

Determinación de carbonato de calcio en un pienso.

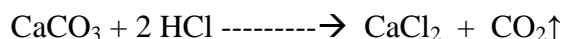
(Practicas da ESO en el curso 2018 – 2019).

Introducción.-

1.- El carbonato de calcio se encuentra en las conchas de bivalvos, cáscara de huevos, etc, que se emplean para obtener el calcio a partir de los piensos compuestos; el carbonato de calcio no es puro, por lo que puede contener impurezas según sea su procedencia.

2.- La reacción del ácido clorhídrico con el carbonato es la típica reacción con desprendimiento de gases, en este caso el gas es anhídrido carbónico.

Dicha reacción es:



3.- La valoración podría hacerse directamente sobre el carbonato, pero entonces en el proceso se formarían bicarbonatos en el paso intermedio y esto traería diversas complicaciones, como el establecimiento de disoluciones amortiguadoras, que harían que la evolución del pH no fuera brusca.

Se evita esto calentando la disolución de la muestra con ácido clorhídrico, favoreciendo la expulsión del CO₂, y así evitamos las complicaciones mencionadas antes.

4.- En este caso, el ácido clorhídrico siempre debe permanecer en exceso, es evidente que algo de este ácido se ha gastado en reaccionar con los carbonatos y su concentración habrá disminuido.

Si valoramos este ácido final – después de una filtración nos dará una concentración que deberá ser menor que la inicial; como se conoce esta, entonces se conocerá la cantidad de HCl que se ha gastado, (por medio de la diferencia de dichas concentraciones).

A estas manera de proceder se suele llamar proceso por RETROVALORACIÓN.

Materiales.- 2 vasos de precipitados de unos 100 mL, embudo, papel de filtro, bureta (con su soporte), varilla de vidrio, ácido clorhídrico, sosa caustica y fenolftaleina y papel indicador.

Objetivos:

- 1.- Asumir la importancia de la realización de una práctica que resuelve un problema de la vida cotidiana.
- 2.- Fomentar la improvisación, como algo fundamental para la resolución de distintos problemas o retos que se puedan emplear, por ejemplo:
- 3.- Reflexionar sobre distintas maneras alternativas, por ejemplo: la de realizar una reacción completa (de agotamiento) mediante exceso de uno de los reactivos y la de determinación del reactivo – en exceso- gastado, esto es:
- 4.- Familiarizarse con una variante muy importante de la volumetría, que es la retrovaloración.
- 5.- Comprender la importancia de la valoración de los residuos como recursos aprovechables.

Procedimiento.-

A).- Valoración inicial de un ácido clorhídrico

Esto se hace de manera habitual.

- 1.- Se prepara una disolución de hidróxido de sodio 1 M y luego se añade algo de fenolftaleína, emergiendo un color rojo.
- 2.- Se introduce la sosa en la bureta.
- 3.- Se introducen 25 cm³ de ácido clorhídrico en un vaso de precipitados de 100 mL .
- 4.- Se deja caer lentamente la disolución de sosa sobre el ácido clorhídrico, que esta en el vaso de precipitados – y agitando con una varilla de vidrio – hasta que aparezca el color rojo, momento en que se cierra la llave.
- 3.- Se observa la disolución de sosa neutralizada y mediante estequimetría (teniendo en cuenta: $\text{HCl} + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$), se halla la concentración molar del ácido.

B).-

1.- Se toma unos 4 gr de muestra del pienso a analizar; y se vierten en un vaso de precipitados de unos 50 ó 100 mL .

2.- Se añaden unos 25 mL de ácido clorhídrico valorado antes, se agita y calienta hasta unos 80°C durante, por ejemplo, unos 2 o 3 minutos; se espera hasta que todo el carbonato de calcio desaparezca.

; En este momento debemos ser conscientes de que cantidad total de ácido clorhídrico (gr o moles) que entregamos a la muestra !

3.- El ácido clorhídrico debe estar siempre en exceso; esto se puede hacer tomando una gota e introducirla en un tubo de ensayo con un indicador, o mejor dejar caer la gota en un papel que incorpore un indicador.

4.- Se deja enfriar,

5.-Se filtra y se anota el volumen del filtrado.

; En el apartado siguiente, se perseguirá conocer la cantidad (gr o moles) de ácido clorhídrico que “ha sobrevivido” en la operación anterior;.

C).-

1.- Este ácido clorhídrico – que debe estar algo “gastado” – se valora de manera análoga que en el apartado A (con el volumen del filtrado sobre el vaso de precipitados y la sosa en la bureta).

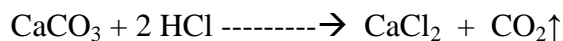
Se halla la cantidad de ácido clorhídrico que permanece en la disolución final, que es la del volumen medido en el filtrado: paso nº 5 del apartado anterior).

2.- Ahora se halla la cantidad de ácido clorhídrico (que “ha desaparecido” en la reacción con el carbonato de calcio).

Teniendo en cuenta los valores de las cantidades de ácido clorhídrico inicial (que se mezcló con la muestra), menos la obtenida ahora se sabe que cantidad de ácido ha reaccionado con el carbonato de calcio.

3.- Por estequiometría se puede determinar el valor de la cantidad de carbonato de calcio que había en la muestra.

Para ello hay que tener en cuenta la reacción:



Observaciones.-

1.- La muestra debe estar totalmente seca, ya que así se minimizan errores. Además en la muestra del pienso, los componentes de este deber estar bien triturados, si no fuera así habría que volver a triturar la muestra en un mortero.

Si los componentes no están bien triturados, la reacción con el ácido podría ser lenta y esto sería incómodo.

2.- Realizamos los cálculos sobre la concentración del ácido gastado sobre el volumen medido del filtrado, que deberá ser algo menor que el inicial. Suponemos que antes el volumen del filtrado tenía la concentración de ácido inicial (la indicada en el apartado A.)

3.- Hemos despreciado la parte del ácido que moja la muestra después del filtrado, esto traerá consigo un pequeño error; para evitarlo habría que lavar la muestra y trabajar sobre el nuevo filtrado, pero debido a las complicaciones asociadas, NO vamos a hacerlo y asumiremos esto como una posible fuente de error.

4.- En vez de ácido clorhídrico también podría utilizarse un ácido fuerte cualquiera, como el ácido sulfúrico, pero en este caso se podría formarse un precipitado de sulfato de calcio, que impediría saber cuando se ha consumido todo el carbonato de calcio.

También se podría utilizar ácido nítrico, pero este ácido – como es muy oxidante - puede producir otras reacciones en otros componentes de la muestra, que introducirían complicaciones en nuestro análisis (para evitar estas reacciones secundarias, podría hacerse con este ácido diluido, pero previsiblemente se tardaría mas tiempo). Podría pensarse en el ácido acético, pero este no valdría por ser un ácido débil.

5.- Podría plantearse la práctica con ácido perclórico, pero aunque este ácido es fuerte, resulta que hacer esto podría ser peligroso, ya que podrían quedar olvidados restos de la muestra y existiría la posibilidad de un incendio o explosión fortuita en el futuro.

En principio el ácido fluorosulfúrico, o ácido bromhídrico podrían valer, ya que estos también son muy fuertes pero el inconveniente es que son muy caros.

Una muy mala idea sería utilizar el ácido fluorhídrico, ya que este ácido , a contrario de lo que parece, no es muy fuerte. Por otra parte no se pueden utilizar recipientes de vidrio, ya que este ácido ataca al vidrio.

Con este ácido se produciría un precipitado - de fluoruro de calcio – que dificultaría las observaciones. Además, este ácido es muy peligroso, ya que como el ácido sulfúrico produce quemaduras muy graves con la piel; estas son aún mas graves que en el caso del sulfúrico, en este caso, es como si se pusiera la piel en contacto con un hierro caliente: se produce una quemadura y ya está, pero en el caso del fluorhídrico las cosas van aún mas allá, esto es debido a que este ácido busca el calcio de las células destruyendo estas, a diferencia de que el sulfúrico que solo busca el agua deshidratando y carbonizando la piel.

6.- Este proceso es aplicable en muchas otras reacciones, como por ejemplo en la determinación de sales de amonio en los fertilizantes.

7.- Con parecida filosofía - la de hacer 2 valoraciones a cambio de no utilizar el indicador en la reacción principal, actuando un exceso de reactivo - también se podría pensar en intentar otro tipo de valoraciones, como por ejemplo la determinación de la concentración de un sulfato de cobre o de una sal de hierro (II), ya que estos hidróxidos son muy insolubles, aun con exceso de reactivo.

Las imágenes reales de esta práctica son las siguientes:

