

CASO PRÁCTICO: Determinaciones cuantitativa y cualitativa en calcitas

Se pretende determinar el contenido en calcio (expresado como porcentaje en masa) de una roca caliza, formada fundamentalmente por carbonato de calcio, usando una de las técnicas analíticas clásicas, en concreto la gravimetría.

En la gravimetría se precipita el calcio como un compuesto insoluble con una fórmula conocida, determinándose por pesada la cantidad de calcio presente en la muestra.

En este caso, la muestra se disolverá con ácido clorhídrico concentrado y se usará como agente precipitante ácido sulfúrico que formará con el calcio un compuesto insoluble de color blanco.

La muestra puede presentar impurezas, que pueden ser sales de otros alcalinotérreos o de metales pesados como cobre(II), níquel(II), plata, cerio(III), mercurio(II), hierro(III) o plomo(II).

Se realizará una determinación cuantitativa de la cantidad de calcio presente en la muestra y una determinación cualitativa sobre qué otros iones pueden estar presentes en la muestra.

Los ensayos realizados se numeran del **1 al 10**

Parte A: Determinación cuantitativa (Ensayos 1- 4)

El procedimiento es el siguiente:

Ensayo 1.- Se disuelve una muestra de 40,00 gramos del mineral, con ácido clorhídrico, quedando un residuo blanco **A** de 0,5 gramos que no se disuelve por más ácido que se le añade (se guarda para su posterior análisis: **ensayo 5**).

Ensayo 2.- Tras filtrar la disolución acuosa para separar ese precipitado, se divide en dos fracciones iguales. La primera se utilizará para **la determinación gravimétrica** y la segunda para **realizar un ensayo adicional (ensayo 4)**

Ensayo 3.- A la primera fracción se le añade un exceso de ácido sulfúrico hasta que ya no se produce más precipitado, obteniéndose un sólido blanco (Compuesto I), que tras filtrar y secar al aire, pesa 32,68 gramos. El precipitado se calcina hasta obtener una pesada constante de 25,84 gramos (compuesto II). La disolución resultante se guarda para realizar los ensayos analíticos que permitirán detectar la presencia de otros cationes (**ensayos 6-10**)

Ensayo 4.- A la segunda fracción se le añade una disolución de dicromato de potasio en medio ácido observándose la formación de un precipitado de color naranja **B** de 0,8 g.

Cuestiones

Cuestión 1.- Escriba la ecuación ajustada de disolución del carbonato de calcio con ácido clorhídrico concentrado. ¿Alguna de las sustancias formadas es gaseosa? **0,5 pts**

Cuestión 2.- Determine el contenido de calcio presente en el mineral (expresado como % en masa), considerando que se ha precipitado el 100% del calcio y que todo el precipitado corresponde a sal de calcio. **2 pts**

Cuestión 3.- Compare las fórmulas de los compuestos I y II y exprese el contenido en agua del compuesto I en % en masa. **1 pto**

Cuestión 4.- ¿Qué conclusiones saca del ensayo 4 sobre la presencia de otros cationes de metales alcalinotérreos? **1,25 ptos**

a) ¿A qué precipitado puede corresponder el sólido naranja obtenido?

b) ¿Se puede asegurar o descartar la presencia de iones Mg^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} con estos ensayos?

c) Teniendo en cuenta la masa de sólido naranja obtenido en este experimento ¿cree que el error que representa en la determinación de calcio es mayor o menor al 5%?

Parte B: determinación cualitativa de cationes (ensayos 5-9)

Ensayo 5.-Los 0,5 g del sólido **A** del **ensayo 1** son tratados con una disolución de amoníaco concentrado, redisolviéndose una parte del sólido y quedando un residuo de 0,3 gramos, que se redisuelve al tratarlo con una disolución concentrada de hidróxido de sodio. **No hay que hacer cálculos numéricos**

Cuestión 5.- ¿A qué compuesto o compuestos puede corresponder este sólido blanco **A** obtenido como residuo al disolver la muestra en ácido clorhídrico en el **ensayo1**? **0,5pts**

Cuestión 6.- La redisolución de parte del sólido blanco con amoníaco indica la presencia de un catión en el precipitado ¿de cuál? **0,5 pts**

Cuestión 7.- La redisolución del resto del sólido blanco en un medio fuertemente básico como el hidróxido de sodio concentrado indica la presencia de un segundo catión el precipitado ¿de cuál? **0,5 pts**

Ensayo 6.- La disolución resultante del **ensayo 3** una vez eliminados los sulfatos insolubles se concentra observándose entonces una coloración azulada. Esta disolución se divide en tres fracciones iguales: X, Y, Z para realizar varios ensayos cualitativos.

Ensayo 7.-A la fracción X se le añade disolución concentrada de hidróxido de sodio, observándose la aparición de un precipitado de color azul claro (que no permite excluir la presencia de sólidos de otros colores claros). La posterior adición de amoníaco concentrado a esta suspensión permite observar la formación de una disolución de color azul intenso, quedando un sólido blanco sin disolverse.

Ensayo 8.-A la fracción Y se le añade disolución concentrada de amoníaco dando lugar a un oscurecimiento de la disolución a azul intenso y a la aparición de un precipitado blanco. Si a esta mezcla se le añade a continuación una disolución de cianuro de potasio se produce la decoloración de la disolución, mientras que el sólido blanco se mantiene inalterado.

Ensayo 9.- A la fracción Z se le añade disolución de cianuro de potasio, quedando una disolución incolora y un precipitado blanco.

Cuestión 8.- De acuerdo con los ensayos realizados de los iones de metales pesados razone **3,5 pts**

- a) ¿Qué iones puede asegurar que están presentes en la muestra?
- b) ¿Qué iones puede asegurar que no se encuentran en la muestra?
- c) ¿Hay algún ion para el cuál la respuesta sea dudosa?
- d) Justifique las observaciones experimentales en cada uno de los ensayos de acuerdo con sus conclusiones

Cuestión 9.- Si la muestra de calcita estuviera contaminada por carbonato de magnesio ¿cree que interferiría en la determinación de alguno de los iones? ¿En cuáles? **0,25 pts**