

Guía Pedagógica – Nivel Secundario

Establecimiento educativo: Escuela Agrotécnica Prof. Ana Pérez Ciani

Docentes: María Rosa Arenas – Nora Salinas.

Curso: Sexto año – Ciclo Orientado.

Turno: Tarde.

Espacio curricular: Química Analítica.

Tema: Muestreo.

Objetivo:

Que el alumno logre adquirir los conocimientos necesarios para poder extraer la muestra que ha de ser analizada.

En relación a las distintas técnicas de muestreo: reconocer y poder elegir la correcta, al momento de tener que recoger una muestra.

Muestreo

Es un proceso que consiste en extraer de una población un número de individuos que serán examinados. Este es un procedimiento estadístico del que luego se obtienen conclusiones respecto de la composición de una gran cantidad de material, a partir del análisis de una reducida porción del mismo.

- **Implicancia**

El proceso de muestreo implica una serie de operaciones tales como trituración, molienda, etc. Cada operación contribuirá al error del proceso analítico, por lo que resulta importante comprender los principios básicos que implica el muestreo, a fin de que la exactitud del mismo resulte adecuada al problema en cuestión.

El resultado analítico puede depender del método usado, pero siempre depende del tipo de plan de muestreo seleccionado. Si el error de muestreo está en el orden de los 2/3 del error puede total, cualquier intento de reducir el error analítico es de poco valor.

Una muestra que se envía al laboratorio para análisis cuantitativo debe ser REPRESENTATIVA del material o producto del cual ha sido extraída. Ser representativa significa que la magnitud de la propiedad particular que se evalúa es la misma en la muestra que en el total del material.

Para materiales uniformes, ej: una solución clara, cualquier porción es obviamente representativa, mientras que para materiales no uniformes, ninguna porción o unidad puede ser considerada como representativa, por lo que habrá que seleccionar un número de porciones para constituir la muestra, esperando que el valor promedio de la propiedad evaluada en la muestra sea igual al valor que se hubiera encontrado en el total del material si este hubiese sido analizado por completo. Que esto se logre depende del número de porciones en la muestra y como hayan sido seleccionadas. El procedimiento más adecuado para alcanzar este objetivo, es el muestreo probalístico o aleatorio, denominado así porque en él se aplican las leyes de la probabilidad.

El muestreo no aleatorio es el proceso de selección muestral que se basa en consideraciones distintas a la probabilidad, como por ej.: un juicio experto, la conveniencia u otros criterios.

En química analítica los dos procedimientos de muestreo aleatorio más usados son:

- 1- Muestreo aleatorio simple o no restringido.
- 2- Muestreo aleatorio estratificado o restringido.

El muestreo aleatorio simple es un proceso de selección de una muestra, donde todos y cada uno de los ítems de la población tienen una oportunidad igual e independiente de ser incluidos en la muestra.

El muestreo aleatorio estratificado es el proceso que requiere que la población este dividida en grupos homogéneos o clases llamados "estrato". La muestra estará formada por sub-muestras extraídas de cada grupo o estrato por muestreo aleatorio simple.

- Muestreo de solidos

En forma gral. Consta de las siguientes etapas:

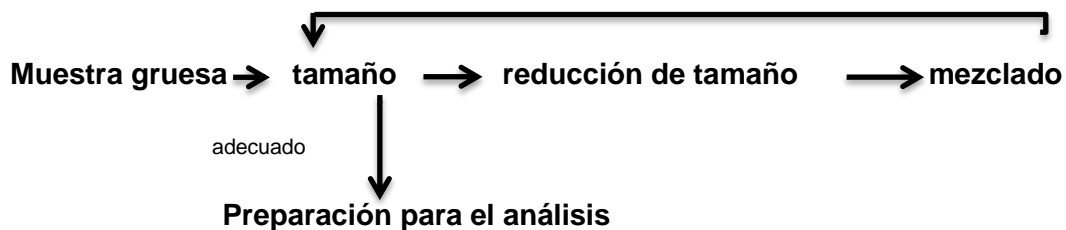
- 1- Etapas "Recolección de la muestra gruesa"

Se obtiene la muestra gruesa por combinación de un gran número de incrementos de material, cada uno de los cuales se denomina "unidad de muestra ". Estas deben ser todas del mismo tamaño, y recolectadas de tal forma que se elimine cualquier chance de selección personal. El peso mínimo satisfactorio de la muestra gruesa depende de la naturaleza del material a muestrear. Mientras más homogéneo sea el material, más grande debe ser la muestra. Para solidos triturados, mientras mayor sea el tamaño de partícula, mayor será la muestra gruesa.

2- Etapas “: Reducción de tamaño”

Una vez recolectada la muestra gruesa, se debe reducir el tamaño antes de transportar el material al laboratorio, para ello se recolecta un número de incrementos del nuevo universo del material triturado y se repite el procedimiento tantas veces como sea necesario, hasta que el tamaño sea lo suficientemente reducido para su tratamiento en el laboratorio.

3- Etapas : “Preparación de la muestra para el laboratorio”



Los detalles de las tres etapas difieren considerablemente, dependiendo de las características físicas del material a muestrear, así la obtención de una muestra es sencilla cuando se trata de líquidos homogéneos y materiales pulverulentos, algo más complicada para material granulado fino y dificultoso para líquidos estratificados, materiales en grandes fragmentos y para gases.

Casi siempre la muestra inicial o gruesa que se debe tomar es tan grande, que se requiere una considerable reducción de tamaño.

- **Reducción de la muestra:**

La muestra gruesa llega en bolsas, cajas, tambores etc., en trozos de diferentes tamaños y en cantidades aproximadas de 70 kg. Al laboratorio deben ingresar sobres de material impalpable conteniendo de 50 a 200 gr, por lo que deberá someterse a una serie de pasos para reducir el tamaño de partícula y el peso total de la muestra. El esquema gral. Consta de tres pasos:

1- Trituración y cuarteo; 2-Molienda y partición; 3-Pulverización y partición.

Debe comprobarse que todo el equipo a utilizar este limpio para evitar contaminación de la muestra. El tamizado se hace colocando una cantidad no muy grande de muestra sobre el tamiz, el material que no pasa se devuelve al molino. Esto es lo que se llama circuito cerrado y se hace para que todos los elementos contenidos en la muestra tengan la misma

posibilidad de ser reducidos. Este paso puede darse por terminado cuando lo que queda sin pasar por el tamiz es del 1% del total.

Lo que no se va a utilizar, según el valor del material, se descarta o se junta con el material de la muestra gruesa original.

Para realizar la pulverización, se coloca el material dentro de la maquina pulverizadora o del mortero. Cuando llega la muestra al laboratorio en sobres de 50 gr, se toman pequeñas porciones para el análisis

- Muestreo de líquidos

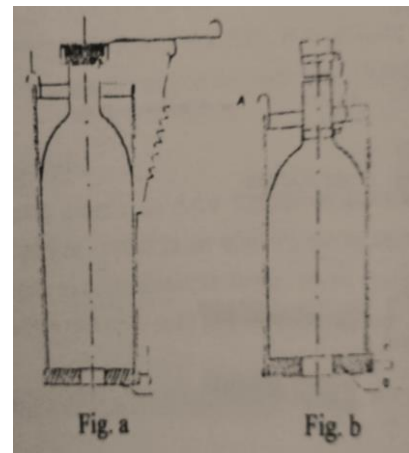
Las técnicas dependerán de las condiciones del material, en este sentido puede establecerse la siguiente clasificación:

1- Líquidos en estado inmóvil : a-uniformes; b- estratificados

2- Líquidos en movimiento

3- Líquidos en estados especiales (con componentes volátiles, con sedimentos, con cristales etc.)

- Líquidos en reposo: para líquidos contenidos en tanques, vagones o depósitos, se utiliza un frasco de aproximadamente 1L, sostenido por un armazón metálico que lleva un contrapeso D que facilita su descenso. La boca del frasco está obturada por un tapón unido a un resorte que mantienen cerrado el frasco por la tracción ejercida en B. Al aflojar el resorte por medio del hilo se destapa el recipiente. Se ata un hilo en el extremo A del frasco (perfectamente seco y limpio) y se sumerge cerrado hasta el nivel deseado, manteniendo tensos ambos hilos. Se afloja el hilo unido al resorte con lo que se consigue destapar el envase, se deja llevar y se retira. Cuando el líquido no presenta una capa de sedimento, la muestra se forma con porciones iguales extraídas de distintos niveles desde la superficie hasta el fondo y de por lo menos tres niveles.



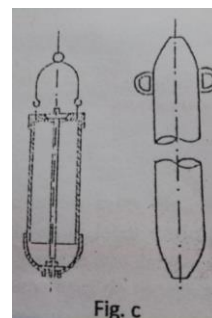
Para extraer muestras del fondo se ata un hilo en el extremo C para que de esta manera el recipiente pueda girar 90°. Se sumerge el frasco mantenido por los hilos de B y C. Cuando el frasco toca el fondo, se afloja B, se deja llenar y se retira.

Si el líquido está caliente se deberá agitar previamente para evitar que las corrientes convectivas modifiquen la concentración según la zona del depósito

Si el líquido tiende a congelarse, se debe colocar un serpentín de calentamiento.

Para líquidos en tanques o tambores de una capacidad de hasta 500 L, se homogeniza el contenido de los mismos, y se emplea un dispositivo el cual consta de un tubo con una válvula, que se sumerge en el líquido a una velocidad constante, en un intervalo mínimo de medio minuto, al llegar al fondo se cierra la válvula y se retira.

Para líquidos muy fluidos, se puede emplear un tubo de vidrio largo con orificio en ambos extremos. Se introduce lentamente el tubo en posición vertical, manteniendo abierta la parte superior hasta alcanzar el fondo, se obtura con el dedo el orificio superior y se retira el tubo. Se seca externamente y se descarga el líquido en los recipientes preparados para ese fin.



- Líquidos en reposo con estratificación: Es el caso más corriente, se puede utilizar el frasco muestreador de la fig. A, con el cual se toman varias fracciones desde el fondo hacia la superficie, a niveles que difieran 10 cm, hasta que no se encuentre más sedimento, y se reúnen en una sola porción. Desde este nivel hacia arriba se toman por lo menos tres muestras a niveles diferentes que se reunirán formando una sola porción. Con ambas porciones se prepara la muestra, tomando de cada una de ellas volúmenes proporcionales a las alturas de las capas que representan.

- Líquidos en movimiento: se pueden presentar varias situaciones:

- a- Toma de muestra con un cucharón a intervalos regulares de tiempo, una vez que se abre el recipiente y el líquido empieza a fluir hasta que finaliza el trasiego. Se recomienda tomar la muestra siempre a la misma altura.

- b- Toma ininterrumpida de muestra, cuando el líquido se mueve por un tubo de gran diámetro. El líquido se puede recoger a chorro constante mediante una llave de paso colocada en la parte inferior del tubo de salida. La muestra así tomada se mezcla en un recipiente límpido.

- c- Para obtener muestras de aguas residuales o similares, se puede recurrir a una rueda hidráulica que gira impulsada por la corriente y que de un modo continuo vierte pequeñas cantidades de líquido en un depósito del que se toman muestras medias

Si el agua residual fluye en forma continua durante las 24 hs., otra forma es tomar muestra cada 2 hs., en el punto donde el movimiento es muy intenso. Si la composición varía mucho durante la jornada, o el flujo no es regular, hay que tomar mayor número de muestras, hasta 4 o 6 por hora.

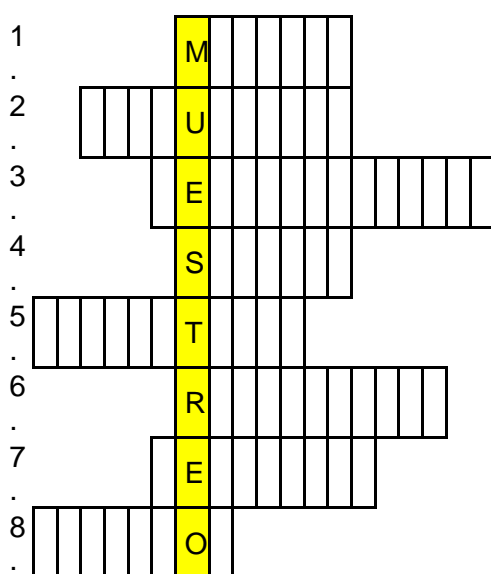
Actividades

A. Responda las siguientes preguntas:

1. ¿Qué es el muestreo en química?
2. ¿Para qué lo necesitamos?
3. ¿Qué tipo de procedimientos vio? ¿Los puede diferenciar?
4. ¿Sabe distinguir las etapas del muestreo de sólidos? Explique.
5. Desarrolle los pasos para reducir una muestra.
6. En un muestreo líquido, ¿de qué depende la técnica a seguir? Justifique.

B. Ver video enviado por las docentes y comente. (<https://youtu.be/Mf10I90a7m4>)

C. Complete el siguiente CRUCIGRAMA según lo preguntas/afirmaciones que se enuncian a continuación:



1. Material que se desina al análisis en química.
2. Una de las operaciones del proceso de muestreo.
3. Cómo debe ser la muestra que se envía al laboratorio para su análisis cuantitativo?
4. Un tipo de muestreo.
5. ¿Dónde se hacen los análisis de las muestras?
6. Primera etapa del muestreo sólido.
7. ¿Cómo se llama el procedimiento por el cual debo disminuir el tamaño del material?
8. ¿Qué otro tipo de muestreos puede haber?

D. Complete el siguiente SUDOKU:

Al			
	Li		
		Si	
			Ca

En el diagrama de arriba deben colocarse símbolos de elementos químicos en los cuadros vacíos; de modo que, LA SUMA DE SUS NÚMEROS ATÓMICOS en las cuatro líneas horizontales y verticales de igual a 48.

Los elementos a ser usados van del H (Z: 1) al Zn (Z: 30), sólo se utilizan una sola vez en el esquema. Cuatro elementos ya están colocados.

Bibliografía:

- https://www.academia.edu/34474929/Libro_Fundamentos_Analitica_Skoog_9ed
- <https://youtu.be/Mf10I90a7m4>