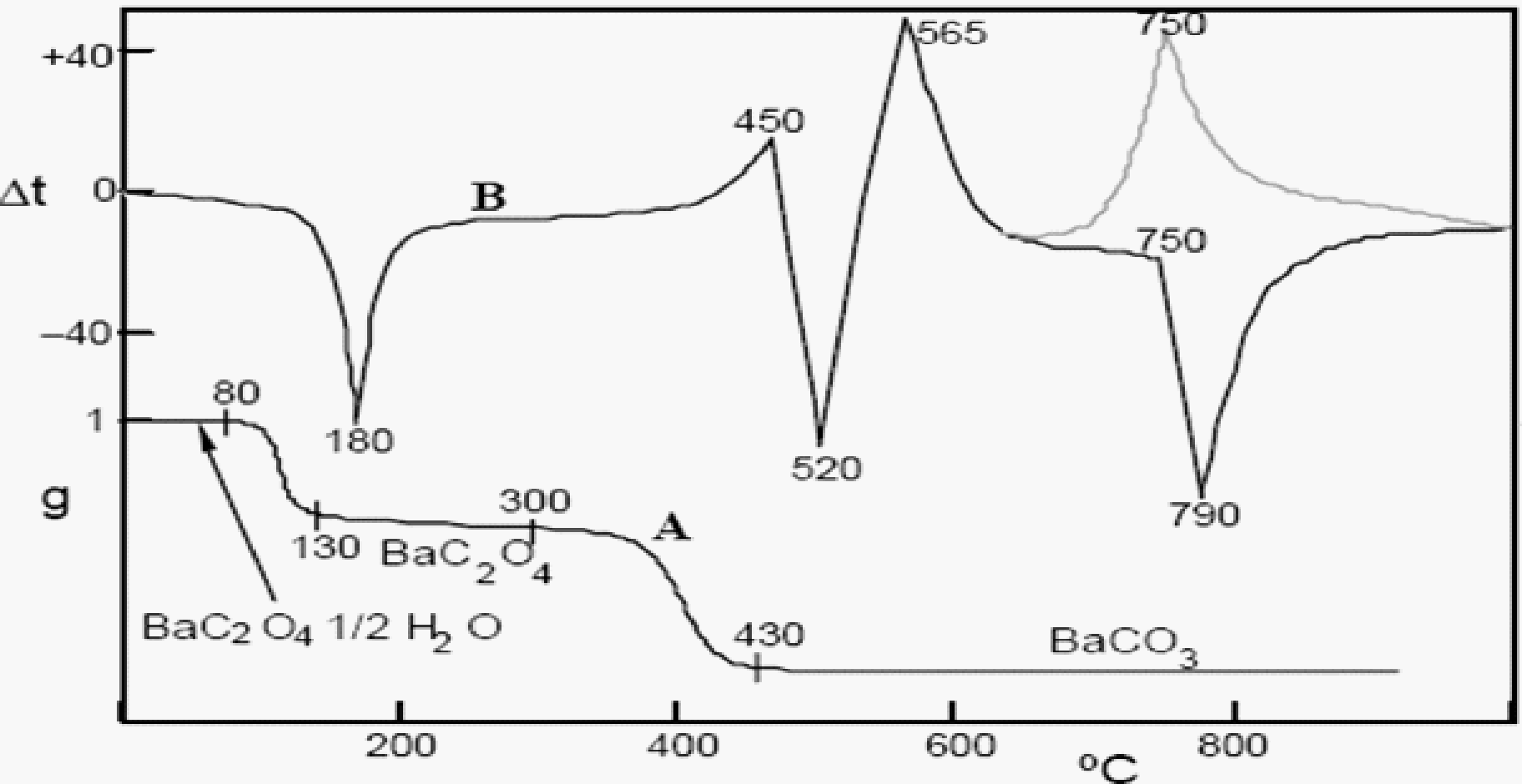
PAPEL



PLACA



Tratamiento térmico del precipitado



B. Análisis térmico diferencial

A. Curva termogravimétrica



Cálculos

$$\%A = \frac{P_A}{P_M} \cdot 100$$

P_A = peso del constituyente

P_M = peso de la sustancia

$$P_A = F \times P_{A'}$$

$P_{A'}$ = peso del residuo

F = factor gravimétrico

$$F = \frac{\text{Peso.molecular.de.la.sustancia.buscada a}}{\text{Peso.molecular.de.la.sustancia.pesada b}}$$

Ej.: $2 \text{ Fe} / \text{Fe}_2\text{O}_3$

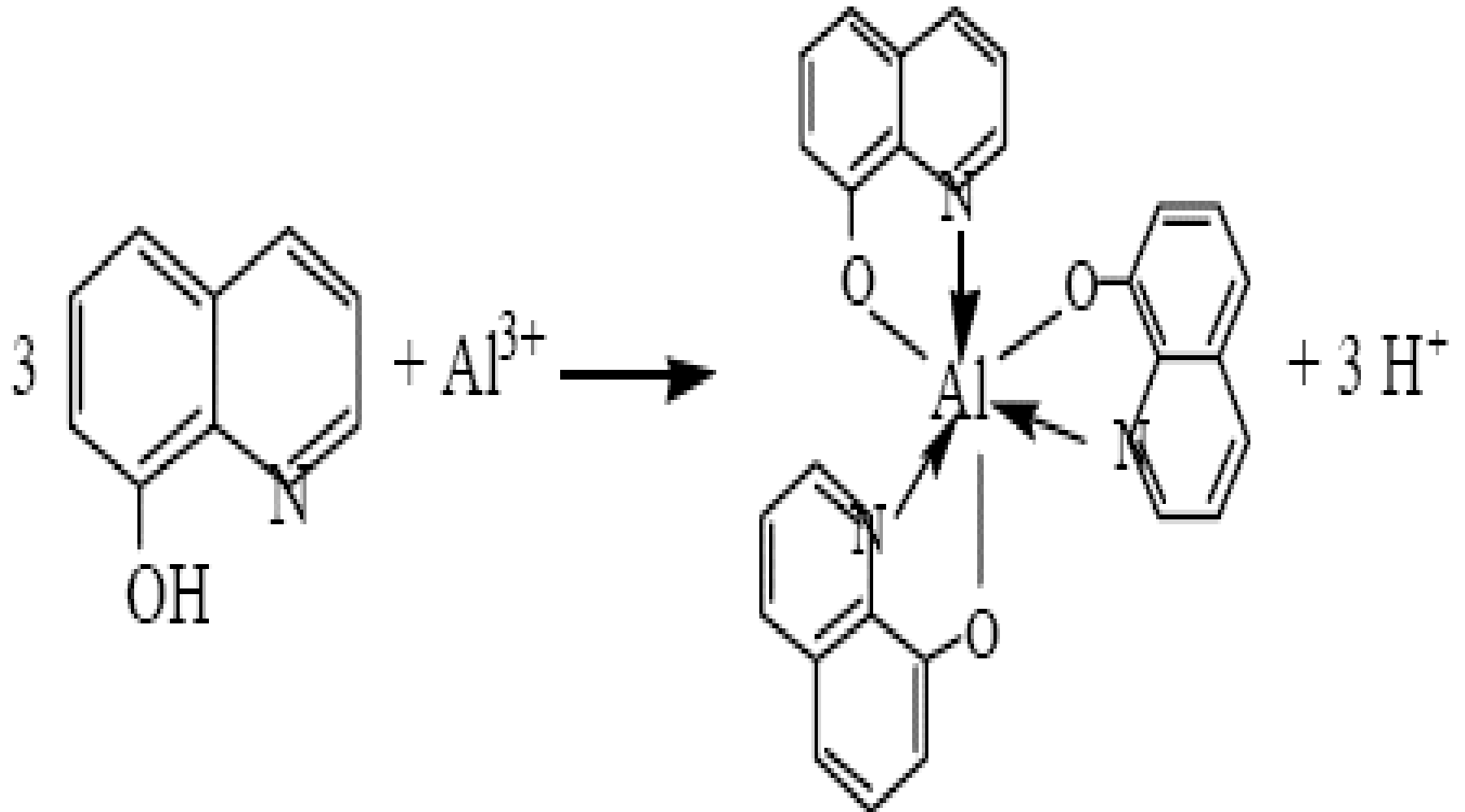


Determinaciones gravimétricas

Especie analizada	pK _s	Medio	Precipitante	Precipitado	Filtración	Tratamiento térmico	Pesada	Interferencias
Fe ³⁺	38	pH>4	NH ₃ .H ₂ O urea (fas hom.)	Fe(OH) ₃ .xH ₂ O	papel	800-900°C	Fe ₂ O ₃	muchos metales
Al ³⁺	32	pH=7	NH ₃ .H ₂ O urea (fas hom.)	Al(OH) ₃ xH ₂ O	papel	1200°C	Al ₂ O ₃	muchos metales
Ca ²⁺	8.7	neutro o amoniacal	(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄	CaC ₂ O ₄ .H ₂ O	placa	100°C	CaC ₂ O ₄ .H ₂ O	muchos metales excepto Mg ²⁺ , Na ⁺ , K ⁺
					placa	475-525°C	CaCO ₃	
					papel	1100-1200°C	CaO	
Mg ²⁺	12.6	NH ₃ /NH ₄ ⁺	(NH ₄) ₃ PO ₄	Mg(NH ₄)PO ₄ . 6H ₂ O	papel	1000°C	Mg ₂ P ₂ O ₇	Muchos metales excepto Na ⁺ , K ⁺
Ag ⁺ (Cl ⁻)	9.8	HNO ₃	Cl ⁻ (Ag ⁺)	AgCl	placa	120°C	AgCl	Hg(I), Cu(I), Tl(I), Pb(II), (Br ⁻ , I ⁻ , SCN ⁻ , S ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻ , CN ⁻)
Ba ²⁺ (SO ₄ ²⁻)	10	ácido	SO ₄ ²⁻ (Ba ²⁺)	BaSO ₄	papel (fino)	800-900°C	BaSO ₄	Ca ²⁺ , Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Fe ³⁺ , Sr ²⁺ , Pb ²⁺



Formación de quelatos





Gravimetrías con precipitantes orgánicos

Especie analizada	Precipitante	Precipitado	Filtración	Tratamiento térmico	Pesada	Factor
Ti(IV), Zr(IV), Th(IV)	$\begin{array}{c} \diagup \text{OH} \\ \text{R} - \text{As} = \text{O} \\ \diagdown \text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \diagup \text{O} \quad \diagdown \text{O} \\ \diagdown \text{O} \quad \diagup \text{O} \\ \text{R} - \text{As} = \text{O} \quad \text{Ti} \quad \text{O} = \text{As} - \text{R} \end{array}$	papel	900 °C	TiO ₂	0.59950
NO ₃ ⁻ , ClO ₄ ⁻	$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5 - \text{N} - \text{N} \\ \quad \parallel \\ \text{HC} \quad \text{Ar} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \\ \text{Ar} \quad \text{Ar} \end{array}$ <p>Ar = C₆H₅</p>	C ₂₀ H ₁₆ N ₄ HNO ₃	placa	105 °C	C ₂₀ H ₁₆ N ₄ HNO ₃	0.16517
Fe ³⁺	$\begin{array}{c} \text{NO} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 - \text{N} \\ \\ \text{ONH}_4 \end{array}$ <p>(cupferrón)</p>	$\left[\begin{array}{c} \text{N}=\text{O} \\ \quad \diagdown \\ \text{C}_6\text{H}_5 - \text{N} \quad \text{O} \\ \diagup \quad \\ \text{Fe} \end{array} \right]_3$	papel	> 1000°C	Fe ₂ O ₃	0.69944
Al ³⁺	$\begin{array}{c} \text{N} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \\ \text{OH} \end{array}$ <p>(oxina)</p>	$\left[\begin{array}{c} \text{N} \\ \quad \diagdown \\ \text{C}_6\text{H}_4 \quad \text{O} \\ \diagup \quad \\ \text{Al} \end{array} \right]_3$	placa	130 °C	Al(C ₉ H ₆ NO) ₃	0.058729