

MATERIA
Química analítica I

TITULACIÓN
Grao en Química

unidade
didáctica
2

A mostra analítica

M^a del Carmen Yebra Biurrun

Química Analítica

Departamento de Química Analítica, Nutrición e Bromatoloxía
Facultade de Química

unidadesdidácticas
UNIVERSIDADE DE SANTIAGO DE COMPOSTELA



Esta obra atópase baixo unha licenza internacional Creative Commons BY-NC-ND 4.0. Calquera forma de reprodución, distribución, comunicación pública ou transformación desta obra non incluída na licenza Creative Commons BY-NC-ND 4.0 só pode ser realizada coa autorización expresa dos titulares, salvo excepción prevista pola lei. Pode acceder Vde. ao texto completo da licenza nesta ligazón: <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.gl>



Esta obra se encuentra bajo una licencia internacional Creative Commons BY-NC-ND 4.0. Cualquier forma de reproducción, distribución, comunicación pública o transformación de esta obra no incluida en la licencia Creative Commons BY-NC-ND 4.0 solo puede ser realizada con la autorización expresa de los titulares, salvo excepción prevista por la ley. Puede Vd. acceder al texto completo de la licencia en este enlace: <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>



This work is licensed under a Creative Commons BY NC ND 4.0 international license. Any form of reproduction, distribution, public communication or transformation of this work not included under the Creative Commons BY-NC-ND 4.0 license can only be carried out with the express authorization of the proprietors, save where otherwise provided by the law. You can access the full text of the license at <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/legalcode>

© Universidade de Santiago de Compostela, 2018

Deseño e maquetación

J. M. Gairí

Edita

Servizo de Publicacións e Intercambio Científico
da Universidade de Santiago de Compostela
usc.es/publicacions

ISBN

978-84-17595-02-9

DOI

<http://dx.doi.org/10.15304/9788417595029>

MATERIA: Química analítica I

TITULACIÓN: Grao en Química

PROGRAMA XERAL DO CURSO

Localización da presente unidade didáctica

Unidade I. O proceso analítico

Etapas fundamentais

Resolución de problemas analíticos

Unidade II. A mostra analítica

A mostra analítica e o proceso de mostraxe

Plan de mostraxe

Operacións previas: tipos e riscos

Introdución á preparación das mostras para a análise: pretratamento e tratamento da mostra

Unidade III. Parámetros de calidade dos métodos analíticos

O erro en química analítica

Comprobación da calidade: posta a punto dunha metodoloxía analítica

Validación dunha metodoloxía analítica

Unidade IV. Introdución á análise gravimétrica e técnicas e operacións da análise gravimétrica

Características das reaccións utilizadas en gravimetría

Formación e evolución dos precipitados

Contaminación dos precipitados

Técnicas e operacións da análise gravimétrica

Precipitación en disolución homoxénea

Filtrado e lavado dos precipitados

Tratamento térmico

Cálculos gravimétricos

Aplicacións analíticas

Unidade V. Introdución aos métodos volumétricos de análise

Introdución aos métodos volumétricos

Características das reaccións utilizadas en volumetría.

Tipos de volumetrías

Modos de valoración

Sustancias patrón tipo primario

Disolucións patrón

Detección do punto final dunha valoración

Cálculos volumétricos

Unidade VI. Volumetrías de precipitación

Curvas de valoración

Indicadores do punto final: métodos de Mohr, Volhard e Fajans

Aspectos prácticos e aplicacións analíticas

Unidade VII. Volumetrías ácido-base

Curvas de valoración. Sistemas monopróticos: valoración de ácidos e bases fortes, valoración de ácidos e bases débiles. Curvas de valoración: sistemas polipróticos.

Indicadores ácido-base

Aspectos prácticos e aplicacións analíticas

Unidade VIII. Volumetrías de formación de complexos

Curvas de valoración

Indicadores metalocrómicos.

Complexometrías con ligandos polidentados.

Aspectos prácticos e aplicacións analíticas

Unidade IX. Volumetrías redox

Curvas de valoración

Indicadores redox

Reactivos utilizados en volumetrías redox

Tratamento previo da mostra con oxidantes e redutores

Aspectos prácticos e aplicacións analíticas

ÍNDICE

PRESENTACIÓN

OS OBXECTIVOS

OS PRINCIPIOS METODOLÓXICOS

OS CONTIDOS BÁSICOS

1. A mostra analítica e o proceso de mostraxe
 - 1.1. Tipos de mostra
 - 1.2. Erros de mostraxe

2. Plan de Mostraxe
 - 2.1. Materiais heteroxéneos cuxa composición varía ao azar
 - 2.2. Materiais estratificados

3. Operacións previas, preparación da mostra: tipos e riscos
 - 3.1. Pretratamento da mostra
 - 3.2. Tratamento da mostra
 - 3.2.1. Tratamento da mostra cuxo obxectivo é determinar analitos inorgánicos (análise elemental)
 - 3.2.2. Tratamento da mostra cuxo obxectivo é determinar analitos orgánicos

ACTIVIDADES PROPOSTAS

AVALIACIÓN DA UNIDADE DIDÁCTICA

ANEXOS

- Anexo 1. Cuestións de autoavaliación
- Anexo 2. Exercicios numéricos
- Anexo 3. Tarefas para facer en grupo

BIBLIOGRAFÍA

- Ligazóns a vídeos de internet

PRESENTACIÓN

Esta unidade didáctica está dedicada ao estudo da mostra analítica e aos procesos necesarios para a súa preparación para efectuar a análise. Defínense obxecto e mostra, explicando o concepto dos distintos tipos de mostras. A continuación, iníciase o estudo da toma de mostra, resaltando a importancia desta operación dentro da totalidade do proceso analítico e a súa repercusión sobre os resultados analíticos obtidos. A última parte do tema é a que inclúe as operacións de preparación da mostra para a análise, centrándose na análise elemental e introducindo aquelas operacións de preparación para análise orgánica.

OS OBXECTIVOS

- **obxectivo 1** saber cal é o obxectivo e resaltar a importancia da toma de mostra dentro do proceso analítico e a súa influencia na calidade do resultado final;
- **obxectivo 2** aprender as principais estratexias da operación de toma de mostras;
- **obxectivo 3** comprender o concepto de mostra representativa e coñecer os diferentes tipos de mostras;
- **obxectivo 4** identificar os erros da operación de mostraxe e planificar a mostraxe para controlar o erro no que se refire a cantidade e número de mostras;
- **obxectivo 5** coñecer a importancia da preparación da mostra e a utilidade dos diferentes reactivos e procedementos;
- **obxectivo 6** saber elixir o tratamento de mostra en función da natureza da mesma e o tipo de analito.

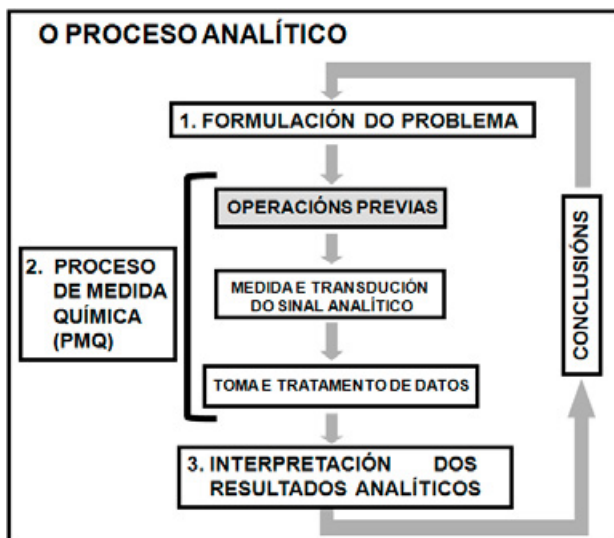
OS PRINCIPIOS METODOLÓXICOS

A formulación metodolóxica basearase na participación do alumnado. Aplicarase a metodoloxía de clase ao revés. Para iso, deixarase material de traballo relativo ao tema na aula virtual. O alumnado despois de traballar con este material, terá que responder a un formulario que contén cuestións relativas ao tema. As clases presenciais na aula servirán para profundar e traballar os contidos, mediante actividades dinámicas e participativas que inclúan diferentes aspectos dos contidos que se teñan que aprender e desenvolvan as habilidades que se teñan que adquirir, fomentando o desenvolvemento das competencias do alumnado. As actividades desenvoltas polo alumnado para incidir sobre o cumprimento dos obxectivos do tema tamén se discutiran nas clases de seminario e titorías.

OS CONTIDOS BÁSICOS

1. A mostra analítica e o proceso de mostraxe

O proceso de mostraxe ou toma de mostra é a primeira das subetapas das operacións previas, a cal é unha etapa incluída dentro da estratexia da análise (proceso de medida química) do proceso analítico.



Se o obxectivo do proceso analítico é resolver un problema, o obxectivo do proceso de mostraxe é proporcionar unha mostra que transmita a información real do obxecto, é dicir unha mostra representativa. Desta maneira, a información latente que está presente no obxecto converterase en información útil ao finalizar o proceso analítico. Por tanto, o obxectivo da mostraxe consiste en obter unha ou varias porcións (alícuotas) representativas dun material (obxecto) que serán sometidas ao resto do proceso analítico. Así, os resultados das análises e a calidade da información obtida, estarán influídos polos posibles erros cometidos neste proceso e, por tanto, require un estrito control.

O obxecto, tamén denominado poboación ou lote é a entidade global a describir. Del tomaranse as mostras. Os obxectos poden ser de dous tipos:

- Homoxéneos: as súas propiedades non cambian a través do obxecto. Por exemplo, líquidos ou gases ben mesturados, metais puros.
- Heteroxéneos: as súas propiedades cambian a través do mesmo. Estes cambios poden ser:

Continuos: fluídos ou gases con gradientes, mesturas de compoñentes de reacción, etc.

Discretos: minerais, comprimidos farmacéuticos, rocas, augas naturais, alimentos, etc.

Un dos aspectos máis importantes para obter resultados de calidade nunha análise é dispor dunha mostra que represente o obxecto que se vai a analizar. Unha mostra é a porción de obxecto onde se investiga/n o/os analito/s e debe cumprir unha serie de requisitos:

- Representar fielmente as propiedades do obxecto: composición, cor, etc.
- Presentar un tamaño manexable para a persoa que leva a cabo a mostraxe e para a que logo a vai a analizar.
- Manter as mesmas propiedades do obxecto no momento da mostraxe ou cambialas na forma en que o fan as do obxecto.
- Non cambiar as súas propiedades durante o transporte e análise.
- Transmitir a información requirida para resolver o problema.

Moitas veces as mostras obtéñense tomando varias porcións do obxecto e reuníndoas para formar o que se chama unha mostra bruta. Para iso, cada unha destas porcións debe reunir os requisitos que se citaron antes para que se lle poida chamar mostra. Se non cumpren algún destes requisitos, a estas porcións de obxecto denomínaselles incrementos. Cando o obxecto é homoxéneo, só se necesita tomar unha porción de obxecto para coñecer as propiedades do mesmo. Noutros casos, a mostra non é unha parte separada do obxecto, senón o obxecto mesmo. Por exemplo, cando se trata de obxectos moi pequenos e cando se analiza/n o/os analito/s nun obxecto por métodos non destrutivos.

As variables que se deben considerar para deseñar un plan de mostraxe, as operacións previas e a preparación da mostra son as seguintes:

- Natureza da poboación. Homoxénea ou heteroxénea. Estabilidade.
- Estado físico da mostra: sólido, líquido ou gas
- Dispónse de moita cantidade, ou é pouco alcanzable.
- Ten matriz sinxela ou matriz complexa. Compatibilidade da matriz coa técnica de determinación.
- Analito/s presente/s na mostra e relación de concentración entre as interferencias e o/s analito/s.

Estas variables achegan información sobre:

- A operación de mostraxe (tamaño de mostra bruta, mostraxe aleatoria ou non, etc.).
- Forma de almacenar e conservar a mostra.
- Tamaño da mostra a analizar
- Posta en disolución da mesma.
- Necesidade de etapas de extracción, concentración e purificación dos extractos.

1.1. Tipos de mostra

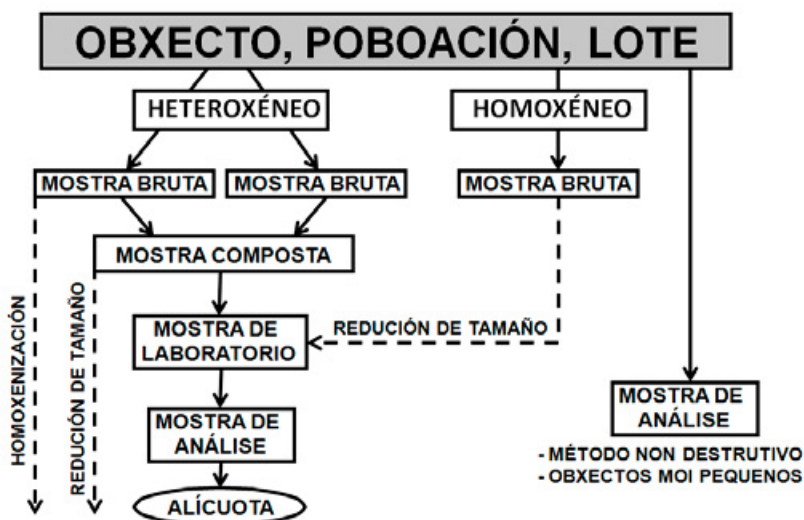
Existen diversos criterios para clasificar as mostras:

A) Segundo o tamaño de mostra inicial.

Condiciona o tipo de análise a realizar. A dificultade aumenta ao diminuír o tamaño de mostra, aínda que as novas achegas tecnolóxicas (balanzas,

microbalanzas, etc.) fan posible a análise de mostras de moi pequeno tamaño con suficiente fiabilidade. Así se clasifican en: macromostras (> 1 g), semicromostras (0,1 g-0,01 g), micromostras (0,01-0,001 g), submicromostras (0,001-0,0001 g) e ultramicromostras (< 0,0001 g).

- B) Segundo o tamaño e a proximidade co obxecto, a mostra pode ser:
- Mostra bruta ou primaria: é a porción que se toma dunha poboación ou lote para análise ou almacenamento. No caso de poboacións (obxectos) heteroxéneos o seu tamaño é considerablemente grande.
 - Mostra agregada ou composta: é o resultado da reunión de varias porcións de mostra bruta.
 - Mostra de laboratorio: é a que entra no laboratorio nun recipiente e procede da redución da mostra agregada ou da mostra bruta directamente.
 - Mostra de ensaio ou de análise: é a mostra homoxeneizada e preparada para a súa análise.
 - Porción de ensaio ou de análise (alícuota): cantidade de material adecuado para a medida do analito que é sometida ao resto das operacións da análise.

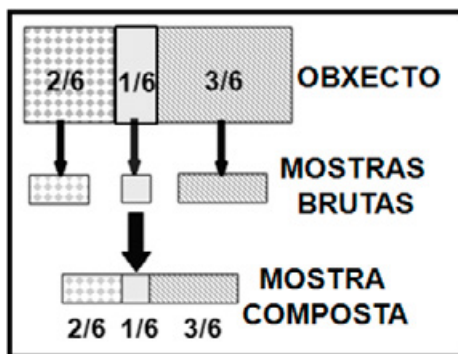


- C) Segundo a forma en que se toma a mostra, pode ter diferentes denominacións:
- Aleatoria: é a que se selecciona de tal maneira que calquera porción do obxecto ten igual probabilidade de ser incluída na mostra. Deben utilizarse táboas de números aleatorios.
 - De conveniencia: é a que resulta de criterios de mostraxe baseados en oportunidade, custo, accesibilidade, etc.
 - Sistemáticas: son mostras que se toman co fin de comprobar algunha hipótese preestablecida. Por exemplo: cambios na composición co tempo,

a localización, a temperatura. Pódese supor que as mostras sistemáticas representan poboacións discretas separadas baixo as condicións existentes.

Representativas: é unha mostra única obtida dunha poboación e que se supón que representa as propiedades medias da devandita poboación. Este concepto é válido nos seguintes casos: mostras definidas como representativas para un propósito determinado pola lexislación ou por algún organismo oficial ou mostras tomadas de obxectos perfectamente homoxéneos.

Compostas ou compositas (mostra estratificada): é a que resulta de tomar porcións de zonas ben definidas, dentro das cales se toma aleatoriamente. Por exemplo, se un sólido presenta tres zonas cuxos volumes relativos son 2:1:3 obtense unha mostra composta tomando porcións de cada unha das zonas que garden a mesma proporción. A mostraxe en cada zona pode facerse ao azar.



1.2. Erros de mostraxe

Normalmente, as medidas realízanse sobre mostras e non sobre o obxecto problema. Deste xeito, os erros de mostraxe poden ser:

Erros sistemáticos: Ocaśionáanse cando se incumpre o protocolo de mostraxe. Por exemplo, un determinado tipo de mostras que require refrixeración, mantéñense a temperatura ambiente antes da súa análise.

Erros aleatorios: Denominados erros de mostraxe propiamente devanditos, nacen da extrapolación incorrecta do resultado individual ou media de varias alícuotas a todo o obxecto. A súa orixe é a heteroxeneidade do material.

Erros accidentais: Prodúcense cando existe un mal funcionamento das ferramentas de mostraxe, manipúlense incorrectamente de forma puntual as mostras tratadas, etc. Por exemplo, que por problemas técnicos a temperatura das mostras non sexa a adecuada.

Os erros accidentais e sistemáticos afectan á exactitude do resultado, mentres que os erros aleatorios afectan directamente á precisión (incerteza) do resultado final. A súa orixe é a heteroxeneidade do material.

O erro global de todo proceso analítico, S_T , depende dos erros aleatorios cometidos en cada etapa deste proceso. Así, en termos de varianza:

$$S_T^2 = S_M^2 + S_A^2$$

Onde S_T é a desviación estándar do proceso global (erro global), S_M é a desviación estándar da operación de mostraxe (erro de mostraxe) e S_A , a desviación estándar do procedemento analítico (erro do procedemento analítico). Unha consecuencia desta ecuación é que se unha das varianzas, é moito máis pequena que a outra, non hai demasiadas variacións na varianza (erro) global ao tentar reducir a máis pequena. En xeral, acéptase que se $S_A < S_M/3$, non ten sentido mellorar a precisión da medida analítica, xa que esa redución non se verá reflectida no erro total.

2. Plan de Mostraxe

É un documento que recolle as condicións para seleccionar, extraer, conservar, transportar e preparar as porcións que se toman do obxecto ou poboación que contén a información requirida para solucionar o problema analítico exposto. Será tanto máis complexo cando maior é o grao de heteroxeneidade da poboación.

Os obxectivos comúns dos plans de mostraxe son:

- Conseguir que a mostra bruta ou primaria conteña a mesma información que a poboación ou obxecto.
- Asegurar que ao pasar da mostra bruta á porción de ensaio mantéñase a estabilidade do/s analito/s a determinar, así como que a súa concentración non varíe nas operacións de submostraxe (paso de mostra bruta a mostra de laboratorio e porción de ensaio).

Para que se cumpran estes obxectivos, os requisitos do plan de mostraxe son os seguintes:

- Informar sobre a natureza da mostra e o seu matriz.
- Informar sobre a instrumentación a utilizar na mostraxe.
- Indicar o numero de submostras necesarias para unha exactitude determinada.
- Presentar un esquema sobre as precaucións a seguir na preparación da mostra.

Na planificación da mostraxe, han de considerarse os seguintes aspectos:

- Cando, onde e como recoller a mostra.
- Quen ten que realizar a toma da mostra.
- Equipos de mostraxe: mantemento e calibración.
- Colectores da mostra: limpeza, adición de estabilizantes e conservación.
- Transporte da mostra.
- Submostraxe.
- Pretratamento da mostra: secado, homoxeneización e manexo da mostra.

- O procedemento a seguir na toma da mostra.
- Selección dos puntos e tempos de mostraxe.
- Número e tipos de brancos a considerar na mostraxe.

O proceso de mostraxe debe estar planificado, detallado e escrito, e debe incluír a resposta ás seguintes cuestións:

- Localización: ¿De que parte do obxecto debe tomarse a mostra?
A resposta a esta pregunta vai depender do obxectivo da mostraxe e do tipo de mostra que se vai a tomar (aleatorias, representativas, compostas, sistemáticas?).
- Tamaño: ¿Que cantidade de mostra hai que tomar?
- Número: ¿Cantas mostraxas hai que tomar?
- O número e tamaño das porcións de mostraxas a tomar depende do erro máximo aceptable (S_M) para esta etapa.

Para contestar as preguntas relativas ao tamaño e número de mostraxas, estudaranse dous casos:

- Materiais heteroxéneos cuxa composición varía ao azar.
- Materiais estratificados.

A toma de mostra é unha das operacións máis complexas no proceso analítico, condicionando por completo a validez dos resultados. En ocasións escapa ao control do laboratorio.

2.1. Materiais heteroxéneos cuxa composición varía ao azar

¿Canto material se require para reducir o erro de mostraxe (S_M) a un nivel desexado?

O método máis utilizado para resolver esta cuestión baséase na utilización da constante de mostraxe de Ingamells. Esta constante fundaméntase no coñecemento de que a desviación estándar entre mostraxas (S_M) diminúe a medida que aumenta o tamaño de mostra. A cantidade de mostra necesaria que proporcione unha S_M pode definirse tendo en conta a ecuación seguinte:

$$K_M = m S_M^2$$

Onde m é o peso de mostra analizada en g, S_M é a desviación estándar da mostraxe (%) e K_M é a constante de mostraxe de Ingamells. Esta constante é característica de cada material e defínese como a cantidade de masa requirida para limitar o erro de mostraxe ao 1%.

¿Cantas mostraxas, correspondentes ao mesmo obxecto necesitamos tomar?

Se toman varias mostraxas dunha poboación heteroxénea, os valores de concentración obtidos deben axustarse a unha desviación normal (Gaussiana). Deste xeito, o valor verdadeiro de concentración dun analito vén dado por:

$$\mu = \bar{X} \pm t \frac{S_M}{\sqrt{n}}$$

Onde t é o estatístico de Student para e o nivel de significación elixido para o test estatístico e $n-1$ graos de liberdade (sendo n , o número de mostrax), S_M a desviación estándar do proceso de mostraxe, μ é o valor verdadeiro e \bar{X} é o valor medio.

A diferenza $\mu - \bar{X}$ é o erro no valor medio que se quere asumir (E). Se se ten isto en conta e reorganízase a ecuación anterior, o número de mostrax necesarias (n) pódese estimar mediante a ecuación:

$$n = \frac{t^2 S_M^2}{E^2}$$

Esta expresión só é válida se se asume que a desviación estándar do procedemento analítico (S_A) é desprezable con respecto á da mostraxe (S_M). S_M e E deben expresarse como erros absolutos ou ambos como erros relativos.

Como inicialmente non se coñece n (non se coñecen os graos de liberdade para obter o valor de t). Por iso, en primeiro lugar, débese obter o valor de t para $n = \infty$ e o nivel de significación elixido, así se estima un primeiro valor de n . Despois, con este primeiro valor calculado para n obtense o primeiro valor de t para $n-1$ graos de liberdade, obtendo de novo un valor para n . O proceso repítese varias veces ata que se obtén un valor constante de n (proceso iterativo).

2.2. Materiais estratificados

¿Canto material se require para reducir a varianza da mostraxe (S_M^2) a un nivel desexado?

Nos materiais estratificados (segregados) a sustancia de interese non está distribuída aleatoriamente. O material pode ter estratos ou cavidades de diferente composición que poden ser reais ou imaxinarios. A mostraxe nos distintos estratos é completamente aleatorio. A varianza na composición da mostra virá dada polo grao de homoxeneidade de cada incremento de mostra e o grao de segregación entre os incrementos de mostra. A teoría de Visman describe esta relación entre a varianza da mostraxe e a heteroxeneidade da poboación segundo a expresión:

$$S_M^2 = \frac{A}{m} + \frac{B}{n}$$

Onde: n é o número de incrementos de mostra; m é o peso de cada incremento de mostra; A é a constante de homoxeneidade (compoñente aleatoria da varianza) e B é a constante de segregación (compoñente de segregación da varianza). Tanto A como B son características dun material dado e adoitan estar tabuladas, ou ben han de determinarse experimentalmente mediante a realización de ensaios preliminares. O erro debido á distribución ao azar pódese reducir aumentando m e/ou n .

O erro debido á segregación só pode reducirse aumentando n (número de incrementos).

3. Operacións previas, preparación da mostra: tipos e riscos

As operacións previas son altamente variables, lentas, laboriosas, perigosas e supoñen unha fonte de erros, xa que se require unha alta participación humana.

A preparación consta dunha serie de etapas, posteriores ás da toma de mostra, nas que se realiza a transformación da mostra bruta ata obter unha forma adecuada para poder ser medida. Ademais da toma de mostra (tratado nos apartados 1 e 2 desta unidade didáctica), as operacións previas inclúen os procesos de pretratamento e tratamento de mostra.

A dificultade do proceso vai depender da análise, do estado de agregación natureza, dispoñibilidade da mostra, e do tipo de analito e a súa concentración.

Os obxectivos son:

- Reducir a cantidade total da mostra e asegurar a súa homoxenización: Pretratamento.
- Transformar o analito nunha especie química facilmente medible: Tratamento.
- Eliminar interferencias: Tratamento.
- Obter o analito a unha concentración adecuada para a súa determinación: Tratamento.

Hai dous problemas:

- Existe unha gran variabilidade de situacións.
- Hai un alto risco de erro, debido á contaminación da mostra, a perda de analitos ou variación da composición química da mostra.

Por todo iso, debemos preservar a integridade da mostra en todas as etapas das operacións previas.

3.1. Pretratamento da mostra

O pretratamento é a etapa intermedia entre a toma e o tratamento da mostra. É dicir, a serie de operacións físicas ás que se somete a mostra bruta para convertela na mostra de laboratorio.

A mostra inicial tomada, non se adoita levar íntegra ao laboratorio, senón que se somete a unha serie de manipulacións previas para reducir o seu tamaño, homoxeneizala, preparala para o seu envasado, envasala adecuadamente e transportala ata o laboratorio sen que perda a súa representatividade.

O pretratamento inclúe as operacións que se realizan sobre a mostra antes de iniciar os procedementos implicados na preparación para a análise: lavado, secado, trituración, pulverización e homoxeneización, división e submostraxe, peneirado, filtración, almacenaxe, transporte e conservación.

- Lavado da mostra:

O lavado da mostra consiste en eliminar a contaminación superficial da mostra, conseguindo así simular procesos habituais na alimentación e poder diferenciar contidos atribuíbles a procesos de absorción e/ou absorción. Os líquidos de lavado máis habituais son a auga, disolucións de ácidos, cloroformo, alcol ou tolueno.

- Secado da mostra:

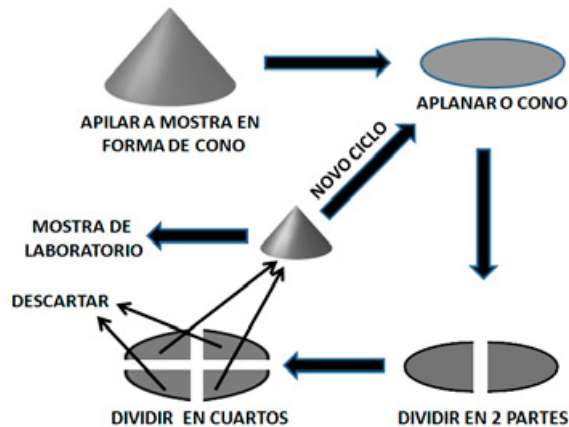
As mostras sólidas conteñen cantidades variables de auga. O seu contido depende de factores como a humidade do ambiente, temperatura e estado de subdivisión. A presenza de auga nas mostras pode provocar modificacións non desexables (reaccións de descomposición, de hidrólise, etc.) na matriz e/ou analito. Para almacenar unha mostra hai que eliminar a auga que conteña. Ademais, os resultados analíticos refírense normalmente a mostras secas (xa que así se teñen en conta posibles descomposicións e perda de volátiles). O proceso de secado adóitase realizar antes das etapas de trituración e homoxeneización, aínda que en moitos casos é recomendable secar de novo a mostra antes da súa análise. As mostras desecadas mantéñense en desecadoiros cun material ou compoñente absorbente da humidade (ácido sulfúrico concentrado, cloruro de calcio anhidro, xel de sílice, alúmina, etc.). As posibilidades para o secado de mostras sólidas son:

 - Ao aire (cambota extractora): existe risco de contaminación por materia particulada. Secado incompleto.
 - Estufa (normalmente 100-110 °C). Procedemento Inadecuado para analitos volátiles e certos metais. As mostras sólidas mantéñense en estufa ata peso constante (variación < 0,0005 g).
 - Liofilización. É o proceso que implica menos riscos de perda de analitos e de contaminación. A liofilización é un proceso de secado en frío por sublimación do xeo a estado vapor mediante baleiro.
- Trituración, Pulverización e Homoxeneización:

Canto máis heteroxénea sexa a mostra máis importancia vai adquirir a etapa de trituración. Unha vez obtida a mostra hai que reducila a un tamaño de partícula uniforme e a continuación reducir o seu tamaño. Recoméndase diminuír o tamaño da partícula o máis posible xa que isto diminúe os erros da análise e facilita a preparación da mostra. Para cantidades de mostra pequenas, utilízase o método de pulverización mediante morteiros e unha maza. Para cantidades de mostra moi grandes procédeuse á trituración mediante trituradores mecánicos. O morteiro de ágata (ou os semellantes de porcelana) están deseñados para triturar pequenas partículas. Tamén se poden usar os muíños de bólas, que son sistemas de moenda que consisten en facer virar enerxicamente bólas de aceiro, ágata ou de cerámica dentro dun recipiente xunto coa mostra ata convertela en po. Para mostras brandas, a trituración pódese realizar manual ou mecanicamente, mediante instrumentos cortantes como muíños de discos, picadoras, etc. No caso de mostras ricas en graxas elásticas, con risco de separación de fases, estas conxélanse en nitróxeno líquido, e despois se trituran manual ou automaticamente. O inconveniente da trituración é que podemos alterar a composición da mostra debido a que xeramos calor (perdendo compostos volátiles), ao aumentar a área superficial, pódese producir contaminación polo material do que está feito o triturador, e perda da mostra en forma de po fino. Por

iso, o tamaño da partícula non debe ser reducido máis do necesario para a homoxeneidade e rápido ataque dos reactivos.

- División e submostraxe:



Serve para reducir o tamaño da mostra mantendo a homoxeneidade, podendo realizarse de forma manual ou mecánica. Manualmente, realízase amoreando o material en forma de cono, e se cuartea xeometricamente, escollendo as partes opostas polo vértice e rexeitándose o resto. Mecanicamente, usando cuarteadores de diferente forma que verten a mostra en dúas metades, selecciónase unha e a outra se rexeita.

- Peneirado:

Realízase para seleccionar o tamaño da partícula. Faise pasando a mostra a través de peneiras con diferente tamaño de malla. As peneiras poden ser de aceiro, latón ou nailon, para non contaminar a mostra.

- Filtración:

Serve para separar partículas en suspensión en mostras líquidas ou gaseosas, para poder analizalas por separado e eliminalas se interfieren na análise da mostra. Faise usando diferentes tipos de filtros e sistemas de filtración.

- Almacenaxe, transporte e conservación da mostra:

Na almacenaxe, transporte e conservación da mostra débense ter unha serie de precaucións para preservar a súa integridade evitando transformacións físicas, químicas e microbiolóxicas. Para iso, é necesario: Etiquetar as mostras para evitar fraudes ou confusións. Embalar ou gardar as mostras de forma que a posibilidade de contaminación ou perdas sexan mínimas. Deste xeito, o material colector cuxa misión é protexer á mostra, debe elixirse de maneira que se evite a súa contaminación e/ou a perda de analitos. Ademais, o colector íllaa da acción da humidade, temperatura, luz, aire, os cales poden causar cambios físicos e/ou químicos na mesma.

En moitos casos, a mostra non se analiza inmediatamente, senón que se almacena durante algún tempo ou se envía dunha localidade a outra. Por tanto, durante este tempo, tamén se debe preservar a súa integridade. As condicións xerais de almacenaxe dependen das propiedades da mostra e da súa estabilidade (luz, temperatura, humidade, etc.). En xeral:

Na etiqueta:

Nome do material
Lugar da mostraxe
Data e hora da toma de mostra
Técnica de mostraxe
Seguridade e precaucións
Número de mostra
Nome da persoa responsable da mostraxe

- Os analitos e as matrices das mostras son máis estables a baixa temperatura.
- Deberase considerar o risco de perda ou ganancia de humidade das mostras.
- Sempre que exista risco de fotodegradación por luz débense gardar na escuridade.
- As mostras non se deben almacenar nunca preto dos patróns concentrados.
- As mostras nas que se van a analizar analitos volátiles téñense que almacenar en colectores ben selados e a baixa temperatura para reducir a presión de vapor destes compostos.
- Antes da análise, a mostra debe reconstituírse ata alcanzar temperatura ambiente.

As funcións do colector da mostra son os seguintes:

- Protexer a mostra dunha posible degradación e/ou contaminación.
- Garantir unha mínima variabilidade dos compoñentes da mostra.
- Non debe contaminar a mostra, nin adsorber analitos nas súas paredes.

Para conservar as mostras durante longos períodos de tempo nos seus recipientes é recomendable:

- Que o aire contido no espazo libre do recipiente sexa mínimo.
- Que o material sexa hidrófobo.
- Que a súa superficie sexa lisa e non porosa.

Hai tres grandes tipos de colectores, cuxos peches e tapóns deben ser do mesmo material do recipiente e deben proporcionar peche hermético:

- Polímeros: polietileno, cloruro de polivinilo (PVC), polipropileno e Teflón. Utilizados para o almacenamento de mostras para análise elemental.
- Cerámicos: cuarzo, borosilicato (cristal), porcelana, etc. Recomendado na análise de compostos de natureza orgánica.
- Metálicos: aluminio, aceiro inoxidable, etc.

A elección do colector dependerá fundamentalmente de:

- Estado da mostra (sólido, líquido ou gas).
- Tipo de analito que se vai a determinar (orgánico, metais, etc.).
- A natureza do recipiente (características físicas e químicas).

3.2. Tratamento da mostra

O tratamento son unha serie de pasos necesarios para converter a mostra nunha forma adecuada para a súa medida. Estes pasos son de natureza química. Poden estar implicados os seguintes procesos:

- Disolución: É o máis importante. A maioría dos métodos analíticos requiren que a mostra se atope en disolución.
- Separacións: Entre o analito e as interferencias.
- Preconcentración: Faise se a concentración do analito é inferior ao límite de detección do método.
- Reaccións químicas: Transformar o analito en algo medible.

Esta é unha etapa determinante no proceso analítico, representa máis do 60% do tempo requirido para a totalidade da análise e pode englobar gran número de procedementos que poden estar afectados por erros.

3.2.1. Tratamento da mostra cuxo obxectivo é determinar analitos inorgánicos (análise elemental)

A maioría das técnicas analíticas permiten medir a presenza de analitos só en disolucións non orgánicas. Normalmente, tamén é preciso destruír a materia orgánica presente na mostra. A operación máis habitual é a dixestión das mostras: solubilización completa da mostra e destrución da materia orgánica.

O método que se utilice para disolver a mostra dependerá de:

- A natureza da mesma.
- O tratamento a que vai ser sometida posteriormente.

En xeral, cando se realiza este proceso, débense ter en conta unha serie de consideracións:

- A mostra debe estar reducida a un po fino para facilitar a disolución.
- O disolvente elixido debe disolver completamente á mostra.
- Debe terse en conta a posible interferencia do disolvente na medida final.
- As impurezas do disolvente poden afectar o resultado da análise.
- Durante a disolución poden producirse perdas dalgúns compoñentes volátiles da mostra, sobre todo se se realiza o proceso a elevada temperatura.

¿Como se dixire/disolve unha mostra?

- A) Procedementos por vía húmida
- B) Procedementos por vía seca: calcinacións
- C) Fusións

A) Procedementos por vía húmida:

Aplicables a mostras sólidas de natureza orgánica e inorgánica. Tamén a mostras líquidas complexas: auga residual, fluídos biolóxicos.

Unha masa coñecida de mostra ponse en contacto con disolvente adecuado, nun recipiente inerte, e aplícase enerxía para converter a

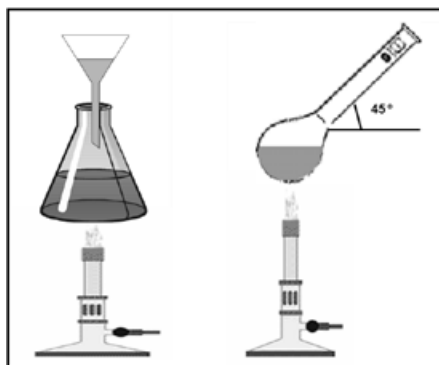
mostra sólida nunha disolución. O dixerido débese levar a un volume final constante antes de levar a cabo o proceso de determinación. O recipiente debe permanecer inalterado. É preciso considerar a posibilidade de perdas por volatilidade dalgúns elementos químicos.

¿Con que dixerir/solubilizar a mostra?

- Sistemas sen reacción química: A mostra é completamente soluble nun disolvente compatible co sistema de medida. Ex. auga. O proceso transcorre en frío ou en quente. Este disolvente presenta varias vantaxes:
 - O proceso de disolución non adoita producir perdas de analito.
 - Non se producen ataques nas paredes do recipiente onde se realiza a disolución.
 - O proceso presenta menos riscos para o analista.
- Sistemas con reacción química: Implican a utilización de ácidos, mesturas de ácidos, ácidos e axentes oxidantes e/ou complexantes. As reaccións implicadas na disolución das mostras son: ácido-base, redox e formación de complexos. O poder de disolución dun ácido aumenta co seu punto de ebulición.

Posibilidades para realizar as dixestións por vía húmida:

- Dixestións por vía húmida en recipientes abertos: A sustancia que se vai disolver colócase no fondo dun erlenmeyer e o ácido engádesse a través dun embude. O embude non impide a saída dos gases e impide a proxección de partículas ou de líquido. A sustancia tamén pode disolverse nun matraz de fondo redondo e pescozo longo (tipo Kjeldahl) que se mantén inclinado 45°. As pingas de líquido proxectadas pola ebulición chocan contra as paredes e volven caer na disolución. Os vapores circulan libremente polo pescozo do matraz.



- Dixestións por vía húmida en recipientes presurizados
Utilízanse bombas a presión, as cales reducen drasticamente os tempos requiridos para a disolución debido para o efecto conxunto de elevada temperatura e presión (150-220°C e ata 40 atm). Unha vantaxe das bombas, é que se deixan arrefriar antes de abrirse, o cal impide a perda

de moitos compostos volátiles. As bombas de dixestión para quecemento convencional (forno ou baño de area) están recubertas de aceiro e o recipiente interior onde se coloca a mostra e a disolución disolvente adoita ser de Teflón. Con todo, se se utiliza enerxía de microondas, o recubrimento é de plástico duro.

A utilización de enerxía de microondas (300 a 300000 MHz) para realizar o proceso de disolución, presenta tamén vantaxes:

- A radiación de microondas non posúe características ionizantes.
- Non produce cambios na estrutura molecular.
- Causa movemento das moléculas por migración de ións e rotación de dipolos.
- Quecemento máis rápido se se compara co tradicional (condución), xa que os recipientes son transparentes á radiación de microondas.
- O proceso é facilmente automatizable.

B) Procedementos por vía seca calcinacións:

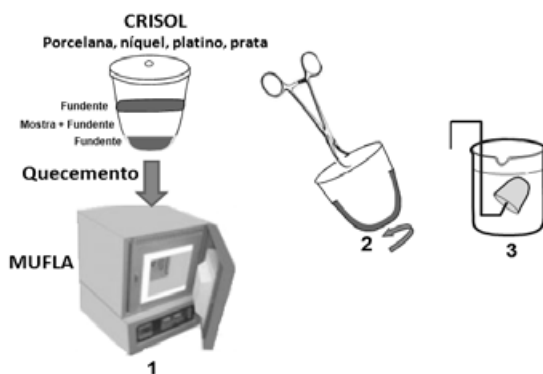
Este procedemento é tamén denominado incineración ou mineralización. Son os métodos máis sinxelos para descompor a materia orgánica. Calcínase o material orgánico en corrente de aire ou osíxeno a temperatura elevada (400-700 °C). Poden realizarse en recipientes abertos ou pechados:

En recipientes abertos: Utilízanse cápsulas ou crisois abertos. Quéntase a sustancia contida no recipiente ata que toda a materia orgánica se oxide a CO_2 . O quecemento realízase nun forno (mufla) ou á chama ata que se obteñan unhas cinzas brancas (residuos brancos inorgánicos compostos por óxidos metálicos, sulfatos non volátiles, fosfatos, silicatos, etc.). Terminada a calcinación, as cinzas disólvense no menor volume posible de ácido clorhídrico 1:1 (aproximadamente 6M) en quente, e posteriormente transfírese a un matraz aforado. Os inconvenientes deste proceso son: posibles perdas de partículas por arrastre mecánico, debido ás correntes de convección de aire, risco de contaminación elevado (contacto co ambiente) e risco de perda de elementos por volatilidade. Aínda que estes inconvenientes minimizar engadindo reactivos estabilizantes que fixen os compoñentes volátiles.

En recipientes pechados: Combustión en frasco de osíxeno (método de Schöniger): Realízase a combustión da mostra nun recipiente pechado enriquecido con osíxeno. Os produtos de reacción absórbense nun disolvente adecuado antes de abrir o frasco de reacción.

C) Fusión (disgregación):

Utilízase cando as mostras non son atacables polos ácidos, é dicir, trátase do último recurso para disolver mostras inorgánicas moi refractarias (cementos, aluminatos, silicatos, aliaxes, algúns óxidos, etc.). É un proceso químico que dá lugar a elevadas temperaturas orixinando cambios drásticos na mostra que se transforma noutro produto quimicamente diferente e máis facilmente soluble en ácidos.



Procedemento: 1) Fusión: ten lugar a unha temperatura elevada (ata 1200 °C), 2) Distribución do fundente nas paredes do crisol onde se realiza a fusión, 3) Disolución co disolvente apropiado (xeralmente un ácido diluído). Tipos de fundentes: alcalinos (exemplo carbonato sódico) adóitanse utilizar con materiais como a sílice ou silicatos, e ácidos (exemplo piro-sulfato, borax) adóitanse utilizar con materiais básicos, como óxidos de metais alcalinos ou alcalinotérreos.

3.2.2. Tratamento da mostra cuxo obxectivo é determinar analitos orgánicos

Hai que usar métodos que non destrúan ou alteren aos analitos, é dicir, a preparación da mostra non pode alterar a composición molecular dos compostos. Polo que as condicións de preparación teñen que ser máis suaves que en análise elemental. O método a utilizar dependerá do tipo de analito a determinar e da matriz na que se atope. A maioría das mostras caracterízanse por ser demasiado complexas, atoparse o analito en baixa concentración, e ser incompatibles co sistema de medida, xa que a maioría das técnicas de determinación permiten medir a presenza de analitos só en disolucións orgánicas. No caso de mostras sólidas prodúcese unha solubilización dos analitos mentres que a matriz sólida permanece intacta. Ademais hai que ter en conta que a selectividade dalgunhas técnicas é menor que no caso de análise elemental e que é relativamente habitual transformar os analitos noutras especies químicas.

Os métodos de preparación de mostras para a determinación de analitos orgánicos poden incluír: separacións e reaccións químicas.

Separacións: Son técnicas analíticas baseadas na transferencia de materia entre dúas fases. A materia transferida pode ser o analito ou a interferencia. Os obxectivos poden ser eliminar interferencias (incremento da selectividade) e/ou realizar unha preconcentración (incrementar a sensibilidade).

As técnicas de separación máis utilizadas son:

Mostras sólidas:

- Extracción Soxhlet.
- Extracción con fluídos presurizados.

- Extracción asistida por microondas.
- Extracción con fluídos supercríticos.

Na súa maioría baséanse no uso de disolventes capaces de difundirse na mostra sólida e solubilizar aos analitos.

Mostras líquidas:

- Extracción líquido-líquido.
- Diálise.
- Destilación.
- Extracción en fase sólida.

Baséanse na transferencia cuantitativa dos analitos desde a mostra a un disolvente inmisible con esta e compatible coa técnica de determinación.

As reaccións químicas poden ser:

- Non analíticas (enmascaramento): teñen como finalidade eliminar interferencias, non se utilizan para a medida final.
- Analíticas (derivatización): teñen como finalidade a modificación química do analito para transformalo nun produto máis facilmente medible.

ACTIVIDADES PROPOSTAS

- Buscar información sobre lexislación e normas existentes de organismos oficiais para realizar a toma de mostra.
- Buscar información e vídeos sobre métodos e equipos para realizar a toma de mostra de obxectos sólidos, líquidos e gases.
- Visualizar vídeos que mostren operacións de pretratamento da mostra.
- Visualizar vídeos que mostren operacións de tratamento da mostra.

AVALIACIÓN DA UNIDADE DIDÁCTICA

Na avaliación do proceso de aprendizaxe do alumnado que se realizará ao longo de toda a Unidade Didáctica terase en conta:

- A observación do traballo diario na aula como unha información fundamental para a avaliación xeral do alumnado.
- O traballo en grupo: participación e achega de cada membro, organización e calidade das actividades desenvolvidas.

Esta información completárase co traballo individual: onde se verá a superación das dificultades e os avances conseguidos. Para isto, cada estudante elaborará un cartafol no que incorporará: as actividades realizadas e a contestación ás cuestións de autoavaliación e a resolución dos exercicios numéricos do tema. Deste xeito, o alumnado será avaliado positivamente se:

- Participa activamente nos seminarios e titorías.
- Realiza correctamente de xeito individual polo menos dúas das actividades propostas.

- Contesta correctamente ao 75% das cuestións de autoavaliación e resolve correctamente o 75% dos exercicios numéricos do tema.
- Engade e realiza actividades extra que lle axuden a mellorar a comprensión da Unidade Didáctica.

ANEXOS

Anexo 1. Cuestións de autoavaliación

- 1) ¿Cal é o principal obxectivo do proceso de mostraxe?
- 2) ¿En que consiste a mostraxe?
- 3) Pór tres exemplos concretos de obxectos homoxéneos.
- 4) Pór tres exemplos concretos de obxectos heteroxéneos.
- 5) Pór dous exemplos concretos onde o obxecto sexa a mostra de análise.
- 6) En obxectos heteroxéneos, en que se diferencian a mostra bruta e a mostra de laboratorio?
- 7) ¿Que criterios se aplican para clasificar os distintos tipos de mostrax?
- 8) ¿Cales son os erros máis importantes que se poden producir no proceso de mostraxe e a que se deben?
- 9) Se o erro de mostraxe é do 20% e o erro da análise é do 5%, ten sentido tentar aumentar a precisión da análise ao 1% para diminuír o erro global?
- 10) ¿Que cuestións deberá resolver a estratexia da mostraxe?
- 11) En materiais heteroxéneos cuxa composición varía ao azar, ¿como se pode facer diminuír o erro de mostraxe?
- 12) ¿Como se calculan as constantes de mostraxe?
- 13) Nos procesos de pretratamento e tratamento das mostrax incluídos nas operacións previas pódense cometer erros, os cales se deben evitar ¿Cales son estes erros?
- 14) Cando hai que manexar distintas mostrax non todas se tratan da mesma maneira, ¿de que factores depende o seu tratamento?
- 15) ¿Cal é a diferenza entre tratamento e pretratamento da mostra?
- 16) ¿Para que se fai o proceso de submostraxe?
- 17) ¿Por que é necesario reducir o tamaño da mostra, e no seu caso, o tamaño de partícula?
- 18) Enumerar que proceso(s) de pretratamento se incluíría(n) para mostrax de auga de mar.
- 19) ¿De que material debe ser o material colector de mostrax de auga de mar se nelas vanse a determinar analitos orgánicos?
- 20) Enumerar que proceso(s) de pretratamento se incluírían para mostrax de comprimidos farmacéuticos.
- 21) ¿Con que aparello se reduce o tamaño de partícula de mostrax de material de coiro ou plástico?
- 22) ¿Que consideracións hai que ter en conta no proceso de preparación da mostra?

- 23) ¿Que método de secado de mostra escollería se se quere determinar nesa mostra un analito volátil?
- 24) ¿Que vantaxes presenta a dixestión/disolución de mostras en recipientes pechados fronte a recipientes abertos?
- 25) ¿Que condicións debe ter o proceso de preparación da mostra cando se ten que determinar un analito orgánico?
- 26) Enumerar o/os proceso(s) de tratamento que se incluírían para mostras de mexillóns se se quere determinar ferro.
- 27) ¿De que material debe ser o colector de mostras de mexillóns se se quere determinar ferro?
- 28) Enumerar que proceso/s de tratamento se incluírían para mostras de rocas contendo silicatos se se quere determinar ferro.
- 29) Enumerar que proceso(s) de tratamento se incluírían para mostras de sal de mesa se se quere determinar cloruro.
- 30) Enumerar que proceso(s) de tratamento se incluírían para mostras de mexillóns se se quere determinar compostos orgánicos como bifenilos policlorados (PCBs).

Anexo 2. Exercicios numéricos

- 1) Para efectuar a análise de proteínas en penso dispónse dun saco de 30 kg para realizar a toma de mostra. Se se sabe que a desviación típica da operación de mostraxe é $\pm 5\%$, e a desviación típica do procedemento analítico é $\pm 2\%$. a) ¿Cal é a desviación típica global? b) ¿A que valor debe reducirse a desviación típica da operación de mostraxe para que a desviación típica global sexa $\pm 3\%$?
Solución: a) 5,4%; b) 2,2%
- 2) Preténdese determinar potasio nunha mestura que contén nitrato e cloruro potásico. Sabendo que a constante de mostraxe para esta mostra heteroxénea ten un valor de 15. a) Calcular a cantidade de mostra que hai que tomar para obter unha desviación estándar do proceso de mostraxe do 2%. b) Utilizando o tamaño de mostra determinado anteriormente, calcular cantas mostras deben analizarse para asegurar co 95% de confianza que a media se coñece cunha marxe de erro do 1%.
Solución: a) 3,75 g; b) 18
- 3) Para realizar a análise de chumbo en auga de mar da Praia de Samil determinouse de maneira experimental a constante de mostraxe para esta mostra, resultando ser de 20. Nesta zona cunha salinidade do 35o/oo, a densidade da auga de mar é de 1,0267 g/mL. a) ¿Que volume de mostra de auga hai que tomar para que a desviación estándar do proceso de mostraxe sexa do 2%? b) ¿Cantas mostras se deben analizar para que cunha desviación estándar do proceso de mostraxe do 2% a media se determine cun erro do 1,5% co 90% de confianza?
Solución: a) 4,9 mL; b) 7

- 4) Analizouse cobre nun mineral altamente segregado. Para iso tomáronse 20 mostras de 0,2 g e obtívose unha desviación estándar do proceso de mostraxe do 21,7 %. Noutra experiencia 7 mostras de 20 g deron unha desviación típica do 10,3 %. ¿Cantas mostras de 1 g haberá que tomar se se quere que a desviación estándar do proceso de mostraxe sexa do 10%?
Solución: 24
- 5) No estadio de Riazor colocáronse dúas zonas distintas de céspede co obxecto de comprobar a súa resistencia. Cada unha delas presenta unha composición distinta en especies de gramíneas (zona 1: 60% Festuca, 40% Ray Grass e zona 2: 30% Festuca Rubra, 40% Ray Grass, 30% Poa Trivialis L.). Se se desexa realizar a determinación de nitratos na herba do céspede de Riazor, e sabendo que nunha mostraxe preliminar se determinou que a constante de homoxeneidade (A) e a constante de segregación (B) para o céspede eran 1815 e 987, respectivamente. ¿Cantas mostras de 5 g haberá que tomar se se quere que a desviación estándar do proceso de mostraxe sexa do 15%?
Solución: 6

Anexo 3. Tarefas para facer en grupo

— DESEÑO DUN PLAN DE MOSTRAXE 1

Coa idea de ornamentar a fachada e os arredores da Facultade de Química da USC (marcados como zonas A, B, C e D na fotografía) pensouse por unha serie de plantas.



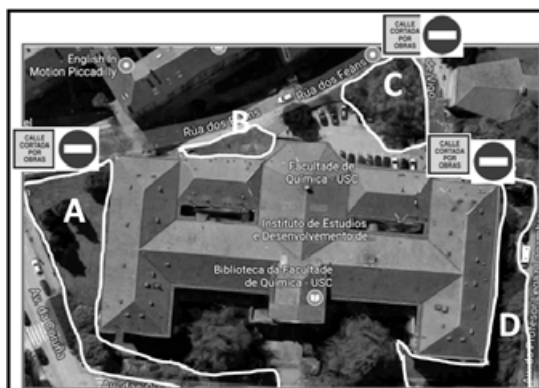
Obxectivo: Coñecer as características do chan próximo á Facultade para seleccionar as plantas máis aptas.

Para iso, analizaranse no chan unha serie de parámetros: pH, humidade, materia orgánica, nitróxeno, potasio, fósforo, calcio, magnesio, sodio, manganeso e ferro.

Cuestións:

- 1.- ¿Cal é o obxecto?
- 2.- ¿Cal é/son o/os analito/s?
- 3.- ¿Que método de mostraxe escollería?

— DESEÑO DUN PLAN DE MOSTRAXE 2



Coa idea de ornamentar a fachada e os arredores da Facultade de Química da USC (marcados como zonas A, B, C e D na fotografía) pensouse plantar unha serie de plantas. Como se observa na figura, non se pode acceder ás zonas B e C por estar cortada a zona por obras.

Obxectivo: Coñecer as características do chan próximo á Facultade para seleccionar as plantas máis aptas.

Para iso, analizaranse no chan unha serie de parámetros: pH, humidade, materia orgánica, nitróxeno, potasio, fósforo, calcio, magnesio, sodio, manganeso e ferro.

Cuestións:

- 1.- ¿Cal é o obxecto?
- 2.- ¿Cal é/son o/os analito/s?
- 3.- ¿Que método de mostraxe escollería?

— DESEÑO DUN PLAN DE MOSTRAXE 3



No río Umia apareceu unha vertedura que pode proceder dalgunha das industrias próximas ao lugar onde se detectou.

Obxectivo: Coñecer que é e quen causou a vertedura.

Cuestións:

- 1.- ¿Cal é o obxecto?
- 2.- ¿Cal é/son o/os analito/s?
- 3.- ¿Que método de mostraxe escollería?

— DESEÑO DUN PLAN DE MOSTRAXE 4



Quérese realizar un estudo da contaminación do aire no Campus Vida e un dos lugares onde se pretende determinar a calidade do aire é na Avda. das Ciencias onde se atopa a Facultade de Química.

Obxectivo: Coñecer a calidade do aire.

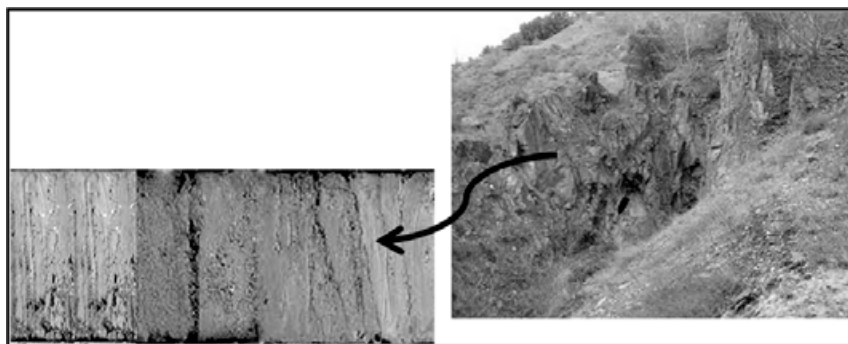
Para iso, analizaranse no aire unha serie de parámetros: monóxido de carbono, dióxido de xofre, monóxido de nitróxeno, dióxido de nitróxeno e compostos orgánicos volátiles.

Cuestións:

- 1.- ¿Cal é o obxecto?
- 2.- ¿Cal é/son o/os analito/s?
- 3.- ¿Que método de mostraxe escollería?

— DESEÑO DUN PLAN DE MOSTRAXE 5

Quérese saber se compensa realizar a explotación dunha mina de volframio. Nunha exploración da roca obsérvase o que se mostra na foto.



Obxectivo:

Determinar o % de W na roca.

Cuestións:

- 1.- ¿Cal é o obxecto?
- 2.- ¿Cal é/son o/os analito/s?
- 3.- ¿Que método de mostraxe escollería?

BIBLIOGRAFÍA

- CÁMARA, C.; FERNÁNDEZ, P.; MARTÍN-ESTEBAN, A.; PÉREZ CONDE, C.; VIDAL, M. (2002): *Toma y tratamiento de muestras*, Madrid, Síntesis.
- CHRISTIAN, G.D. (2008): *Química Analítica (6ª Ed.)*, Madrid, McGraw Hill.
- HARRIS, D.C. (2007): *Análisis químico cuantitativo (3ª Ed.)*, Barcelona, Reverté.
- HARVEY, R; MERMET, J.M.; OTTO, M.; VALCÁRCEL, M.; WIDMER H.M.. (2004) *Analytical chemistry (2ª Ed.)*, Weinheim, Wiley-VCH.
- CHRISTIAN, G.D. (2008): *Química analítica (6ª Ed.)*, Madrid, McGraw Hill.
- RUBINSON, J.F., RUBINSON, K.A.. (2000) *Química analítica contemporánea*, México, Pearson Educación.
- SKOOG, D.A.; WEST D.M.; HOLLER F.J.; CROUCH S.R.(2005): *Fundamentos de química analítica (8ª Ed.)*, Madrid, Thomson-Paraninfo.
- YEBRA, M.C., MOREDA, A. (2010): *Química analítica I*, Santiago de Compostela, Tórculo Artes Gráficas, S.A.

Ligazóns a vídeos de internet

Vídeo para explicar como facer unha recollida de mostras:

<https://www.youtube.com/watch?v=QBZHxTavR0gf> [citado 23 mar 2018]

Vídeo explicativo para a toma de mostras para análise de auga da billa:

https://www.youtube.com/watch?v=i7N5Ja_KEz4 [citado 23 mar 2018]

Toma de mostra e análise de auga de mar:

<https://www.youtube.com/watch?v=xXE53irzs6s> [citado 23 mar 2018]

Toma de mostra de aire:

<https://www.youtube.com/watch?v=8o4ftbf3EFU> [citado 23 mar 2018]

Mostraxe de solos:

https://www.youtube.com/watch?v=_eQjQJNH2Y [citado 23 mar 2018]

Trituradora de mandíbulas:

https://www.youtube.com/watch?v=_B776VdQArQ [citado 23 mar 2018] [citado 23 mar 2018]

Muíño de discos:

<https://www.youtube.com/watch?v=x1ZHNQphDr0> [citado 23 mar 2018]

Muíño de bólas:

https://www.youtube.com/watch?v=paTf1be_rcs [citado 23 mar 2018]

Peneirado de mostras:

<https://www.youtube.com/watch?v=pcNZlWjG8Cg> [citado 23 mar 2018]

Secado en desecadoiro:

https://www.youtube.com/watch?v=Bn21PGu_aRc [citado 23 mar 2018]

Secado en estufa:

<https://www.youtube.com/watch?v=BeCLukf6RvY> [citado 23 mar 2018]

Sistemas de dixestión ácida acelerada por microondas:

<https://www.youtube.com/watch?v=V8hYsFcqGNM> [citado 23 mar 2018]

Mineralización Kjeldahl:

<https://www.youtube.com/watch?v=i5e3VovNxB4> [citado 23 mar 2018]

Disgregación das mostras (fusión):

https://www.youtube.com/watch?v=_iLfyPMBDs [citado 23 mar 2018]

Extracción Soxhlet

<https://www.youtube.com/watch?v=fCK1awi0A7s> [citado 23 mar 2018]

Extracción líquido-líquido (LLE)

<http://www.youtube.com/watch?v=vcwfhDhLiQU> [citado 23 mar 2018]

Extracción en fase sólida (SPE)

<https://www.youtube.com/watch?v=HPv84wOBxnA> [citado 23 mar 2018]



Unha colección orientada a editar materiais docentes de calidade e pensada para apoiar o traballo do profesorado e do alumnado de todas as materias e titulacións da universidade

unidadesdidácticas
UNIVERSIDADE DE SANTIAGO DE COMPOSTELA