

Capítol 1 – PROCÉS ANALÍTIC

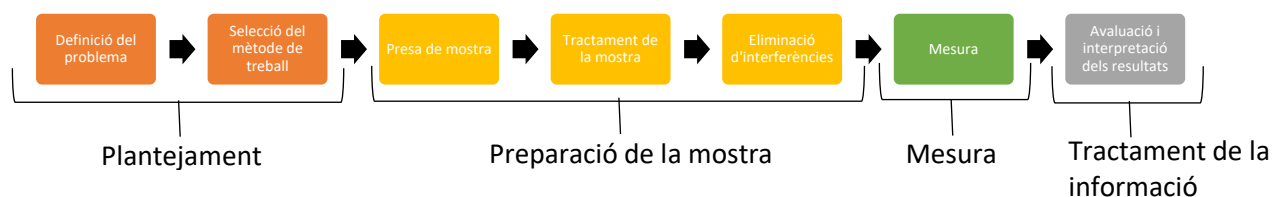
○ Objecte de la química analítica:

La **química analítica** és una ciència metrològica que desenvolupa, optimitza i aplica mètodes, instruments i estratègies per tal d'obtenir informació de qualitat sobre la composició i naturalesa de la matèria en l'espai i el temps, amb la finalitat de resoldre un problema.

L'**anàlisi qualitatiu** ens permet identificar els components que formen una mostra. L'**anàlisi quantitatiu** ens permet conèixer la proporció en què es troba cada component. L'**anàlisi estructural** ens dóna informació sobre la distribució dels components a la mostra.

○ Sistemàtica general del procés analític:

El procés analític segueix una sistemàtica general que està dividida en diferents etapes:



Una **interferència** és un component de la mostra que afecta als resultats de l'anàlisi. Si, per exemple, volguéssim determinar la quantitat de calci a l'aigua que consumim diàriament, hauríem d'extreure el magnesi perquè el procediment d'anàlisi és el mateix que el del calci i els resultats que obtindríem no serien els correctes.

Podem distingir dos tipus de mètodes d'anàlisi: el **mètode específic**, que no presenta cap interferència i només serveix per un anàlit en concret i cap altre, i el **mètode selectiu**, que té un nombre limitat d'interferències.

Disposem de diferents materials per tractar, pesar o emmagatzemar la mostra:

- **Balança analítica:** permet obtenir dades molt exactes sobre el pes de la mostra (4 decimals). Podem pesar patrons primaris, precipitats obtinguts de gravimetries i podem tarar gresols.
- **Granetari:** el pes que ens indicarà serà aproximat (2 decimals) i l'utilitzarem per pesar patrons secundaris (solucions de concentració no exacta) i reactius auxiliars.
- **Material volumètric exacte:** és aquell que ens permetrà mesurar o emmagatzemar volums de mostra exactes. El matràs aforat, la pipeta aforada, la pipeta graduada i la bureta són materials volumètrics exactes.

És habitual que quan fem experiments al laboratori cometem algun tipus d'error experimental:

- **Errors aleatoris o indeterminats (δ)** depenen de l'atzar, no es poden evitar ni corregir però es poden tractar estadísticament.
- **Errors sistemàtics o determinats (Δ)** produeixen desviacions en el mateix sentit, podem conèixer les seves causes i, fins i tot, els podem evitar o corregir.
- **Equivocacions (b)** es deuen a causes externes a l'anàlisi, donen lloc a resultats aberrants i es poden detectar estadísticament.

$$e = \delta + \Delta + b$$

Una vegada hem dut a terme l'anàlisi d'un anàlit en concret i hem obtingut un llistat de dades amb els resultats de l'experiment, les podem expressar amb la mitjana(\bar{x}) i la desviació estàndard (s):

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Si els valors són discrets (nombre de replicants inferior a 20) utilitzarem aquestes mesures. Si el tenim molts resultats (més de 20) anomenarem a la mitjana μ i a la desviació estàndard σ :

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad \sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}}$$

L'**exactitud** és la proximitat entre un valor mesurat i el valor considerat veritable o de referència. És basa en dos components: la **veracitat**, que és la proximitat entre la mitjana d'una sèrie gran de mesures i el valor considerat veritable o de referència, i la **precisió**, que és la concordança entre els valors obtinguts en una sèrie de mesures independents realitzades en condicions concretes. Així doncs, la mostra més veraç serà aquella amb una mitjana més propera als valors reals i la més precisa la que tingui una desviació estàndard més petita.

Els errors sistemàtics afecten a la veracitat mentre que els aleatoris afecten a la precisió.

- **Mètodes d'anàlisi clàssica:**

Una **reacció química analítica quantitativa** és aquella en què més d'un 99.9% de l'anàlit reacciona i amb una estequiometria coneguda.

En un **mètode gravimètric** es mesura la massa la massa d'un producte per a determinar la quantitat d'anàlit contingut en una quantitat coneguda de mostra. Consisteix en determinar la quantitat proporcionada d'una espècie química present a la mostra que estem estudiant. És un mètode analític quantitatiu.

En un **mètode volumètric** es mesura el volum del reactiu (de concentració coneguda) que cal per reaccionar amb l'anàlit contingut en una quantitat coneguda de mostra. Consisteix en determinar la concentració desconeguda d'un reactiu a partir d'un altre amb concentració coneguda. És un mètode d'anàlisi quantitatiu.

GRAVIMETRIA:

- 1) Gravimetria de precipitació: es fa precipitar l'anàlit amb un reactiu addicional i és mesura la massa del producte sòlid, que ha de ser fàcil de filtrar, d'elevada pura, estequiometria coneguda i estable a l'atmosfera.
- 2) Gravimetria de dessecació: per determinar la massa del producte precipitat abans s'ha d'assecar a l'estufa a uns 105-110°C per eliminar l'aigua. Per pesar el precipitat utilitzarem un gresol o una placa filtrant.
- 3) Gravimetria de calcinació: s'escalfa el precipitat sòlid a una mufla a temperatures molt elevades per canviar la seva forma química i assegurar la seva estequiometria. Per pesar el precipitat utilitzarem un gresol de porcellana.

Els gresols que utilitzem a les gravimetries s'han de tarar en les mateixes condicions en què s'utilitzaran. Si hem de fer una gravimetria de calcinació, pesarem el gresol després d'haver-lo posat a la mufla a la mateixa temperatura a la qual sotmetrem el precipitat.

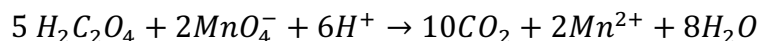
VOLUMETRIA:

En una volumetria s'afegeixen increments de la solució del reactiu, que s'anomena **solució valorant** o **solució patró**, a una solució que conté l'anàlit fins que la reacció es completa. Sempre tenen lloc en un matràs erlenmeyer. Les reaccions analítiques útils per fer determinacions volumètriques han de ser: quantitatives (reacciona el 99.9% del reactiu), d'estequiometria coneguda, ràpides i amb un final de reacció visible.

El **punt d'equivalència** és el punt de la volumetria en què s'ha afegit la quantitat estequiomètrica necessària per reaccionar amb tot l'anàlit.

El **punt final** de la valoració és el moment en què aquesta s'atura. Per saber quan hem arribat a aquest punt hem d'observar si hi ha canvis en: la coloració de la solució, la seva conductivitat, les fases de la matèria, el potencial elèctric, la concentració, temperatura...

L'**error de valoració** és la diferència existent entre el punt d'equivalència i el punt final.



En aquesta reacció, l'anàlit és l'àcid oxàlic, un àcid incolor, i el valorant el permanganat, una solució de color violat. Tots els productes d'aquesta reacció són incolor. El punt d'equivalència es donarà quan s'hagin afegit 2 mols de permanganat per cada cinc mols d'oxàlic i el punt final es donarà quan observem el color violat del manganat, ja que ja no quedarà àcid oxàlic amb qui reaccionar. L'error de la valoració serà el causant que veiem aquest color violat, ja que hi haurà un excés de permanganat.

Un **patró primari** és una substància que s'obté amb una puresa superior al 99.99% i que és estable enfront el CO_2 i el vapor d' H_2O de l'atmosfera. Ens permet preparar dissolucions de concentració coneguda per pesada i dissolució. Un patró primari ha de tenir un pes equivalent elevat, ha de ser soluble en el medi de valoració i no s'ha d'hidratar amb l'aigua.

Un **patró secundari** és una substància que no compleix alguna de les característiques d'un patró primari però que es pot fer servir mitjançant una estandardització.

Una **estandardització** és un mètode d'anàlisi volumètric en el qual es determina la concentració exacta d'un anàlit en solució davant d'un patró primari. Utilitzem l'estandardització per conèixer la concentració d'un patró secundari i així poder-lo utilitzar en una valoració.

Una volumetria pot ser: **directa, indirecta, per desplaçament o de retrocés.**