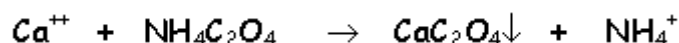


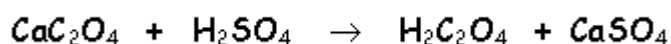
Iniciació a la bromatologia (pràctiques)	Protocols d'anàlisi	Ref: 9.1
DETERMINACIÓ DEL CALCI		

OBJECTE I FONAMENTS

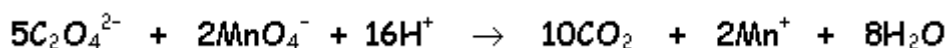
L'ió calci es precipitable quantitativament com oxalat de calci, per acció de l'oxalat amònic:



El precipitat d'oxalat càlcic és soluble en àcid sulfúric, passant a la forma d'àcid oxàlic:



L'àcid oxàlic format es valora amb dissolució titulada de permanganat potàssic:



MATERIAL

Balança analítica
 Bany d'aigua
 Cremador Bunsen
 Erlenmeyer de 250 ml
 Flascó rentador
 Forn de mufla amb regulació de temperatura
 Gresol de placa filtrant del núm. 4
 Gresol per cendres
 Matràs aforat de 250 ml
 Triangle de ceràmica
 Vitrina-campana extractora

REACTIUS

Àcid clorhídric d=1'14
 Àcid nítric 40 °Bé
 Àcid sulfúric d=1'13
 Aigua destil·lada
 Amoníac d=0'98
 Dissolució al 30 % (p/v) d'àcid cítric
 Dissolució al 5 % (p/v) de clorur amònic
 Dissolució de verd de bromogresol al 0'04 %
 Dissolució saturada d'oxalat amònic
 Dissolució titulada de permanganat potàssic 0'1 N

METODOLOGIA

- 1.- Pesar al voltant de 5 grams de mostra en un gresol de cendres.
- 2.- Posar el gresol inclinat sobre un triangle de ceràmica i escalfar amb la flama oxidant del cremador Bunsen, fins carbonització (a la campana-vitrina).
- 3.- Calcinar a 550°C fins convertir en cendres (es pot aprofitar per determinar el contingut de cendres totals).
- 4.- Transvasar les cendres a un matràs erlenmeyer de 250 ml i afegir 40 ml d'àcid clorhídric (d=1'14), 60 ml d'aigua destil·lada i unes gotes d'àcid nítric.
- 5.-Portar a ebullició i mantenir-la uns 30 minuts.
- 6.- Refredar i transvasar quantitativament a un matràs aforat de 250 ml, completant el volum amb aigua destil·lada i homogeneïtzar.
- 7.- Filtrar (sense rentar el filtre !) i arrebregar una porció alíquota de filtrat que contingui entre 10 i 40 mil·ligrams de calci i passar-la a un matràs erlenmeyer de 250 ml; afegir 1 ml de la dissolució d'àcid cítric i 5 ml de la dissolució de clorur amònic; completar el volum aproximadament a uns 100 ml amb aigua destil·lada.
- 8.- Portar a ebullició, afegint 10 gotes de dissolució de verd de bromogresol i 30 ml de dissolució calenta d'oxalat amònic. Si apareix un precipitat, dissoldre amb unes gotes d'àcid clorhídric de d=1'14
- 9.- Afegir amoníac fins viratge de l'indicador.
- 10.- Col·locar l'erlenmeyer en un bany d'aigua a ebullició per 30 minuts, deixant reposar el precipitat format.
- 11.- Retirar l'erlenmeyer del bany i deixar reposar 1 hora. Filtrar amb un gresol del no 4, rentant l'erlenmeyer i el gresol amb aigua fins la total eliminació de l'excés d'oxalat amònic (ve indicada per l'absència de clorurs - assaig amb nitrat de plata en medi àcid-).
- 12.- Dissoldre el precipitat fent passar pel filtre uns 50 ml d'àcid sulfúric de d=1'13.
- 13.- Esbandir el gresol amb aigua calenta fins un volum aproximat de 100 ml.
- 14.- Escalfar fins 70-80°C i valorar amb dissolució de permanganat de potassi 0'1 N fins obtenció de color rosa persistent durant al menys 1 minut.

CÀLCULS

1 ml de permanganat 0'1000 N equival a 2'004 mil·ligrams de calci.
Expressar el resultat en % de calci a la mostra:

$$\text{Ca}(\%) = \frac{f \cdot V \cdot 501}{m \cdot v} \cdot 100$$

OBSERVACIONS

Si la mostra està constituïda exclusivament de matèries minerals (no orgàniques), com, per exemple, un corrector mineral per pinsos, procedir a la dissolució mitjançant àcid clorhídric sense incineració prèvia.

Si es sospita que el contingut en magnesi a la mostra és molt alt, procedir a una segona precipitació amb oxalat de calci.

Qüestionari 9.1.- Determinació del calci

- 1.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 2.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 3.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".