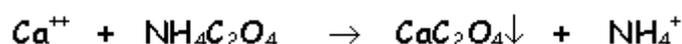


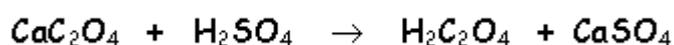
Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 9.1
<b>DETERMINACIÓN DEL CALCIO</b>		

## OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

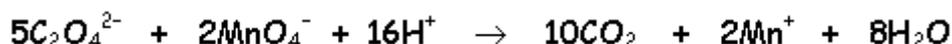
El ión calcio es precipitable cuantitativamente como oxalato de calcio, mediante la acción del oxalato amónico:



El precipitado de oxalato cálcico es soluble en ácido sulfúrico, pasando a la forma de ácido oxálico:



El ácido oxálico formado se valora con disolución titulada de permanganato potásico:



## MATERIAL

Balanza analítica  
 Baño de agua  
 Quemador Bunsen  
 Erlenmeyer de 250 ml  
 Frasco lavador  
 Horno de mufla con regulación de temperatura  
 Crisol de placa filtrante del núm. 4  
 Crisol para cenizas  
 Matraz aforado de 250 ml  
 Triángulo de cerámica  
 Vitrina-campana extractora

## REACTIVOS

Ácido clorhídrico d=1'14  
 Ácido nítrico 40 °Bé  
 Ácido sulfúrico d=1'13  
 Agua destilada  
 Amoníaco d=0'98  
 Disolución al 30 % (p/v) de ácido cítrico  
 Disolución al 5 % (p/v) de cloruro amónico  
 Disolución de verde de bromocresol al 0'04 %  
 Disolución saturada de oxalato amónico  
 Disolución titulada de permanganato potásico 0'1 N

## METODOLOGÍA

- 1.- Pesar alrededor de 5 gramos de muestra en un crisol de cenizas.
- 2.- Situar el crisol inclinado sobre un triángulo de cerámica y calentar con la llama oxidante del quemador Bunsen, hasta carbonización (en campana-vitrina).
- 3.- Calcinar a 550°C hasta convertir la muestra al estado de cenizas (puede aprovecharse para determinar el contenido de cenizas totales).
- 4.- Trasvasar las cenizas a un matraz erlenmeyer de 250 ml y añadir 40 ml de ácido clorhídrico (d=1'14), 60 ml de agua destilada y unas gotas de ácido nítrico.
- 5.- Llevar a ebullición y mantenerla unos 30 minutos.
- 6.- Enfriar y trasvasar cuantitativamente a un matraz aforado de 250 ml, completando el volumen con agua destilada y homogeneizar.
- 7.- Filtrar (¡sin lavar el filtro!) y recoger una porción alícuota de filtrado que contenga entre 10 i 40 miligramos de calcio y pasar a un matraz erlenmeyer de 250 ml; añadir 1 ml de la disolución de ácido cítrico y 5 ml de la disolución de cloruro amónico; completar el volumen aproximadamente a unos 100 ml con agua destilada.
- 8.- Llevar a ebullición, añadir 10 gotas de disolución de verde de bromocresol y 30 ml de disolución caliente de oxalato amónico Si aparece un precipitado, disolver con unas gotas de ácido clorhídrico de d=1'14
- 9.- Añadir amoníaco hasta virar el indicador.
- 10.- Colocar el erlenmeyer en un baño de agua en ebullición durante 30 minutos, dejar reposar el precipitado formado.
- 11.- Retirar el erlenmeyer del baño y dejar reposar 1 hora. Filtrar con crisol del nº 4, lavando erlenmeyer y crisol con agua hasta la total eliminación del exceso de oxalato amónico (ausencia de cloruros - ensayo con nitrato de plata en medio ácido).
- 12.- Disolver el precipitado pasando por el filtro unos 50 ml de ácido sulfúrico de d=1'13.
- 13.- Lavar el crisol con agua caliente hasta completar un volumen de alrededor de 100 ml.
- 14.- Calentar a 70-80°C y valorar con disolución de permanganato de potasio 0'1 N hasta obtención de color rosa persistente por un tiempo de como mínimo 1 minuto.

## CÁLCULOS

1 ml de permanganato 0'1000 N equivale a 2'004 miligramos de calcio.  
Expresar el resultado en % de calcio en la muestra:

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

## OBSERVACIONES

Si la muestra está constituida exclusivamente de materiales minerales (no orgánicos), como por ejemplo un corrector mineral para piensos, proceder a la disolución mediante ácido clorhídrico sin incineración previa.

Si se sospecha que el contenido en magnesio en la muestra es muy alto, proceder a una segunda precipitación con oxalato de calcio.

**Cuestionario 9.1.- Determinación del calcio**

- 1.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico..
- 2.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 3.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".