

GUIÓN EPISODIO I

Bienvenidos al podcast elaborado por el grupo de innovación docente Analytical QuimiKnowledge relativo a la asignatura Química Analítica II. En este episodio se va a tratar el tema denominado GENERALIDADES SOBRE LOS MÉTODOS DE SEPARACIÓN.

PRIMER BLOQUE

Una técnica de separación es un procedimiento utilizado para dejar al componente /es deseado, también llamado analito, fuera de la acción de la sustancia/as que interfieren en su determinación, denominados interferentes. Normalmente la etapa de separación requiere la creación de una nueva fase y la posterior separación de la fase original. La separación es un proceso físico, pero frecuentemente implica procesos químicos. Se trata del establecimiento de equilibrios de los componentes de la muestra entre ambas fases, por lo que nunca las separaciones serán completas. Hay que tener en cuenta que la realización de esta etapa constituye una de las mayores fuentes de error a la hora de proponer un método analítico. El gran número de técnicas de separación existentes, los estudios teóricos publicados y las aplicaciones descritas justifican el hecho de que se hable de una Ciencia de las Separaciones

A la hora de estudiar las separaciones es necesario definir una serie de parámetros que nos van a ayudar a entender mejor el proceso. El primero de ellos es el FACTOR DE RECUPERACIÓN, se define como la cantidad de especie que pasa a la nueva fase (separada) con respecto a la cantidad total. Se calcula con el cociente de la cantidad de una especie en la nueva fase con respecto a la fase inicial. La eficacia de una separación se puede expresar por medio del factor de recuperación, ya que se corresponde con el rendimiento del proceso extractivo y normalmente se expresa en %. Si se ha diseñado el procedimiento de separación adecuadamente, el factor de recuperación para el compuesto de interés tendrá que ser próximo a la unidad mientras que para los interferentes sus valores tendrían que tender a cero. Obviamente se pueden calcular tantos factores de recuperación como analitos se quieran determinar. Por otro lado, tenemos el factor de separación, que se define como el grado de separación entre el analito y los interferentes y es el valor que multiplicado por la relación de la cantidad original de interferente frente a la de analito da la relación final. Si el factor de recuperación para el analito es próximo a 1, entonces el factor de separación se aproximará al valor del factor de recuperación para el interferente.

SEGUNDO BLOQUE

Como en cualquier proceso analítico, la separación lleva un error asociado, que nunca se va a poder eliminar del todo, pero si minimizar en gran parte. Podemos encontrarnos con dos situaciones: i) El paso incompleto del elemento de interés siempre originará un error por defecto, mientras que el error asociado a la incompleta separación del interferente/es será por exceso si este compuesto participa positivamente en la medida analítica final y por defecto si su presencia disminuye la magnitud de esta medida. Si se quiere calcular de manera experimental, existe una fórmula en la que participan parámetros ya vistos en este tema como el factor de recuperación, y otros nuevos como las constantes proporcionales a la sensibilidad de la medida, que puede ser masa,

volumen absorbancia...) para cada componente. En esta ecuación podemos encontrar un término (factor de recuperación del analito menos 1 que estará relacionado con el error por defecto, y otro término que engloba al factor de recuperación para el interferente, cociente de constantes y de cantidades (siempre en el numerador lo relativo al interferente), que dependiendo de los valores obtenidos ocasionará un error por defecto o por exceso.

TERCER BLOQUE

En la última parte del tema se van a comentar distintas formas de clasificar los métodos de separación en función diversos conceptos. La primera forma de clasificar los métodos es en función de su objetivo, si va tener fines analíticos, lo que normalmente lleva asociado que los analitos se van encontrar en concentraciones bajas, y que implicará utilizar instrumentación de menores dimensiones que para el otro fin, el preparativo. En este caso, la finalidad es obtener grandes cantidades de un compuesto o compuesto de interés, normalmente está asociado a fines industriales, y hace necesario el utilizar instrumentación de grandes dimensiones. En una situación intermedia nos encontraríamos con la finalidad semi-preparativa, que normalmente se suele desarrollar en plantas piloto. Por otro lado, está la clasificación entorno al resultado que se va a obtener de la separación. Si la finalidad es simplemente saber si el compuesto está presente o no en la nueva fase, se hablaría un análisis cualitativo. En cambio, si no sólo se quiere saber si un compuesto está presente o no, pero también, si lo está en mayor o menor medida, pero sin especificar la concentración, se hablaría de análisis semicuantitativo. Por último, cuando se quiere obtener la cantidad de analito de forma exacta, se hablaría de análisis cuantitativo, y normalmente, está asociado a la asignación de una concentración. Finalmente, podemos clasificar los métodos de separación en función del estado físico de las fases que entran en juego. Por un lado, tenemos técnicas en las que participan una fase líquida y otra gaseosa, dentro de estas técnicas nos encontramos con la volatilización, pero también la cromatografía de gases, utilizando el mecanismo de reparto que ya se explicará en temas posteriores. Aproximaciones similares se utilizan cuando tenemos una fase sólida y otra gaseosa, con la salvedad de que hablaríamos de sublimación, y cromatografía de gases con el mecanismo de adsorción. El número de técnicas en las que participa una fase líquida y otras sólida es mayor, tenemos la precipitación, el cambio iónico, extracción con disolventes (lixiviación) la cromatografía de líquidos siempre y cuando no se emplee el mecanismo de reparto y algunos modos de electroforesis capilar. En cambio, las separaciones con dos fases líquidas (inmiscibles entre si) son menos frecuentes en cuanto a número de técnicas, y nos encontraríamos con la extracción con disolventes, o el mecanismo de reparto en cromatografía de líquidos. Finalmente, hay que comentar que otras técnicas de separación menos frecuentes son la electrólisis, diálisis, fusión por zonas, entre otras.