

---

---

# Pretratamiento de la muestra

— Taller de preparación de muestras —  
para Análisis - 2019

---

---

# Introducción

En contadas ocasiones la muestra llega al laboratorio y se analiza directamente, sin aplicarle un tratamiento previo para prepararla para el análisis.

El **pretratamiento de la muestra** es el conjunto de operaciones a las que se somete una muestra desde que llega al laboratorio hasta que comienza el procedimiento de análisis. Estas operaciones tienen como propósito la homogeneización (triturar, moler y mezclar) y su puesta en solución, y dependen de sus características fisicoquímicas y del método analítico escogido para su análisis.

# Mineral

Un mineral se tritura en en pequeños trozos, y se muele para obtener un polvo fino, bien mezclado, homogéneo. Seguidamente, se intenta disolver con solventes de uso común. Si no se consigue se aplican tratamientos más agresivos, en los que intervienen: reactivos químicos y cambios (aumentos) en temperaturas y presión.

- Molienda
- Mezcla
- Disolución



# Molienda

La variabilidad en una muestra sólida se minimiza reduciendo el tamaño de partícula. La superficie de un sólido aumenta si reducimos su tamaño, así se facilita su disolución, reactividad y se mejora la capacidad de extracción de las sustancias que la componen.

---

# Molienda

Diferente naturaleza: alimentos, vegetales, animales, suelo, minerales, productos químicos, etc., algunos son duros, quebradizos, fibrosos y con diferente grado de humedad.

La fragmentación de los materiales se consigue por:

- compresión (cascanueces)
- impacto (martillo)
- fricción (lima)
- corte (tijera)

# Molienda



Mortero

# Mortero

Se utiliza para triturar, moler y mezclar pequeñas cantidades de sólidos mediante movimientos de presión y rotación.

- De ágata: son muy duros (6,5 en la escala de Mohs) y tienen resistencia a la abrasión.
- De acero y porcelana: se usan para sustancias duras, minerales y productos.
- De vidrio: para sustancias pastosas.



# Mezcla

Es una operación de laboratorio que consiste en poner en contacto sustancias de tal manera que cualquier porción tomada al azar después de la operación tenga la misma composición.

---

# Mezcla

- La mezcla de **líquidos** se lleva a cabo con **agitadores**.
- Las muestras **sólidas** se mezclan completamente para asegurar la **distribución al azar de sus componentes**. Las características físicas de los sólidos que influyen en la operación son: la forma, el tamaño y la densidad. Cuanto más semejante sea el tamaño de partícula de los sólidos mejor se mezclarán. Un sólido húmedo puede formar grumos y aglomerados. Método convectivo y difusivo. Molino de bolas o mezclador en V.

# Agitadores



Agitador de vórtex  
Agitador de varilla mecánico  
Agitador magnético  
Mezclador en V



# Disolución de la muestra

La mayoría de los métodos de análisis requieren que la muestra se encuentre en disolución.

El agua es un buen solvente para muchas sales inorgánicas.

Las muestras orgánicas se disuelven frecuentemente en solventes orgánicos comunes como el metanol, diclorometano, tolueno o hexano.

---

# Disolución de la muestra

CUADRO 5.2  
Comportamiento de algunas sales inorgánicas frente al agua

Sales inorgánicas	Solubilidad
Nitratos	Todos
Cloruro	Todos solubles menos el cloruro de plata, el de plomo soluble en caliente
Sulfato	La mayoría solubles, los de calcio, mercurio y plata poco solubles, los de plomo y bario insolubles
Carbonatos	Todos insolubles menos los de sodio, potasio y amonio
Hidróxidos	Los hidróxidos de calcio y bario poco solubles y muchos de los metales de transición insolubles
Sulfuro	Todos insolubles menos los de sodio, potasio, calcio, bario y magnesio
Yoduro y bromuro	Solubles, excepto los de plata, mercurio, cobre y plomo

# Disolución de la muestra

- Agua a temperatura ambiente
- Agua a alta temperatura
- Ácido clorhídrico 3 mol/L
- Ácido clorhídrico concentrado
- Ácido sulfúrico
- Agua regia: ácido nítrico y clorhídrico (1:3)

# Disolución de la muestra

CUADRO 5.3  
Ácidos y bases para la disolución de la muestra

Solución	Uso y propiedades
Ácido clorhídrico	Metales, óxidos, carbonatos, fosfatos y sulfuros Ácido fuerte, no oxidante y formador de complejos solubles en agua
Ácido nítrico	Metales, destruye la materia orgánica Ácido fuerte, oxidante y poco complejante
Ácido sulfúrico	Metales, deshidrata, destruye la materia orgánica Ácido fuerte, oxidante en caliente y destruye la materia orgánica
Ácido fluorhídrico	Silicatos Ácido débil y muy complejante
Ácido perclórico	Metales, destruye la materia orgánica Ácido fuerte, muy oxidante en caliente
Agua regia	Metales nobles como el oro y el platino Mezcla 3:1 en volumen de ácido clorhídrico y ácido nítrico, presenta propiedades oxidantes y complejantes
Hidróxido de sodio	Aluminio y óxidos anfóteros de estaño, plomo, zinc y cromo Base fuerte

# Disolución por fusión

Algunas muestras inorgánicas también se resisten a disolverse con ácidos o sus mezclas, entonces se precede a la fusión con fundentes (disgregación) para hacerlos solubles.

Se mezcla la muestra con el fundente y se calienta en un crisol de cuarzo, porcelana, níquel, acero, platino, etc., a temperaturas entre 300-1200 °C en un horno de mufla.





# Mineralización de la muestra

Para el análisis inorgánico de las muestras biológicas, como tejidos animales, vegetales, u orgánicos, en primer lugar se **elimina la materia orgánica** convirtiéndola en compuestos volátiles. Las técnicas que se aplican para tal fin se clasifican según sean por vía seca (combustión o calcinación) o por vía húmeda.

**Calcinación:** en un crisol de porcelana o platino, se somete a elevadas temperaturas (400-700 °C) dentro de un horno eléctrico o mufla. El dióxígeno del aire ejerce como agente oxidante, quema la materia orgánica dejando en el crisol el residuo inorgánico. Con esta técnica se pueden recuperar elementos traza como Pb, Cr o Fe de las muestras orgánicas. El residuo se trata con HCl "caliente" y se siguen los procedimientos de análisis en cada caso concreto.

# Mineralización de la muestra

La **mineralización por vía húmeda** se lleva a cabo aplicando un ácido oxidante a ebullición o con mezclas de ácidos: nítrico, sulfúrico o perclórico. Los ácidos oxidan la materia orgánica a  $\text{CO}_2$  generando otros productos volátiles que se evaporan dejando en el recipiente las sales inorgánicas.

La digestión con ácido sulfúrico es un método habitual para la **determinación de nitrógeno en muestras orgánicas y biológicas**. El **método Kjeldhal** consiste en mineralizar la muestra en presencia de ácido sulfúrico caliente, con la intervención de sales, oxidantes y catalizadores para agilizar el proceso. Los compuestos nitrogenados se transforman en amonio. Seguidamente, la muestra se alcaliniza y destila, recogándose amoníaco sobre una solución ácida. El exceso de ácido de la solución se titula y se determina la cantidad de nitrógeno de la muestra.

# Disolución de la muestra asistida con microondas

Un modo de agilizar el proceso para solubilizar la muestra, es introducirla en un recipiente cerrado y calentarlo en un horno de microondas. Los recipientes utilizados para la digestión con microondas son de teflón o sílice fundida, son estables a temperaturas elevadas (200 y 300 °C), resistentes químicamente y transparentes a la radiación.

Al realizar el proceso en un proceso cerrado, no se pierden los compuestos volátiles.

# Bibliografía consultada

Pérez Almiñana, V. (2014). *Muestreo y preparación de la muestra*. Madrid, España: Síntesis.