

OBTENCION Y PREPARACION DE MUESTRAS PARA UN ANÁLISIS

OBJETIVOS

- Definir los diferentes tipos de muestreo de acuerdo con la naturaleza de las sustancias
- Escoger las técnicas de muestreo mas adecuadas para un producto especifico
- Describir los fundamentos y aplicar el mas adecuado para disolver la sustancia dada
- Escoger el disolvente adecuado para compuestos inorgánicos y para orgánicos.

Para que los resultados de un análisis sean acertados, es necesario que la muestra que se va a analizar sea representativa, es decir, que contenga la misma proporción de componentes que el total del producto.

Se puede definir una muestra: 1) como el material sobre el cual se hace directamente una determinación, y 2) como el material del que se toman porciones de una preparación de un sistema susceptible de mediciones que determinen la cantidad de un constituyente deseado. En ambos casos la muestra debe representar con exactitud el conjunto del original.

TÉCNICAS DE MUESTREO

Muestreo de sólidos.

Si el material para analizar es homogéneo, basta con tomar una muestra suficiente para poder efectuar las determinaciones necesarias y para conservar una parte con la que se pueda comprobar un dato, en caso de duda o de inconformidad con los resultados originales.

Si el material es homogéneo, el tamaño de la muestra dependerá de la cantidad de dicho material y de la variación del tamaño de sus partículas; cuanto mayor sea el numero de masas individuales, más grande debe de ser la muestra. Para preparar la muestra se toman pequeñas porciones de diferentes secciones horizontales y verticales del material, que se trituran y se mezclan ; por el método de cuarteo.

Durante el muestreo es necesario tener cuidado para prevenir errores debido a la contaminación, oxidación, cambio de humedad y perdida de partículas volátiles y de poco peso.

Los métodos de muestreo se pueden clasificar en dos grupos:

- muestreo mecánico y manual de la cual el primero es más confiable y de menos costo y
- el muestreo continuo, intermitente y errático. El primero consiste en tomar porciones del material que se encuentra en movimiento mediante una banda transportadora. El intermitente consiste en separar una porción de cada determinado numero de unidades de material, para formar una muestra. En el errático se toman muestras sin orden, y se emplea exclusivamente para materiales homogéneos.

Muestreo de líquidos.

Cuando se trata de líquidos homogéneos, cualquier porción que se tome es representativa, pero si se trata de emulsiones y suspensiones es necesario agitar perfectamente antes de tomar la muestra. Si la cantidad de material es muy grande y no se puede agitar fácilmente se puede tomar la muestra a varias profundidades del recipiente.

Muestreo de gases

Para muestrear un gas se emplean pipetas especiales.

Antes de introducir la muestra en la pipeta, es necesario hacer un vacío de aproximadamente de 1 mm de mercurio para evitar contaminación del gas con el aire.

A continuación se llena el recipiente dejando una presión superior a la atmósfera.

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA ANÁLISIS

La mayor parte de las determinaciones analíticas se llevan a cabo con soluciones de la muestra, con las siguientes normas de solubilidad:

- Los compuestos cuyas moléculas son polares o iónicas son más solubles en disolventes polares que los compuestos no polares, y los compuestos no polares son más solubles en disolventes no polares.
- De dos compuestos con calores de fusión semejantes, el del punto de fusión mas alto es menos soluble en un mismo disolvente.
- De dos sólidos con punto de fusión semejantes, el que tenga calor de fusión mas elevado es menos soluble en un disolvente determinado.
- De dos sustancias con el mismo calor de disolución, su solubilidad en un disolvente determinado guarda la misma proporción de sus puntos de fusión.
- Los sólidos de elevada energía reticular son insolubles en agua.
- un gas con temperatura critica y un punto de ebullición mas elevado es más soluble que otro de menor temperatura critica y punto de ebullición más bajo
- La flexibilidad de algunas moléculas favorece la solubilidad en determinados disolventes.
- Todos los líquidos normales solubles son entre sí siempre y cuando sus presiones internas sean semejantes.
- toda sustancia capaz de formar con el agua puentes de hidrógeno es soluble en ella.

ALGUNAS REGLAS DE SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS INORGÁNICOS EN AGUA

Se consideran solubles:

- Sales de sodio, potasio y amonio, con algunas excepciones.
- Los nitratos, acetatos y cloratos.
- Los sulfatos, excepto los de calcio, estroncio, bario, plata, plomo y mercurio.
- Los cloruros y bromuros, excepto los de plata, plomo y mercuriosos.
- Los yoduros, excepto los de tres cationes mencionados, el mercúrico, y el cuproso.
- Los carbonatos, fosfatos, y silicatos del grupo 1A de la tabla periódica, y de amonio.
- Los cianuros de los grupos 1A , 2A y del mercurio. Con gran numero de metales de transición forman complejos solubles.
- Los sulfuros del grupo IA y 2A y el amonio.
- Los hidróxidos y los óxidos del grupo IA de la tabla periódica.
- En algunos casos, a menor estado de oxidación, menor solubilidad.
- Algunas sales, especialmente las de metales pesados en agua, tienden a hidrolizarse dando lugar a sales básicas. Esto se evita agregando unas gotas de ácido correspondientemente al anion.
- Los fluoruros son insolubles, excepto los del grupo IA, y los de la plata, bismuto, fierro, y estaño.
- Los cromatos son insolubles, excepto los del grupo IA, y los del Zinc, magnesio y calcio

ALGUNAS REGLAS DE SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGANICOS

- Agua. La solubilidad de los compuestos orgánicos en el agua se debe exclusivamente a los grupos polares que contengan.

Los compuestos oxigenados con tendencia formar hidratos suelen ser solubles, y a mayor estabilidad de dichos hidratos, mayor solubilidad.

Los compuestos anfóteros de bajo peso molecular son bipolares y, por lo tanto, son solubles en agua.

- Ácido clorhídrico diluido. Las alifáticas, ya sean primarias, secundarias o terciarias son solubles en ácido clorhídrico 5% debido que se forman clorhidratos polares.

Los grupos aromáticos disminuyen la basicidad del nitrógeno y, a causa de ello las aminas aromáticas primarias son solubles en ácido clorhídrico diluido, pero las secundarias y terciarias no.

- Hidróxido de sodio. Los ácidos carboxílicos, sulfónicos y sulfínicos, fenoles, y minas, nitrocompuestos, arilsulfonamidas sin sustituir, oximas tiofenoles son solubles en soluciones diluidas de hidróxido de sodio 5%.
- Bicarbonato de sodio. Los ácidos carboxílicos sulfónicos y sulfílicos son solubles en soluciones de bicarbonato de sodio al 5%. Los demás compuestos son solubles en soluciones de hidróxido de sodio no son solubles en soluciones de bicarbonato. Esto se debe a que la acidez de dichos compuestos es demasiado baja y la basicidad del bicarbonato también es relativamente baja, por lo que no alcanza a disolverlos.
- Ácido sulfúrico. Concentrado y frío disuelve los compuestos hidrocarburos, y aquellos compuestos que contengan un grupo funcional con oxígeno. Los compuestos con dobles ligaduras se sulfonan fácilmente, con la consecuente disolución. Además de la sulfonación pueden existir reacciones de polimerización y deshidratación. Las parafinas y ciclo parafinas son insolubles en ácido sulfúrico, y lo mismo pasa con sus derivados halogenados.

Los hidrocarburos aromáticos y sus derivados halogenados son insolubles, pero si tienen sustituciones de grupos alquilo en el anillo, el compuesto se sulfona con facilidad y por lo tanto se solubiliza.

Los éteres de alto peso molecular son insolubles en ácido sulfúrico diluido.

Los alcoholes secundarios y terciarios se deshidratan con facilidad formando olefinas las cuales a su vez se polimerizan dando lugar a compuestos insolubles en ácido sulfúrico.

La solubilidad en disolventes orgánicos depende de la polaridad tanto del soluto como del disolvente, y no existen reglas de clasificación ya que la variación de ambos es grande. Algunos de los disolventes orgánicos mas usados son: alcohol etílico, éter etílico, acetona, cloroformo, tetracloruro de carbono, hexano, benceno, acetonitrilo, etc.

BIBLIOGRAFÍA

Watty, Margarita. 1982. Química Analítica. Primera Edición. Ed. Alambra Mexicana. México df. Paginas 19–26.